

Chemical Times



特殊試薬の生れるまで

全国各地の需要者より注文照会のある試薬は毎月品種にして 3,000 にも達し益々増加の一途を辿っている。而もこの上、等級別があるので実際に取扱う品種は 4,000 以上になっている。

100 種の注文を受けた時この中の 1 品が未製品であつて納入できぬ。従つて需要者の試験なり研究なりが未完成となると考える時、試薬業者に課せられた責任は重大である。何とかして需要に應じたいとの念願を社員の誰もが抱いていた。

この社員の氣持が盛上つて、関東化学株式会社の社内組織の一環として有機物審議会、無機物審議会が設けられた。工場技術陣を主体として生産部・試験部・地方部販賣部員に關係官庁・大学諸先生の御臨席を願つて特殊品に関する諸問題を真剣に研究し生産に移している。

この組織を中心として何うゆう具合に特殊品が生産されるかと云うと……

先づ販賣部・地方部に直接需要者の方々より承つた御注文又は通信による御照会の品名・等級・数量・用途等が集計分類され 1 週間分が各審議会の議題となる。

審議会に於ては

- ①製造可能
 - ②要研究
 - ③製造困難
- の 3 種に区分し①は直ちに生産部より製造要求を出す。

②に就いては文

献調査を爲し、文献が多岐に亘る時は分担して調査を継続する。調査が完了したものについては①に準ずる。③に就てはその原因が國內にて原料が入手困難なもの、生産原価が需要に應じきれぬもの、技術上不可能なもの等の区分を付して担当係に連絡する。この資料を基礎として夫々の需要者に回答が寄せられるのである。

有機物審議会

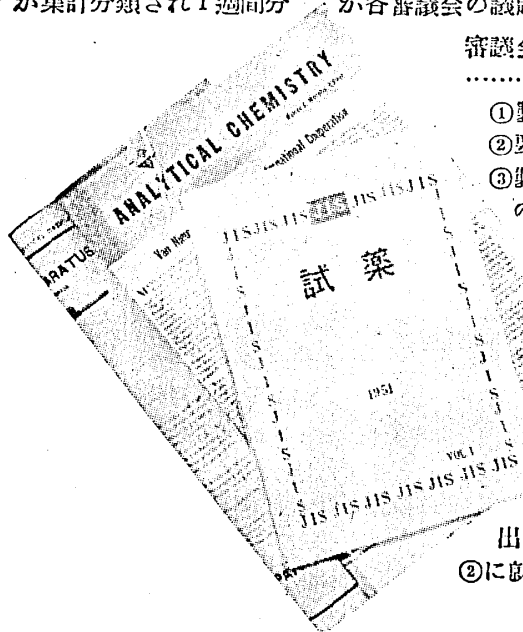
試薬を区分するのに一般的には有機化合物・無機化合物と分類するのが常であるが有機物審議会は主として有機物を取扱っている。略称有機会又は火曜会と称され毎週火曜日の夜開催される。社長以下約 10 名、議題に対して熱心な検討が加えられる。或る時は審議に熱心の余りやつと終電間近に散会したと云う挿話もある。ここで文献調査されたものは一々記録カードにより整理され資料として保管される。現在迄に取扱つた調査件数 1,300 件中注文を戴いて生産された品目 780 件に及んでいる。

無機物審議会

この会は通称無機会と云つて毎週金曜日に有機会と同様夕刻より会合する。名称は無機会であつても有機物も議題としている。それは有機会とは性格が違つて生産技術の向上を第一目標とし特殊品の研究を併行的にしている。つまり特殊目的に使用される特定純度の試薬の生産はこの会で研究討議されている。社長・各工場長・技師長以下若干の技術員を含めて約 20 名分散された工場の技術陣もこの会を主体として有機的に結合しているのである。試薬規格の検討立案も無機会が母体である。

結 び

産業復興は試薬からと云はれる程試薬は重要であるが、この有機会、無機会の議題によつて更に新しい需要傾向を把握でき、試作研究より計画生産へ、更に品質向上原価引下げえと不斷の努力をしていることは、之等の会で研究生産した試薬が輸出されてゆくのを見ても強ち無駄ではない。



東京都中央区日本橋室町三丁目四番地

スウェーデン社
編集人 斯波之茂

(代読寫)

燐酸と共存する珪酸の比色定量法

(日本化学会東北支部常会にて講演)

東北大学工学部教授 理学博士 加藤 多喜雄

沖 中 裕

1. 序 論

珪酸の微量定量法には、モリブデン酸アンモニウムによつて生成する珪モリブデン酸アンモニウムの黄色、又はそれを還元して得られる青色を比色する方法が一般に用いられている。筆者は前者の方法についての条件に検討を加え、更に燐酸の存在する場合にも正確に定量し得る方法を見出した。

従来黄色珪モリブデン酸アンモニウムの比色は、硝酸(1)、硫酸(2)~(4)、塩酸(5)(6)性、又は塩酸(7)性に於て行われている。就中硫酸(2)性の方法は、Diénert and Wandenbulcke 法、又塩酸(5)性の方法は、American Public Health Association法と云われて廣く用いられているが、燐酸の存在する場合には、この二方法ともそれをカルシウム塩として沈澱せしめ、その濾液について比色を行つているが

(7) 之は手数を要してあまり思わしくない。又 Feigl は1% 砒酸溶液を用いて燐モリブデン錯塩のみを分解せしめて尙着色する部分が珪酸によるものとして比色しており、

(8) Schreiner 等は、試料にモリブデン酸アンモニウムを加えてから硝酸を加えるまでの時間を一時間おいて加える時には、珪酸の方は同時に添加した場合に比べて2分の1の発色しか示さないのに反して、燐酸はその時間には無関係に同一色を呈するのを利用して定量を行つている。

著者等は有機溶剤を用いて両錯塩の一方のみを抽出せんと試み、*n*-醋酸ブチルを用いて燐モリブデン錯塩のみを抽出し、水溶液層に残つた珪モリブデン錯塩をそのまま比色して良好な結果を得た。

使用した試薬及び器具は次の通りである。

- 1) H_2SO_4 , 20%, 25% ヨツハタ製特級品
- 2) モリブデン酸アンモニウム、10% 鹿印一級品
30g+水250cc+濃アンモニア水 5cc→煮沸溶解(アンモニア臭を追い出す)→冷却+水(全量300cc)
- 3) Na_2SiO_3 , 1.00mg SiO_2 /cc 大印一級品
重量分析によつて定めた。
- 4) K_2CrO_4 , 0.58g/L, 0.64g/L
- 5) 砒砂、1% 平沢製一級品
- 6) *n*-醋酸ブチル、124°~126°Cにて蒸溜したもの。
- 7) ネスレル比色管 50cc
- 8) デュボスク比色計 ベラン型 50mm

2. 温度と着色度との関係

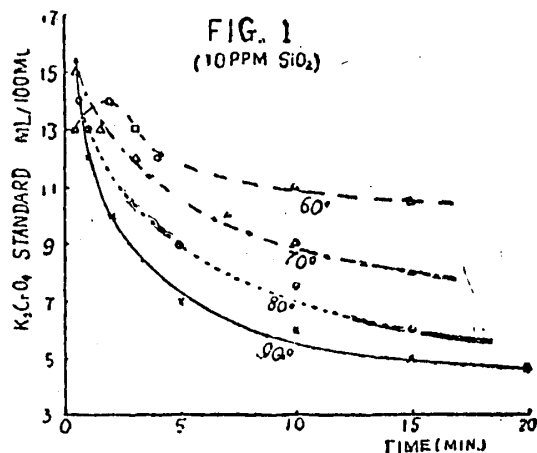
(10)

Swank and Mellon は試料 100cc+10% $(NH_4)_2Mo$

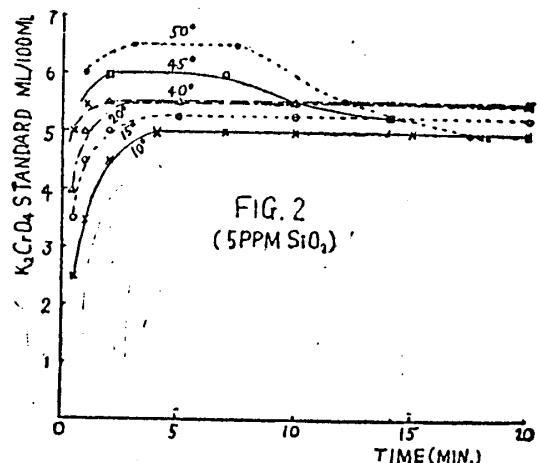
O_4 4cc+20% H_2SO_4 1cc なる条件で比色する時の Permanent Standard として、0.58g K_2CrO_4 /L の1cc をとり、1% 砒砂溶液 50cc を加え水で100ccにうすめたものを SiO_2 1 ppm の標準として用いているが、温度の影響については觸れていない。筆者は先づ上の条件をそのままスケールを2分の1にして、温度の影響についての実験を行つた。尙温度調節には流動パラフィン浴にパ

(11) イメタル式調節器を装置した恒温槽を使用した。実験結果を第一図及び第二図に示す。第一図は SiO_2 10ppm, 第二図は SiO_2 5ppm についてネスレル比色管によつて測定したものである。

第 一 図



第 二 図



第一図より分る如く 60°C 以上に於ては最高着色度は大であるが分解が早く、比色には不適當である。45°~50° に於ては、第二図に見る如く最高着色度はそれ以下の温度に比べれば大であるが、その持続時間が短く、成

る可く長く一定色を保つという意味に於て、 $20^{\circ}\sim 40^{\circ}$ が最も適当と認められる。 $20^{\circ}\sim 40^{\circ}$ に於ては30分間は少くとも一定色を保ち、一旦発色せしめたものは徐々に 20° 以下に冷却するも、褪色は認められない。30分以上を経過すると徐々に褪色を始めるので比色は30分以内に終了せしむるべきである。

尚モリブデン酸アンモニウムを加えてから H_2SO_4 を加えるまでの時間については、直ちに連続的に加えるべき(3), (5)であるといわれているが、20分間位までは別段その影響は認められない。但し更にあまり長くなると、モリブデン酸アンモニウムが酸性(pH 5.5位)であるから、珪酸がコロイド状 SiO_2 となるので反応しなくなるのは勿論である。

3. K_2CrO_4 標準溶液に対する検討

(10)

Swank and Mellon に従えば 5ppm SiO_2 に相当する K_2CrO_4 標準原液 (0.58g/L) の量は、5.0cc/100cc なるべきであるが、第二図に見る如く $20^{\circ}\sim 40^{\circ}$ に於ては、5.5cc/100cc に相当している。この点を更に確認するために 5~40ppm SiO_2 について上記標準溶液と比色し、第一表の如き結果を得た。

第一表

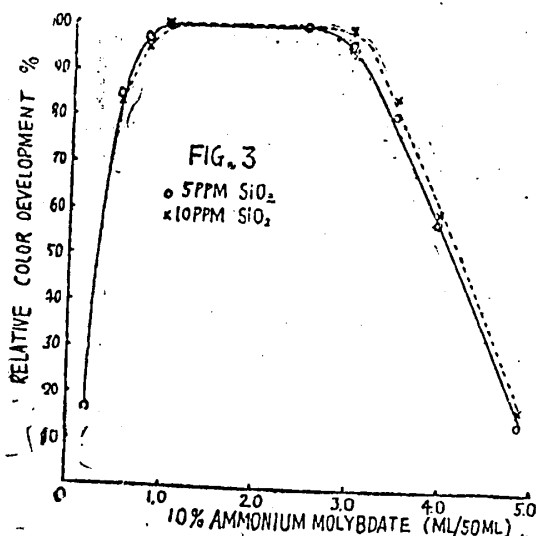
SiO_2 ppm	K_2CrO_4 cc/100cc	増加 %	比色方法
5.0	5.5	10.0	ネスレル比色管
10.0	11.0	10.0	"
20.0	22.0	10.0	"
30.0	33.3	11.0	デュボスク比色計
40.0	43.6	9.5	"
平均		10.2	

即ち平均 10.2% だけ Swank 等の述べているよりも着色度が大である。従つて標準原液は

$$0.58g \times \frac{110.2}{100} = 0.64g \text{ } K_2CrO_4/L$$

の 1cc が SiO_2 1 ppm に相当することになる。Swank 等は HCl 性に於ける標準原液として 0.63g K_2CrO_4/L を用い、HCl 性の方が H_2SO_4 性より着色度が大である

第三図



と述べているが、著者等の実験によればその差異は認められなかつた。以後の実験には、0.64g K_2CrO_4/L を標準原液として使用することとした。

4. モリブデン酸アンモニウムの濃度の影響

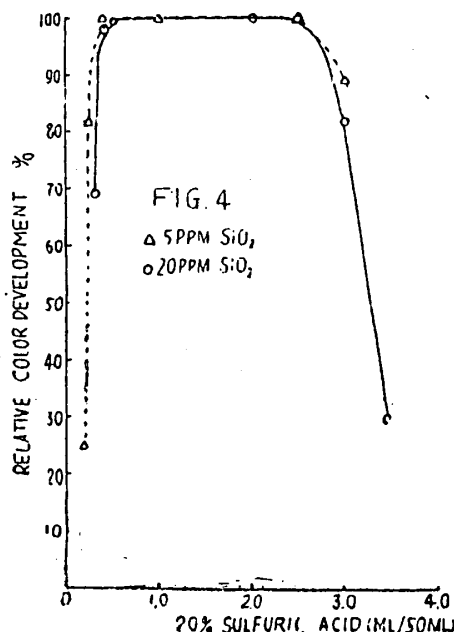
20% H_2SO_4 添加量 0.5cc, $25^{\circ}C$ に於て、全液量 52.5cc としてモリブデン酸アンモニウムの添加量を種々に変え 20% H_2SO_4 添加後 2 分間後に於て比較した結果を第三図に示す。

即ち 5~10ppm SiO_2 に於て、10% $(NH_4)_2MoO_4$ 1.0~2.5cc/50cc の濃度で 100% の発色を示す。尚 5 分間後ならば、0.5~3.0cc/50cc の範囲で発色度は 100% である。

5. 硫酸添加量の影響

次に全量は同じく 52.5cc, $25^{\circ}C$, 10% $(NH_4)_2MoO_4$ 2.0cc にて 20% H_2SO_4 の添加量を種々に変えてその影響を見た。 H_2SO_4 添加後 5 分で比色した結果を第四図に示す。

第四図



即ち上述の條件に於ては 20% H_2SO_4 0.4~2.5cc/50cc の廣範圍に於て 100% の発色を示す。且つ発色には 3 分間後で十分であり、又酸性度が増加しても褪色を早めるような影響は認められない。pH は 20% H_2SO_4 0.4cc/50cc (2) で約 1.6 である。Diénert and Wandenbulcke は pH 2.1 がよいと述べているが、更に酸性度の強い方がよいようである。

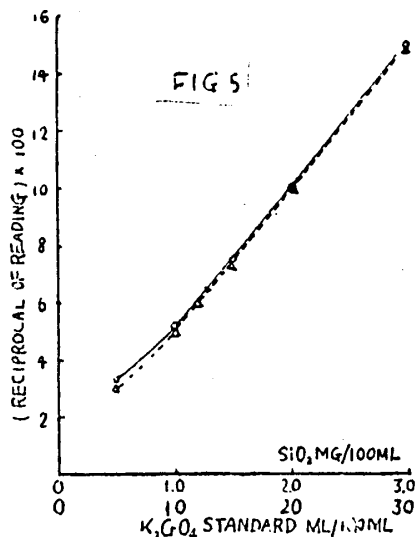
6. Beer の法則に対する適合性について

第五図の実線は、前述の條件に於て、 SiO_2 10ppm より発色せしめた溶液を標準としてデュボスク比色計の 20.0mm に固定し、種々の SiO_2 の濃度で発色せしめた

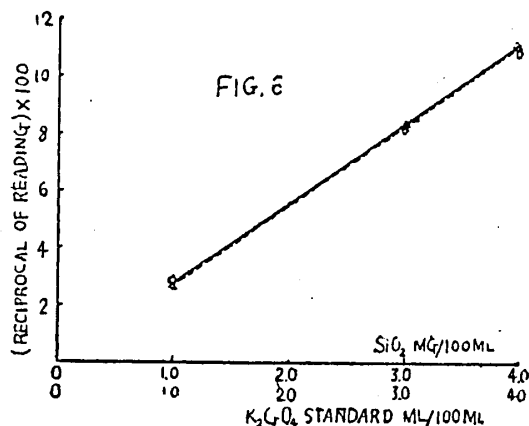


溶液と、Substitution Method によつて比色して得た結果である。点線は K_2CrO_4 (0.64g/L) 10cc/100cc を標準として画いたものである。第六図の実線は SiO_2 20ppm によつて発色せしめたものを標準とし、点線は K_2CrO_4 20cc/100cc を標準として同様の比色を行つて画いたものである。

第五図



第六図



夫々10~30ppm, 10~40ppm に於て Beer の法則に適合することは図より明らかであるが、それ以上の濃度に於ては誤差が大となる。又10ppm以下に於てはネスレル比色管による方が比色しやすく、5ppm に於てはデュボスク比色計を用いることは無理である。

7. 定量誤差に對する検討

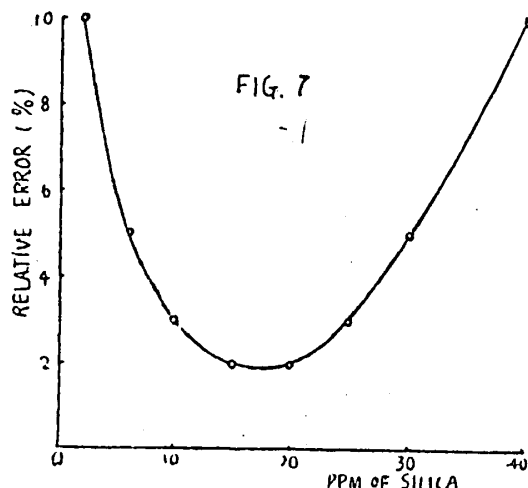
(1) ネスレル管を用いる場合

誤差と SiO_2 の量との関係を第七図に示す。即ち±10%の誤差を許容すれば、2~40ppm の範囲に於て定量可能である。就中15~20ppm に於て誤差は最小であり ±2%程度である。尚50ppm に於ては±15% 1ppm に於ては±20%の誤差を生ずる

(2) デュボスク比色計を用いる場合

K_2CrO_4 (0.64g/L) 標準液の (a) 10cc/100cc及び(b) 20cc/100ccの二種を比色計の20.0mmに固定して Substi-

第七図



tution Method によつて定量した結果の例を第二表に示す。

第二表

標準液	SiO_2 添加量	SiO_2 定量値	誤差
(b)	42.0ppm	41.5ppm	+ 3.8
(a)	30.0	29.3	- 2.3
(b)	30.0	30.5	+ 1.7
(a)	20.0	20.2	+ 1.0
(b)	20.0	19.5	- 2.5
(a)	15.0	15.0	± 0.0
(a)	10.0	9.8	- 2.0
(b)	10.0	9.7	- 3.0
(a)	5.0	5.4	+ 8.0
(b)	5.0	(比色不能)	

即ち10ppm以下、又40ppm以上に於ては誤差は大となる。その間に於ては大体 ±2~3%にて定量可能である。

8. 妨害物質について

(1) 中性塩の影響

一般に強電解質の多量の存在は著しく着色度を害する。例えば $NaCl$, KCl は約 0.6M, Na_2SO_4 , K_2SO_4 は 0.1M 以上の濃度の時は着色度が小となり、 $NaCl$ は 5g/50cc (=1.7M) に於て約75%、 Na_2SO_4 は 3g/50cc (=0.4M) で約70%しか発色しない。即ち塩化物より硫酸塩の方が妨害が著しい。この際 H_2SO_4 添加量を増加しても殆どその影響が認められない。従つて中性塩の存在は pH に対する影響のみではなく、錯塩生成反應に対して、何等か根本的な影響を與えるものと考えられる。故に、試薬不純分としての珪酸定量の如き場合には、アルカリや炭酸塩の中和には硫酸によらず塩酸による可きである。

(2) 陽イオンの影響

Ca^{++} , Mg^{++} , Al^{+++} , Zn^{++} は妨害しない。 Pb^{++} は $PbSO_4$ の濁りを生じない程度ならば差支えない。 Fe^{+++} は 1mg/50cc 以上は黄色に着色して妨害する。 NH_4^+ も少量ならば差支えないが、多量に存在すると著

しく着色度を害する。この場合も中性塩の時と同様に、硫酸塩が最も妨害が甚しい。

(3) 陰イオンの影響

PO_4^{3-} は 0.05mg/50cc 以上存在する時は、珪モリブデン錯塩と全く同一色に着色して妨害する。而も水質試験、試薬試験等の場合に磷酸と珪酸が共存する時が可成り多い。従つて PO_4^{3-} の存在する場合にも簡単に珪酸のみを定量することが出来れば便利である。その方法については次節に述べる。

AsO_4^{3-} は同じく強酸の存在下に、モリブデン酸アンモニウムと反応して黄色錯塩を生成することはよく知

られているが、本法の条件の下に於ては全く青色を見ない。

その他還元性物質の存在は、青色モリブデン化合物を生じて比色不能となることは勿論である。

9. 磷酸が共存する場合の定量法

試料 50cc + 10% $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$ 2cc + 25% H_2SO_4 0.5cc (25°C) → 5~10 分間後比色、なる条件に於て、 PO_4 50ppm, SiO_2 20ppm にり発色せしめた溶液を種々の有機溶剤と振盪し、黄色の移行状態を見た。その結果を第三表に示す。

第三表

溶 剤 (30cc)	PO_4 (50ppm)	SiO_2 (20ppm)	溶 剤 (30cc)	PO_4 (50ppm)	SiO_2 (20ppm)	溶 剤 (30cc)	PO_4 (50ppm)	SiO_2 (20ppm)
エーテル	—	—	ベンゾール	—	—	ベンジル	++	—
醋酸エチル	+	—	n-ブタノール	+	(+)	アルコール	—	—
n-醋酸ブチル	++	—	ブタノール + エーテル	+	(+)	クロロフォルム	—	—
イソ醋酸アミル	++	—	アミルアルコール	++	(+)	四塩化炭素	—	—
石油エーテル	—	—	アミルアルコール + エーテル	++	—			

++: 殆ど移行 +: 不完全なれど可成り移行 (+): 少量移行 —: 全然移行せず

即ち n-醋酸ブチル、イソ醋酸アミル、アミルアルコールとエーテルの混合物、ベンジアルコール等を用いて一應分離の目的を達し得ることが分るが、尙比色を行うには (1) 振盪後なるべく速かに二層に分れること (30分間以上を経過すると褪色する故)、及び (2) 水溶液層は完全に透明であること、の二条件を満足することが必要である。ところが以上の溶剤そのまゝではこれ等の条件を全く満足しない。筆者は n-醋酸ブチルを用いて、(1) の条件を満足せしむるために NaCl 1g を加えた。分離は可成り速に行われる様になる。又水層を速かに透明とするために、多少乳濁状態になつてゐる溶剤を追い出す目的で、水層を通気瓶にとつて Aeration を行つたところ、忽ち透明となることを見出した。この二つの操作を加えることによつて、分離の目的を達し且つ比色も満足に行はれるようになる。

n-醋酸ブチル 50cc にて一回、20cc にて二回振盪抽出すれば、少くとも PO_4 200ppm (=10mg/50cc) までは定量的にエステル層に移行する。且つ珪モリブデン錯塩は全然移行しない。

尙上記抽出操作を行つた水溶液に Na_2SO_3 の飽和溶液 5cc を加えて生成する青色の比色を行えば、 SiO_2 0.2ppm まで定量可能となり特に珪酸含有量の少い場合に用いて良好な結果を得る。但し Na_2SO_3 溶液添加後 10~20 分放置後に比色を行うのがよい。

10. 結 論

珪酸の一般的比色条件を定め、更に磷酸共存の際に醋酸ブチルを用いて珪モリブデン錯塩のみを抽出し、水溶液層に残量する黄色を K_2CrO_4 の礫砂溶液を耐久標準として比色した。ネスレル管を用いる場合の誤差は 2~40ppm にて $\pm 2 \sim 10\%$ 、デュボスク比色計を用いる場合は 10~40ppm にて $\pm 2 \sim 3\%$ である。最後に定量指針をまとめておく。

(1) 磷酸の共存しない場合

中性試料 50cc + 10% $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$ 2cc + 25% H_2SO_4 0.5cc → 5 分間後 K_2CrO_4 標準溶液と比色 (20~40°C)

(2) 磷酸の共存する場合

中性試料 50cc + NaCl 1g → 溶解 + 10% $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$ 2cc + 25% H_2SO_4 0.5cc → 5 分間後分液漏斗に移す → n-醋酸ブチル 50cc にて一回、20cc にて 2 回抽出し水溶液層を通気瓶にとり 2~3 分間 aeration を行い透明となす → 直ちに比色

(3) SiO_2 1 ppm 以下の場合

(1) の操作後 + Na_2SO_3 飽和溶液 5cc → 10~20 分間の青色を比色

尙 K_2CrO_4 標準溶液は 0.64g を水に溶かして 1L となし、その 1cc に 1% 礫砂溶液 50cc を加え、水を加えて 100cc としたものが SiO_2 1 ppm に相当する。(昭和 25 年 5 月、東北大学工学部化学工学科)

註

- (1) Jolles and Neurath; Z. angew. Chem., 11, 315 (1898)
- (2) Diénert and Wandenbulcke; Compt. rend., 176, 1478 (1923)
- (3) Knudson; Juday and Meloche; Ind. Eng. Chem. Anal. Ed., 12, 270 (1940)
- (4) Thompson and Houlton; ibid., 5, 417 (1933)
- (5) Schwartz; ibid., 6, 364 (1934)
- (6) Winkler; Z. angew. Chem., 27, 511 (1941)
- (7) Feigl; Z. anal. Chem., 61, 454 (1922) etc.
- (8) Schreiner; J. A. C. S., 25, 1056 (1903) etc.
- (9) 加藤、大泉; 分析と試薬、3 巻 2 号 5 頁 (1949)
- (10) Swank and Mellon; Ind. Eng. Chem. Anal. Ed., 6, 348 (1934)
- (11) 下里、浦幸; 化学の領域、3 巻 9 号 50 頁 (1949)



pH の 測 り 方

東京教育大学教授 理学博士

飯 島 俊 一 郎

pH を測る方法は電氣的方法と指示薬を使う方法との二つに大別されます。

(1) 電氣的方法 電氣的方法は、一般に pH のごく精密な値を知りたい時に應用されるのですが、ポテンシオメーターその他高價な特別の装置を必要とするばかりでなく、よほど熟練した人でないとうまく取扱うことができません。又近ごろは、電氣的方法を簡易化して、目盛盤上を動く指針で直接 pH を読み取れるように工夫し、それに必要な部品をまとめて一つのセットにしたものを水素イオン測定器、pH 測定器などの名で出しているものがありますが、これとてそう安いものではありません。その上取扱いに相当細かい注意を守らないとよい價が出ないので、これを使いこなすまでにはかなりの練習が必要なようです。

(2) 指示薬を使う方法 この方法は試料に pH 指示薬を作用させたときの発色を標準色と比べて、同じ色調の標準色に書きつけてある pH を試料の pH とするのですから、特別に経験というほどのものの必要はなく、普通の視覚を持つ人ならだれにでもできるという特色があり、その上経費も電氣的方法に比べるとはるかに少なくて済みます。この方法には pH 試験紙セット、pH 繊維セット、pH 指示薬セットなどを使うのが便利です。

(a) pH 試験紙セットを使う方法 このセットは、変色点の pH が 1~10 ぐらいの種々の pH 指示薬の溶液に浸して乾かした、約 7~8 種の濾紙片と、その濾紙片を、pH にして 0.2 間隔の違ひのある溶液に浸した時の色を印刷した標準色の表とからできています。試料に適宜の試験紙を浸し、その色を標準色に比べて pH を定めるのです。この方法は一番簡易ではありますが、それだけ色々の欠点があります。

すなわち (1) 標準色の表は印刷が相当よくできてはいますが、なおほんとうの色が出ていないものがあるのは技術上止むを得ないことでしょう。(2) また印刷した当時は正しい色調を表わしていても、使っているうちに光その他の原因で変色するのもまた止むを得ないでしょう。(3) なお又試料に浸した試験紙はぬれていますが、ぬれている色と乾いている標準色とを比べる場合には幾分の誤差をまぬがれないでしょう。(4) のみならず、手早くしないと空気中の炭酸ガスの影響で試験紙に現われた色調が変わる場合がないとは言いきれません。

(b) pH 繊維セットを使う方法 pH 試験紙の濾紙の代りに硬質の糸を使い、この糸と、前項と同じ標準色の表とからなるセットです。このセットは試料がごく少い場合や、生体の組織の内部の pH を測るには大へん便利です。これも標準色としては試験紙の場合と同じものを使うのですから、その場合と同じような欠点のあるのは免れ得ません。

(c) pH 指示薬セットを使う方法 このセットは約 10 種の pH 指示薬の液溶と、それを、pH にして 0.2 の間隔の違ひのある多数の緩衝溶液に加えて発色させたものを封入したアンプルの標準色とからできています。試料に適宜の指示薬を加えた時の色を、アンプルの標準液の色と比べて pH を定めるのです。

この場合は標準色が実物ですから、印刷技術上の不備の影響がなく、印刷と違って光その他の原因による変色もごくわずかですから、長い間標準色が変わるという心配がありません。もつともアンプルのガラスが溶けますとそれは大へんですから、このガラスだけは特別に吟味したのものを使つてある必要があります。またアンプルの標準色と同量の試料をほぼ同形の器にとつて比色しますから、比色が容易で、従つて誤差も少ないわけであり、かつ試験紙の場合に比べると空気中の炭酸ガスの影響もほとんどが無視できるという特質があります。なおちよつとした工夫で、着色した試料でも、その色があまり濃くなければ、これで pH が測れるのも (a)、(b) の方法にない特色の一つにあげられるでしょう。

ただこの方法で不便なのは、pH=0~12 の間に 0.2 間隔の標準色を作るとすると、約 80 本となつて相当大げさなものになることです。しかし実際に測る必要のある pH は、場合場合によつて、ある狭い範囲に限られるわけですから、実際にはそれほどたくさんの標準色なくてもすむわけです。また万能指示薬といつて、数種の指示薬を混ぜ合せたものを使うと、十数本の標準色だけで pH=2~10 の範囲をかなり正確に測ることもでき、これの取扱ひを便利にするために、pH 指示器などと名を付けた小形セットが賣り出されています。

外國には標準色を着色ガラスで製したセットがあつて時折その廣告を見受けますが、これはただ軽便であるというだけで、とうてい廣範圍の pH を満足に測れるというものではないようです。

鹿 印  異 聞

(3)

最近各官庁や会社の入札に鹿印の指定が増してきた。が全然鹿印の要求のない所がある。

「國産試薬の王者だと自他共にゆるしている Cica 印を一品も使用しないと、一品の引合も出さないのはおそらく購買係が要求を出している技術者がカゲの儲けをしているのではないか」とは宣傳部長の話であるが御尤もだと思ふ。

現在全國津々浦々に Cica 印試薬はのびているからである。

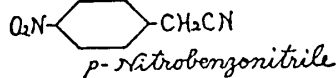
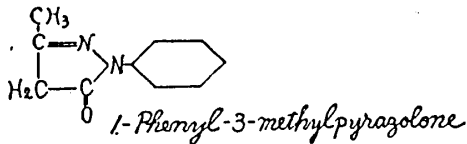


天然色寫眞は超微の合成化學である (2)

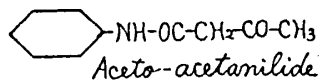
天然色寫眞株式会社社長

長 口 宮 吉

赤系



黄系



前記の如くこれらの発色剤は拡散性のため重曹乳剤に抱有せしめても実用にならない。従つてこれら発色剤は Kodachrome, Fujicolor の如きものの発色現像に混合して使用されるのみである。

かく発色剤混入現像液によつて各層に青、黄、紅と三回発色させるような型式のフィルムを外型式天然色フィルムといい、乳剤中に不拡散性発色剤を抱有せしめ、只一回で三色を発色せしめる型式のものを内型式天然色フィルムという。Kodachrome, Fujicolor は外型式であり、Ektachrome, Ansco-color, Agfacolor の如きフィルム、Printon, Kodacolor Paper, Ansco-color Paper の如き印画紙も内型式である。これ等内型式には処理薬品 Ektachrome Kit, Ansco-color Outfit が販賣されてアメリカでは自由に天然色寫眞が楽しめるようになっている。

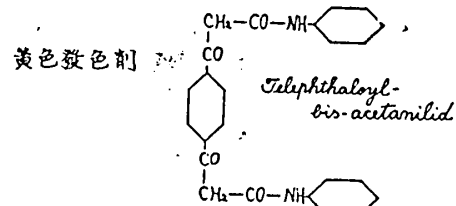
前述したように天然色重層フィルムの色成分はアルキルパラミン系の酸化物和発色剤とがカップルして出来た色素である。そして天然色フィルムは今や内型式の時代になろうとしている。内型式フィルムの発色剤は前記したように不拡散性 Nondiffusion か、耐拡散性 Diffusionsechtigkeit でなければならない。しかし発色剤の基本は Fischer 考案の次の三種で、これを不拡散性にするには特殊な有機的ラジカルを結合するのである。

基本的発色剤 黄色発光剤 …アセト酢酸誘導体
 紅色発色剤 …フェニルメチルピラゾ
 ロン誘導体

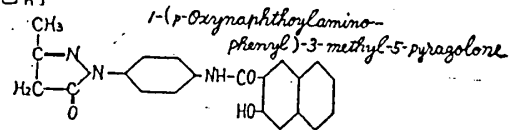
青綠色発色剤…α-ナフトル誘導体

IG は木綿染色に用いられる 色素に直接性を與える基を導入すれば不拡散性になると言う見地からデフェニル、スチルベン、アゾキシベンゾル、オキシナフトイルアミド、デアリル尿素、ベンツチアゾル及び或種の 3, 5 の位置に置換基を有するアミノフェノール等を特許範圍に入れている。そしてこれ等の中、実用性あるものとして次のものを代表的に発表している。

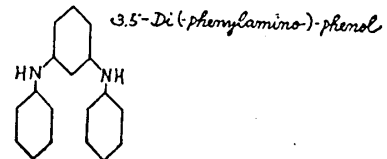
黄色発色剤



紅色発色剤



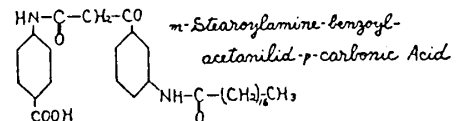
青緑発色剤



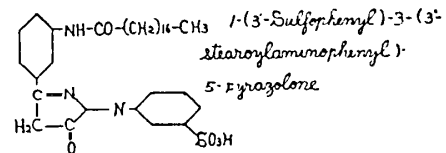
また置換体として高分子量の重合生成物を導入することの特許もとつている。重合生成物としては Polyglucuronsäure, Polyvinylcarbonsäure, Polyacrylsäure, Maleinsäure, Fumarsäure よりのものがあげられている。

最も実用性のものは脂肪酸残基導入のものである。IG はこれに対しては5つ以上の炭素原子を有する脂肪酸残基を導入することの特許を獲得している。しかし実用されているものはステアリン酸残基導入のものである。例えば

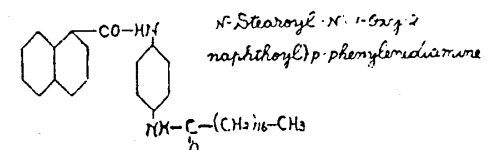
黄色発色剤



紅色発色剤

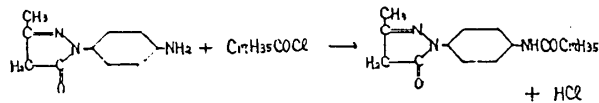
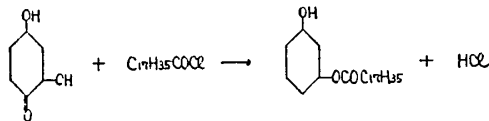
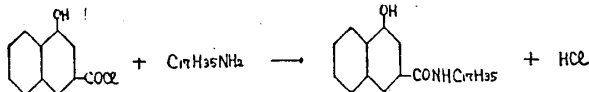


青緑発色剤



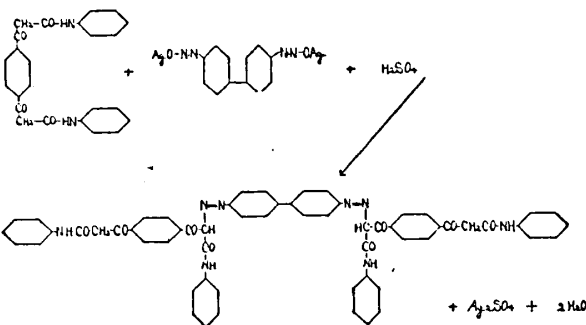
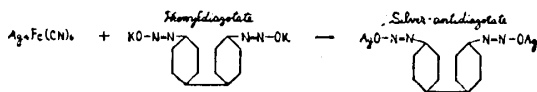
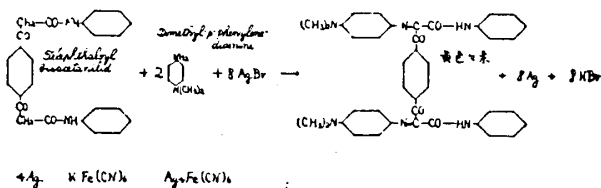
IG のこの長鎖(炭素原子17個)基導入方法は所要発色剤をピリジンに溶解し脂肪族の酸塩化物か、アミド化合物と共に湯浴上にて適当時間加温し、この反応生成物を水中に注入して分離せしむ。この際アミド化合物は酸アミド様結合をし、酸塩化物はアミル化する。例えば次の如し。





かくして作られた不拡散性色剤は苛性ソーダに溶解し、メタノールにて稀釋して乳剤中に混入するのである。

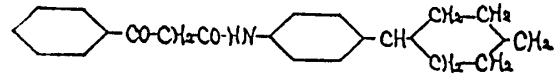
発色剤の性質上発色彩の不十分の場合が起る。かような場合色彩増補の一方法として次の如き複雑な反応を用いる特許を IG は得ている。先づ発色現象を行い、還元されない臭化銀を除去した後、銀画像を赤血塩を以て漂白してフェロシアン化銀に変ぜしめ、これをデフェニルアンチジアゾタートに以て銀アンチジアゾタートに変ぜしめ、次で弱酸処理を施せば尙反應していない発色剤と結合してアゾ染料が生じて色彩増補が行はれるのである。



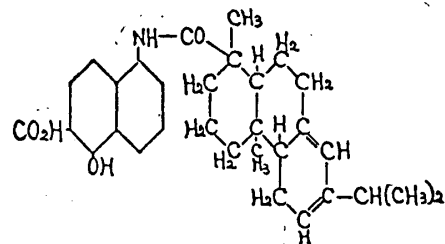
これは再び赤血塩で漂白して銀を黄血銀となしデメチルアニリンで現像すれば更に黄色画像を発色し黄色が増補されるものである。

炭水化物残基と結合せしめたものはゼラチン乳剤との混和が容易のために推奨されている。デキストリン、澱粉、カゼイン、セルローズ、ポリアミロースや、樹脂、樹脂誘導体、シクロヘキサンの如き炭化水素芳香族炭化水素でもメンタン、カンファンアカロイドたるモルフィン等に迄 IG の特許範囲は拡げられている。

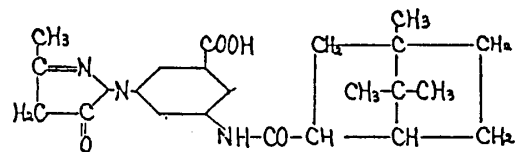
- ① 黄色発色剤： アセトアニリド誘導体にシクロヘキサン誘導体を導入したもの



- ② 紅色発色剤： フェニルメチルピラゾロンにカンファエン誘導体の導入したもの



- ③ 青緑色発色剤： α -ナフトルにフェナントレン誘導体の導入したもの



尙発色基本体の二種を作り出すジケテンの利用は IG の大きな特許となつてゐる。その主なるものを挙げれば次の如し。

ジケテンと次の化合物との反応生成物

アニリンの同接体及び誘導体

芳香族スルホカルボン酸、芳香族アミノスルホン酸

アミノフェノール及同族体、カルボン酸、スルホン酸

等の價又は多價の脂肪族アミン

残基含有脂肪族アミン

ヒドロキシル基含有脂肪族アミン

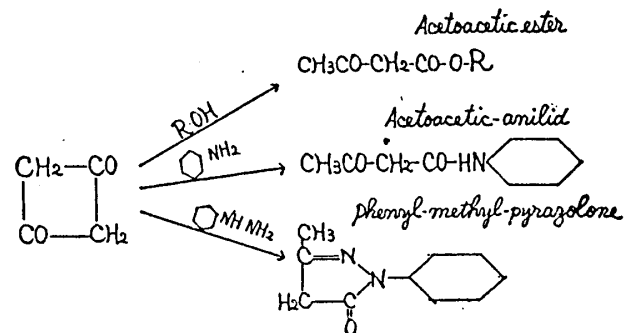
ヒドロ芳香族、芳香性アミン

複素環式アミン、尿酸誘導体、アミノグアニジン、

硫黄含有アミン

アゾ化合物及びその部分的還元より得られる化合物

これ等はジケテンの各種合成的性質の中次の式の如くアルコール、アニリン、フェニルヒドラジン、が発色基本体を作り出すためである。



日本工業規格

エチルアルコール (95容量%) (試薬)

JIS K
8102

$C_2H_5OH = 46.07$

(1951)

- この規格は、試薬に用いるエチルアルコール (95容量%) およびその試験方法について規定する。
- 性質 本品はつぎの性質をもつものとする。
 - 性状 本品は、無色透明、揮発性の液体で、特有の香気を持ち、水・エチルエーテル・クロロホルムおよびベンゼンと任意の比で混和する。本品の沸点は約78°である。
注 気密容器に入れ火気を避けて貯える。
 - 定性反応 本品に水酸化ナトリウム溶液とヨウ化カリウム溶液を加えて加熱すると、ヨードホルムを生ずる。
- 純度 本品は、つぎの規格に合格するものとする。

	特 級	一 級	メチルアルコール不含
比 重	0.816 以下	0.816 以下	0.816 以下
水 溶 性	限 度 内	限 度 内	—
不 揮 発 物	0.001% 以下	0.003% 以下	—
遊 離 酸 (CH_3CO_2H)	0.003% 以下	0.003% 以下	—
遊 離 アルカリ (NH_3)	0.0001% 以下	—	—
アルデヒドおよびその他の還元性物質	限 度 内	限 度 内	—
重 金 属 (Pb)	0.0001% 以下	0.0002% 以下	—
ケトン-iso-プロピルアルコール およびブチルアルコール (第三)	0.002% 以下	0.02% 以下	—
フ ェ ノール 油	限 度 内	限 度 内	—
メチルアルコール及びアルデヒド	限 度 内	限 度 内	限 度 内
ベ ン ゼ ン	限 度 内	限 度 内	—
トリクロルエチレン	限 度 内	限 度 内	—
タ ン ニ ン 質	限 度 内	—	—
硫 酸 溶 色 物 質	限 度 内	限 度 内	—
含 量 (比重による)	94.9 容量%以上	94.9 容量%以上	94.9 容量%以上

- 本品の試験方法は、つぎの規定によるものとする。

(1) 特 級

- 比重 0.916以下
JIS K8004 試薬一般試験方法 6 比重の測定による。
- 水溶状
本品 15cc + 水 45cc → 5~10° に30分間冷却……
澄明。
- 不揮発物 0.001%以下
本品 100g (約123cc) → 湯浴上蒸発乾固 → 105° で
乾燥……残分 1mg 以下。(残分保存)
- 遊離酸 (CH_3CO_2H) 0.003%以下
本品 20g (約25cc) を共口フラスコにとり + 炭
酸を含まない水 25cc + フェノールフタレイ
ン溶液 (1%) 3滴 + N/50 水酸化ナトリウム溶液
0.5cc……紅色。
N/50 水酸化ナトリウム溶液 1cc
= 0.0012g CH_3CO_2H

- 遊離アルカリ (NH_3) 0.0001%以下
本品 50g (約62cc) + 水 60cc + メチル・レッド
溶液 2 滴 + N/50 硫酸 0.15cc……赤色
N/50 硫酸 1cc = 0.00034g NH_3
- アルデヒドおよびその他の還元性物質
本品 20cc → 15° に保つ + N/10 過マンガン酸カ
リウム溶液 0.1cc → 混和 → 15° に保つ……5分間
紅色を保つ。
- 重金属 (Pb) 0.0001%以下
C項の残分 (= 100g) + 塩酸 1cc → 湯浴上ほと
んど蒸発・残分 + 酢酸ナトリウム溶液 (20%)
2cc + 水 (→ 40cc) → その 20cc (= 50g) + 酢酸
(1+2) 0.3cc + 硫化水素水 10cc → 10分間放置
……比色……硫酸 0.5cc → 湯浴上ほとんど蒸発・
残分 + 酢酸ナトリウム溶液 (20%) 1cc + 鉛限
度基準溶液 (1cc = 0.01mg Pb) 5cc + 水 (→ 20
cc) + 酢酸 (1+2) 0.3cc + 硫化水素水 10cc →
10分間後に呈するかつ色以下。

- k. ケトン *iso*-プロピルアルコールおよびブチルアルコール (第三) 0.002%以下
本品 1g (約 1.2cc) + 水 (→10cc) + サリチルアルデヒド溶液 4 滴 + 水酸化カリウム 5g → 湯浴中 60~70° に加温 → 15 分間放置……比色……アセトン 限量基準溶液 (1cc = 0.01mg $\text{CH}_3\text{CO}\cdot\text{CH}_3$) 2cc + 水 (→10cc) + サリチルアルデヒド溶液 4 滴 + 水酸化カリウム 5g → 湯浴中 60~70° に加温 → 15 分間後に呈する黄赤色以下。
- i. フーゼル油
本品 10cc + 水 5cc + グリセリン 1cc → 加温ガラス板にのせたコシ紙 (約 5cm²) 上に滴下 → 自然揮散……最後のアルコールが揮散する時、異臭を認めない。
- j. メチルアルコールおよびアルデヒド
本品 1cc + 水 (→20cc) → その 5cc + 過マンガン酸カリウム溶液 [リン酸 15cc + 水 (→100cc) + 過マンガン酸カリウム 3g] 2cc → 15 分間放置 + シュウ酸溶液 (水 10cc + 硫酸 10cc → 冷却 + シュウ酸 1g) 2cc によつて脱色 + フクシン亜硫酸溶液 5cc → 25° に 30 分間放置……比色……メチルアルコール溶液 (0.1%) 1cc + エチルアルコール (95 容量%)・(メチルアルコール不含) 1cc + 水 (→20cc) → その 5cc をとり、以下同一操作によつて呈する青紫色以下。
- k. ベンゼン
本品 35cc + 水 100cc → 徐々に蒸留 → 初留 1cc を留取 + 水 2.5cc ……にごつてはならない。
- l. トリクロルエチレン
本品 2cc + ピリジン 2cc + 水酸化ナトリウム溶液 (50%) 2cc → 75° の湯浴中に 3 分間加温 → 1 分間振る → 10 分間静置……比色……トリクロルエチレン標準溶液 (備考) 2cc → 以下同一操作によつて呈する赤色以下。
備考: トリクロルエチレン標準溶液の作り方
トリクロルエチレン 1cc + エチルアルコール (95 容量%) (→100cc) → その 0.1cc + エチルアルコール (95 容量%) (→100cc)
ただし之に用いるエチルアルコールはトリクロルエチレンを含まないものを用いる。
- m. タンニン質
本品 5cc + アンモニア水 (2+3) 0.5cc……着色しない。
- n. 硫酸着色物質
硫酸 10cc → 10° に保つ + 本品 10cc を積層 → 10° に保つ……1 時間以内に接触面は着色しない。
- o. 含量 94.9 容量%以上
a 項の試験により 0.816 以下。
- (2) 一 級
- a. 比重 0.816 以下
特級に同じ。
- b. 水溶状
特級に同じ。
- c. 不揮発物 0.003% 以下

- 特級に準ずる。ただし、本品 50g (約 62c.c.) をとり、残分 1.5mg 以下。
- d. 遊離酸 ($\text{CH}_3\text{CO}_2\text{H}$) 0.003% 以下
特級に同じ。
- e. アルデヒドおよびその他の還元性物質
特級に同じ。
- f. 重金属 (Pb) 0.0002% 以下
特級に準ずる。ただし、c 項の残分 (=50g) をとる。
- g. ケトン *iso*-プロピルアルコールおよびブチルアルコール (第三) 0.02% 以下
特級に準ず。ただし、本品 1g (約 1.2cc) + 水 (→100cc) → その 10cc (=0.1g) を用いる。
- h. フーゼル油
特級に同じ。
- i. メチルアルコールおよびアルデヒド
特級に準ずる。ただし、メチルアルコール溶液 (0.1%) 2cc を用いる。
- j. ベンゼン
特級に同じ。
- k. トリクロルエチレン
特級に同じ。
- l. 硫酸着色物質
特級に同じ。
- m. 含量 94.9 容量%以上
特級に同じ。
- (3) メチルアルコール不含
- a. 比重 0.816 以下
特級に同じ。
- b. メチルアルコールおよびアルデヒド
本品 1cc + 水 (→20cc) → その 5cc + 過マンガン酸カリウム溶液 [リン酸 15cc + 水 (→100cc) + 過マンガン酸カリウム 3g] 2cc → 15 分間放置 + シュウ酸溶液 (水 10cc + 硫酸 10cc → 冷却 + シュウ酸 1g) 2cc によつて脱色 + フクシン亜硫酸溶液 5cc → 25° に 30 分間放置……呈色しない。
- c. 含量 94.9 容量%以上
特級に同じ。

△ △ △

試 薬

J I S

規 格 書 vol. 1

Y 350 T 84



日本工業規格

エチルアルコール (99.5容量) (試薬) JISK
8101
(1951)

$C_2H_5OH=46.07$

- この規格は試薬に用いるエチルアルコール (99.5 容量%) およびその試験方法について規定する。
- 性質 本品はつぎの性質をもつものとする。
 - 性状 本品は無色透明、揮発性の液体で特有の香気をもち水、エチルエーテル、クロロホルムおよびベンゼンと任意の比で混和する。本品の沸点は約78°である。
注：気密容器に入れ火気を避けて貯える。
 - 定性反応 本品に水酸化ナトリウム溶液とヨウ化カリウム溶液を加えて加熱するとヨードホルムを生ずる。
- 純度 本品はつぎの規定に合格するものとする。

	特 級	一 級
比 重	0.797 以 下	0.797 以 下
水 溶 状	限 度 内	限 度 内
不 揮 発 物	0.001% 以 下	0.003% 以 下
遊 離 酸 (CH_3CO_2H)	0.003% 以 下	0.003% 以 下
遊 離 ア ル カ リ (NH_3)	0.0001% 以 下	—
アルデヒドおよびその他の還元性物質	限 度 内	限 度 内
重 金 属 (Pb)	0.0001% 以 下	0.0002% 以 下
ケント、iso-プロピルアルコール およびブチルアルコール(第三)	0.002% 以 下	0.02% 以 下
フ ェ ー ゼ ル 油	限 度 内	限 度 内
メチルアルコールおよびアルデヒド	限 度 内	限 度 内
ベ ン ゼ ン	限 度 内	限 度 内
ト リ ク ロ ル エ チ レ ン	限 度 内	限 度 内
タ ン ニ ン 質	限 度 内	—
硫 酸 溶 色 物 質	限 度 内	限 度 内
含 量 (比 重 に よ る)	99.46容量% 以 上	99.46容量% 以 上

- 本品の試験方法はつぎの規定によるものとする。

(1) 特 級

- 比重 0.797以下
JIS K8004 試薬一般試験方法 6 比重の測定による。
- 水溶状
本品15cc + 45cc → 5 ~ 10° に 30 に分間冷却
……澄明。
- 不揮発物 0.001%以下
本品100g (約125cc) → 湯浴上蒸発乾固 → 105°
で乾燥……残分 1mg以下。(残分保存)
- 遊離酸 (CH_3CO_2H) 0.003%以下
本品 20g (約25cc) を共口フラスコにとる + 炭
酸を含まない水 25cc + フェノールフタレイン
溶液 (10%) 3 滴 + N/50水酸化ナトリウム溶液
0.5cc……紅色
N/50水酸化ナトリウム溶液1cc = 0.0012g
 CH_3CO_2H

- 遊離アルカリ (NH_3) 0.0001%以下
本品50g (約63cc) + 水60cc + メチル・レッド
溶液 2 滴 + N/50 → 硫酸0.15cc……赤色。
N/50硫酸 1cc = 0.00034g NH_3
- アルデヒドおよびその他の還元性物質
本品 20cc → 15° に保つ + N/10 過マンガン酸カ
リウム溶液0.1cc → 混和 → 15° に保つ……5分
間紅色を保つ。
- 重金属 (Pb) 0.0001%以下
c 項の残分 (= 100g) + 塩酸 1cc → 湯浴上ほと
んど蒸発・残分 + 酢酸ナトリウム溶液 (20%)
2cc + 水 (→ 40cc) → その20cc (= 50g) + 酢酸
(1+2) 0.3cc + 硫化水素水10cc → 10分間放置
……比色……塩酸0.5cc → 湯浴上ほとんど蒸発・
残分 + 酢酸ナトリウム溶液 (20%) 1cc + 鉛限
度基準溶液 (1cc = 0.01mg Pb) 5cc + 水 (→ 20
cc) + 酢酸 (1+2) 0.3cc + 硫化水素水10cc →
10分間後に呈するかつ色以下。



h. ケント、*iso*-プロピルアルコールおよびブチルアルコール（第三）0.002%以下
本品1g（約1.2cc）+水（→10cc）+サリチルアルデヒド溶液4滴+水酸化カリウム5g→湯浴中60~70°に加温→15分間放置……比色……アセトン限度基準溶液（1cc=0.01mg $\text{CH}_3\cdot\text{CO}\cdot\text{CH}_3$ ）2cc+水（→10cc）+サリチルアルデヒド溶液4滴+水酸化カリウム5g→湯浴中60~70°に加温→15分間後に呈する黄赤色以下。

i. フーゼル油

本品10cc+水5cc+グリセリン1cc→加温ガラス板にのせたコシ紙（約5cm²）上に滴下→自然揮散……最後のアルコールが揮散するとき異臭を認めない。

j. メチルアルコールおよびアルデヒド

本品1cc+水（→20cc）→その5cc+過マンガン酸カリウム溶液〔リン酸15cc+水（→100cc）+過マンガン酸カリウム3g〕2cc→15分間放置+シュウ酸溶液（水10cc+硫酸10cc→冷却+シュウ酸1g）2ccによつて脱色+フクシン亜硫酸溶液5cc→25°に30分間放置……比色……メチルアルコール溶液（0.1%）1cc+エチルアルコール（95容量%）（メチルアルコール不含）1cc+水（→20cc）→その5ccをとり以下同一操作によつて呈する青紫色以下。

k. ベンゼン

本品35cc+水1000cc→徐々に蒸溜→初溜1ccを溜取+水2.5cc……濁つてはならない。

l. トリクロルエチレン

本品2cc+ピリジン2cc+水酸化ナトリウム溶液（50%）2cc→75°の湯浴中に3分間加温→1分間振る→10分間静置……比色……トリクロルエチレン標準溶液（備考）2cc→以下同一操作によつて呈する赤色以下。

備考 トリクロルエチレン標準溶液の作り方
トリクロルエチレン1cc+エチルアルコール（95容量%）（→100cc）→その0.1cc+エチルアルコール（95容量%）（→100cc）ただし之に用いるエチルアルコールはトリクロルエチレンを含まないものを用いる。

m. タンニン質

本品5cc+アンモニア水（2+3）0.5cc……着色しない。

n. 硫酸着色物質

硫酸10cc→10°に保つ+本品10ccを積層→10°に保つ……1時間以内に接界面は着色しない。

o. 含量 99.46容量%以上

a 項の試験により0.797以下

(2) 一 級

a. 比重 0.797以下

特級に同じ。

b. 水 溶 状

特級に同じ。

c. 不揮発物 0.003%以下

特級に準ずる。ただし本品50g（約63cc）をとり残分1.5mg以下。

d. 遊離酸（ $\text{CH}_3\text{CO}_2\text{H}$ ）0.003%以下

特級に同じ。

e. アルデヒドおよびその他の還元性物質

特級に同じ。

f. 重金属（Pb）0.002%以下

特級に準ずる。ただし c 項の残分（=50g）を用いる。

g. ケトン、*iso*-プロピルアルコールおよびブチルアルコール（第三）0.02%以下

特級に準ずる。ただし、本品1g（約1.2cc）+水（→100cc）→その10cc（=0.1g）を用いる。

h. フーゼル油

特級に同じ。

i. メチルアルコールおよびアルデヒド

特級に準ずる。ただし、メチルアルコール溶液（0.1%）2ccを用いる。

j. ベンゼン

特級に同じ。

k. トリクロルエチレン

特級に同じ。

l. 硫酸着色物質

特級に同じ。

m. 含量 99.46容量%以上

特級に同じ。

鹿 印  異 聞

(4)

鹿印試薬の値段が高いと云はれるが何れの試薬と比較して高いのであろうかといつも云はれる。品質を比較しての話ではなく、単に入札価格によるものだと思う。社長に云つたら

「官封以外で特級、一級と表示してあつても各社によつて品質が違ふ。工業薬品をそのまま小分した一級と精製した一級とを混同されたのではとても競争は出来ない」と……………

「我々は品質本位で出来るだけ安く供給しよう。そして全部の需要を鹿印で充すのではなく本当に鹿印を理解して下さる方にサービスすることに努力すべきだ」

近日發賣！

固形 “硫化水素”



試薬業の解剖

(五)

(2) 現存試薬業の分類(合理化委員会の報告書による)

(a) 試薬製造業分類の基礎

1. 専業……試薬を生産総額の60%以上製造しているもの
2. 兼業……試薬の製造を兼ねて居り、而も当該工場の経営面に経済的な根拠を有するもの
3. 副業……試薬の製造を兼ねて居るも当該工場の経営面に経済的根拠を有しないもの
4. 其他……前項によらざるもの

(b) 試薬製造業の分類(工場生産能力判定基準)

区分 地域	専業					兼業					副業				其の他					合計	
	イ	ロ	ハ	ニ	小計	イ	ロ	ハ	ニ	小計	イ	ロ	ハ	ニ	小計	イ	ロ	ハ	ニ		小計
東京	3	2	2	2	9	3	1	6	2	12	0	1	7	2	10	0	0	3	3	6	37
大阪	3	0	1	3	7	0	0	4	3	7	0	1	6	2	9	0	0	0	0	0	23
備考	(イ) 多品種工場にして大量生産しあるもの (ロ) 多品種工場なるも大量生産不可能なるもの (ハ) 比較的単品種業者にして大量生産し得るもの (ニ) 比較的単品種業者にして大量製造不可能なもの																				

- 備考 (イ) 多品種工場にして大量生産しあるもの
(ロ) 多品種工場なるも大量生産不可能なるもの
(ハ) 比較的単品種業者にして大量生産し得るもの
(ニ) 比較的単品種業者にして大量製造不可能なもの

(c) 試薬販賣業(問屋業)の分類の基礎

1. A 製造問屋(資本力の比較的大きなもの) 自営の製造工場を持ち販賣品の大部分又は一部の製造を実施し乍ら問屋業を営むもの(在庫豊富)
2. B 問屋 各製造業者より製品を買取り自己の試験室で夫々試験の上品位を決定し自己名義の商標を貼付し卸賣又は小賣をするもの(比較的在庫豊富)
3. C 小問屋 資本力が比較的小さく余り在庫品を持つことなく適宜製造業者若しくは他の同業者より製品を買取り自己名義の商標を貼付して卸賣又は小賣するもの(試験室の設備なし)
4. D 準問屋 自からは問屋と称するも比較的小規模にして従業員も少く、取扱商品の大部分は取次販賣をなすも、少数の品種には自己名義の商標を貼付し販賣するもの
5. E 副業問屋 主たる業務が他の卸賣業者に就いて副業的に試薬部門を設け問屋業を営むもの

(d) 試薬販賣業者(問屋業)の分類

区分 地域	製造問屋		問屋		小問屋		其他	合計
	A	A	B	B	C	D		
東京	5	3	2	1	8	10	1	30
大阪	3	4	3	0	1	1	0	9
他地方	0	0	3	0	0	0	0	3

- 備考 A……とはA級問屋に準ずるもの
B……とはB級問屋に準ずるもの

以上の試薬業の分類は普遍的な而も凡ての業者の信用を害さぬ程度の分類をしたのであつて、單に製造や問屋業の分布状況を示し得たにとゞまる。

然し此の分類の内容を詳細に調べると東京大阪の業者の状況がよく分ると共に、歴史的な試薬の技術過程もいつわることの出来ぬ事実となつて察知することが出来る。

(3) 試薬製造(業)の分布状況

試薬製造の沿革は医薬品と異り、明治の末期より大正

にかけ、殆んど東京が中心となつて発達したのである。田辺、入江、千代田等の工場が無機試薬の製造を開始してから約四十有余年の歴史を持つていのであるがその大部分が、技術的に東京に発達した。殊に同一系統の技術が現在のメーカーの性格にもよく現れて居り、各々の特徴がすぐ様推察出来るのも愉快なことである。

そこで、これ等の特色を東西両地区に区分して解説してみよう。

東京地区

大阪地区

〔1〕 製造業

1. 多品種メーカーは専業兼業共優勢(技術的に廣く深い)
2. 単品種業者で有名な工場がある
3. 小規模でも多品種業者がある(技術的に実力がある)

…均衡上存在するも実力がない(技術的に狭く浅い)
…単品種業者で有力な工場がない
…小規模でも多品種業者が殆んどない。(技術の分布がない)

〔2〕 問屋業

1. 製造問屋と称することの出来るものが相当ある
2. 自家製品を強力に推進しようとする努力している
3. 新製品をドンドン試作している。つまり凡て積極的である。

…殆んど見るべきものがない。
…外國品に依存しようとする傾向が強い。
…独自の技術を積極的に生まうとしない。

現実的に判断して試薬の製造は斷然東京側がその優位を占めている。又問屋業の機構内容等についても、侃々すること主眼とすれば苟ろ大阪側に軍配は上るであろうがいち早く問屋が製造を開始し而も強力的な製造販賣しているのは何と云つても関東地区が強力である。従つて昔から我々試薬業者の合言葉の如く流布されている言葉に「品質は関東 値段は関西に限る」と云はれるのも決して、不自然なものではないと思う。当社には試験部があると云つても果して二・三人の技術者で何品種の試験が出来るか、又不適になつた不良品をどうして損をせずに消化してゆくであろうか。こゝに大正昭和を通じて、試薬は東京品に限るとの定評を受けた由因がある。

然し関西は局方品を中心にして可成りよいもの安いものもあることは見逃せない。つまり酒石酸、クエン酸等の如きは到底関東側では太刀打出来ぬ状態である。



日本分析化学會について

本年頭初より全国各地の大學其他の分析御擔任の諸先生方が日本でも米國の Analytical Chemistry の様な獨立した機關紙を發行できる學會を創設したいとの御考が期せずして起り有志の先生方の4月上旬の會合を契機として諸般の準備を開始され最近その内容が發表されましたので以下發起人に内定された諸先生の御芳名(民間會社名省略)と共に内容を御披露申し上げます。

日本分析化学會(假稱)の創設について

分析化学はこれまで各部門において、それぞれ研究されておりましたが、各部門にわたつて密接な関連をもつております事はいまさら申すまでもない所であります。

炭素・水素・酸素・窒素・硫黄の分析を考えてみましても、有機化合物の元素分析として、純正化学・工業化学・薬学・農藝化学等の各部門において、それぞれ目的の異なるに従つて深く研究され、金属部門におきましても鉄鋼中のこれら諸元素の定量が特に深く研究されております。これらは一見別のように考えられ勝ちですが、分析方法の立場から考えますと密接な関係を有するものでありますから、互に連絡をとり研究を進捗させるならば短期間に多大な成果が得られる事と思ひます。さらに最近に至つて、スペクトロフオトメーター・赤外線分光器・マススペクトロメーター・ポーログラフ等によるいわゆる機器的分析法(Instrumental Analysis)が著しく発達し、新しい有機試薬の多数が探求せられ、廣範なる應用面を開拓しつつありまして、今日ではある一つの分析方法の進歩はただちに各分野に重大な影響を與え、その研究は専門分野を越えた共通の問題となるのであります。

したがつて各部門において、分析に従事している者の横の連絡をとる事がますます必要となつたことが痛感されます。米・英・独諸外國において古い傳統をもつ分析専門雑誌の發刊されておりますことを考えましても、わが國において今日までかゝる横のつながりの無い可成り不思議な程であります。もちろん分析化学には各部門に共通したものと共にそれぞれの部門に特定した研究もありますが、そのいづれにつきましても國の内外における進捗の狀況が容易に分りますならば好都合であります。さらにこの事は新しい研究を促進させるだけでなく、從來から一般に行はれております分析方法等の改良進歩を促してより經濟的に、より迅速に、より精密なものとなすであろうことは疑いないところであります。またひとり研究者のみに限らず各工場・試験所その他において分析に従事している技術者が相当多数ありますが、それらの諸君に分析作業を行う上の良き指針となるべきものを、各分野を総合して供給することができれば裨益するところ多大でありましょう。後略

日本分析化学會(假稱)の内容案

- 一、本会は社團法人とし、学会(もしくは協會)とする
- 一、本会は分析化学に関する研究とその應用の進歩普及

を図ることを目的とし、その主な内容は次の通りである。

1. 分析化学に関する研究の促進と知識の交換
2. 最近の内外における分析化学の進歩の紹介・普及
3. 新しい分析方法・分析装置・試薬などの紹介および利用の普及
4. 正しい分析技術の普及および技術水準の向上
5. 工場・鉱山などの現場における分析並びにその應用上の諸問題の解決
6. 分析用機器・器具等の改良および試薬類の純度の向上
7. その他

一、上記の目的達成のため下記の事業を行う。

1. 会誌の刊行
2. 討論会・および講演会の開催
3. 分析実験実地指導会の開催
4. 業界における分析上の諸問題に対する助言
5. 規格や研究に関する各種分析委員会の世話
6. 圖書の刊行
7. その他

一、会誌には研究報告の外に極めて平易な総説・講義・実地指針・実験ノートを収録し、もつて現場の分析技術者諸君にも大いに利用され得るものとする。

一、本会の事業所は適當なる大学か研究所に置くこととし、必要に応じて收部を設ける。

一、會員組織とし、正會員(個人)と特別會員(團體)の二種に分ける。

一、各會員が現に属する学会とは密接に連繫し、その主学会の助けとなるように運営する。

發起人諸先生芳名(順序不同敬称略)

(北大)太秦康光、(東北大)岡良好、加藤多喜雄、後藤秀弘、箱守新一郎、(東大)石館守三、岡宗次郎、木村健二郎、宗宮尚行、高橋武雄、松山芳彦、南英一(東京教育大)飯島俊一郎、浜口博、(東京工大)岩崎岩次、植村琢、(一橋大)石井頼三、(慶大)柳沢三郎、(早大)宇野昌平、鹿島次郎、(日大)黒柳安二、(横大)河村文一、北川徹三、(名大)菅原健、平野四藏、山崎一雄、(名工大)道野鶴松、(名薬大)内藤多喜夫、(金大)木羽敏康、岩崎憲、(京大)石橋雅義、高木誠司、館勇、舟阪渡、(阪大)樋田竜太郎、渡瀬武男、(愛媛大)高津壽雄、(大阪理工大)小林松助、(岡大)江見浩一、(九大)百瀬勉、(九工大)乾忠孝、(熊大)向井参之允、(科研)飯盛里安、和田猪三郎、(衛試)長沢佳熊、(温泉研)服部安藏、(試薬協)斯波之茂、(化学製品協)渡辺正樹、根本美明、(東京工試)内田章五、中井敏夫、(大阪工試)村木勇夫、(地質調)平塚隆治、(北研)藤田秋治、(神奈工試)北島三省。

既に設立準備委員も指令され來年4月設立を目標に會合も度々開かれ計畫も具体化しつつあり近く各學會誌その他を通じ廣告されることとなりました。詳細ケミカルタイムスにて御知らせ致します。(文責在記者)



試薬エチルアルコール中のケトン iso-プロピルアルコール

ブチルアルコール (第三) の検出に就て

周知の通り当工場に於て試薬アルコールの製造が許可せられ皆様の御期待に沿ふべく日夜之が完成に邁進いたしました結果御蔭様にて既に特級品、一級品、メタノール不含の各品種共完成し官封試薬アルコールとして販賣しております。必ず御万足を興へ得ると信じます。今後何分の御注意を願ひ度く存じます。

就而本品中の夾雑物検査の一部を申し上げます JIS 規格 (h) ケトン、iso-プロピルアルコール及ブチルアルコール (第三) 0.002% 以下

試験法

本品 1g (約 1.2cc) + 水 (→ 10cc) + サリチルアルデヒド溶液 4 滴 + 水酸化カリウム 5g → 湯浴中 60~70°, に加温 → 15 分間放置……比色……アセトン限度基準溶液 (1cc = 0.01mg $\text{CH}_3\text{CO}\cdot\text{CH}_3$) 2cc + (水 → 10cc) + サリチルアルデヒド溶液 4 滴 + 水酸化カリウム 5g → 湯浴中 60~70° に加温 15 分間後に呈する黄色以下

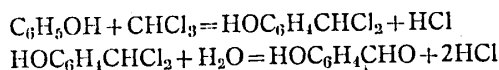
今迄は硫酸水銀溶液を用いる方法でありましたが今回 JIS 改正案は上記の如くサリチルアルデヒドを用いる方法になりました。此の試験法は仲々鋭敏でありますので当社製品を試験したる所検体はほとんど呈色せず黄色以下といふ規定に合格いたしました。

茲に試薬サリチルアルデヒド溶液の必要を生じますので参考までに製法を記します。

◎サリチルアルデヒドの製法

苛性ソーダ 4 分に水 4 分を加へ溶解す。之れに石炭酸 1.3 分を加へ絶えずかきまぜながら還流冷却器をつけ分液ロートよりクロロホルムを滴下す。此際温度は 65°~70°C を保を要す。斯くして反応熱が出なくなれば蒸氣にて加熱し還流冷却器中に未反応のクロロホルムを認めざるに至る迄反応せしむる (斯くする時は文献中にあるアルカリ性に於ける水蒸氣蒸溜を省き得る) 反応液冷却後 5 濃硫酸 6 分 (濃硫酸約 3 l に水 5.4 kg にてうすめたるもの) を加へて強酸性となし直ちに水蒸氣蒸溜をなす。蒸溜せる油層を分離し濃厚酸性亜硫酸曹溶液を加へて放置する時は結晶を析出す。結晶を濾取し多少乾燥せしめたる後計算量の稀硫酸を加へて分解せしめ冷後エーテルにて抽出し無水芒硝にて脱水し蒸溜に依りエーテルを完全に除去し粗製品を得。(茶褐色に着色す) 本品を減圧蒸溜して製品とす。沸点 196°C 得量は使用せる石炭酸の約 1/3 量なり。

反應式



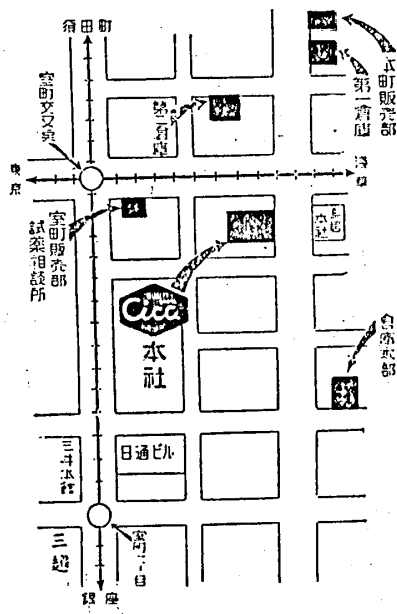
特級  印 サリチルアルデヒド 500g
25g

本社屋移轉御挨拶

関東化学の振興計画第二年度にあつた本年は、野沢社長はじめ全従業員一同の血のにじむような努力と全国  愛用者各位の圧倒的支持により幾多の苦難を見事に突破し、社運は著しく昂まり、ために従來の本社々屋も狹隘となり、日本橋本町 3 丁目 7 番地 (旧鳥居炭品株式会社々屋) を買収改築中のところ、竣成致しましたので十一月廿五日移轉完了致しました。各階共蛍光灯を使用し社員機の配置もアメリカ式を採入れた斬新な行き方は本町界隈の評判となつております。野沢社長も第一線と二階社長室と時間を定めての陣頭指揮振りに社員の意氣も益々軒昂、本町に御出掛の節は一度御來社下さいませ様御待ち致して居ります。本社屋に所在する部課は次の通りです。

秘 書 室	特 需・貿易部
納 務 部	地 方 部
業 務 部	官 倉 部
生 産 部	仕 入 部

なお旧本社々屋は当社倉庫部本部として使用して居ります。



斯波之茂理學博士入社さる

化学製品検査所長として長らく試薬検査に携はつて居られた理学博士斯波之茂先生は本年9月15日付で御退職になり此度関東化学株式会社顧問として研究部長に就任されました。先生の試薬に関する御造詣は特に深く試薬委員会委員長、試薬協会顧問としても御活躍願つて居ります。試薬相談所にも席を置かれ相談事項を処理して居られます。

地方通信欄

北海道札幌大専 ○○先生

前略 ケミタイ毎月御送代有難う。各教室でも皆喜んでいます。貴社倉庫は最近在庫を増加したとか一度見に行きたいと考えています。直賃をしてくれるとよいと思うが何んなものでしょうか。後略

回答 ケミタイは学校の先生方にも一人でも多く読んで頂こうと思い発送係は常に名簿を整理して居りますので御異動がありました場合は御手数でも御報せ下さい。

北海道の倉庫は本年9月より在庫品種と在庫量を約2倍も増加させ道内需要に対処して居ります。又欠品々切補充に就いても札幌勤務であつた浦野社員が本社地方部北海道担当となつて出先倉庫と緊密な連絡をとりながら懸命の努力を致して居ります。

直賃の件であります但札幌には別掲の通りの代理店・特約店があり夫々の係員を伺はせて居りますから御望の店から御取寄せ下さい。尚特殊品在庫有無等御照回は直接倉庫に御連絡下さいまして結構です。後略

函館函館病院 ○○先生

前略 赤表紙カタログ送付して下さいまして有難う存じます。出版される度に立派になつてゆくのは大変喜ばしい限りです。殊に診断用試薬が一括されて重寶しています。できれば他の薬品も用途別になればと希望する次第です。工場や販賣所の寫眞が掲載されていて試薬製造の過程が想像され興味深く拜見しました。先は御礼迄。

回答 赤表紙カタログ第3版は各方面需要者各位より大変御當めの言葉を頂き編集者一同恐縮して居ります。用途別カタログは弊社企画部に於ても準備中ですので遠からず実現致させます。

尚今後も内容に就きまして御注意頂き度く御願い申し上げます。

代理店成瀬器械店

前略 鹿連報・カタログ・ケミタイ等貴発行パンフレットをもつと送つて下さい。又地方展示会に対して菱木課長御出席頂き有難う存じました。地方では新しい試薬に対する勉強がなかなか遅れ勝となるので困る場合もありますから社員の職能教育も御願ひします。

回答 地方代理店特約店は弊社の第一線であり吾々Cica印を扱う者として常に需要者に御満足願える様最善の努力を致して居ります。本社の職能教育も毎月定期的に行つて居りますが地方の代理店・特約店の職能教育も既に北海道に於て野沢社長自から陣頭に立たれ実施され

ました。今後機会ある毎に各地で実施致します。

代理店 中薬品商會

前略 上京の節はいろいろ御世話様になりました。眼のあたり本社員の活躍状況を拜見して流石Cicaが日本一であると痛感致しました。又工場も非常に整備され何百何千種の試薬が間断なく生まれるCicaの底力の原動力を需要者にも是非見せて上げて頂き度いと思います。地方に居つても注文品が殆ど間に合う様になりましたが、新製品の紹介は出先の特約店代理店の社員にも判る様に解説して下さい。後略

回答 過日は失礼しました。御説の如く本社も新社屋に移り社員一同気分を新たに於て張切つて居ります。第一線たる貴地も是非頑張つてやつて下さい。新製品紹介は鹿連報に於いて平易にCica解説して行く方針で居ります。後略

鹿印 Cica 異聞

(5)「試薬」を買うには

最近或る官庁の購買の方が試薬を買うのに全く困却している。……と次のように悲鳴をあげている。

「鹿印特級鉛丹500g 5本注文したらどうした訳か鹿印は品切れだが○○印の特級品は如何とすゝめられた——入つて来たものを試験したら一級にも合格しない」

「現品を見たら一級をゴム印で消して特級になつていた。どうしたらよい品物が入るだろうか」

品切れと云はれたら一應本社か大阪支店へ連絡してほしい。本当の品切れなら納期を必ず知らせます。

編集後記

☐ あわただしい歳末となりケミカルタイムス6号を御届け致します。内容もすつかり充実され必らずや御期待に添ふ事と自負して居ります。

☐ 來春には待望の日本分析学会が誕生する様子で本号にその内容の一端を発表させて頂きました。

☐ 躍進鹿連報も号を重ねて新春には第36号を刊行致します。内容もずつと簡易に解説し新製品の紹介・価格の変動・其他を速報致しています。來春より発行部数を増加させますから御入用の方は此際至急御申込下さい。

☐ 愛読者も日に益々増加して居ります。研究室各位の名簿御送付頂きますれば必要部数御送り致します。



本社 { 東京都中央区日本橋本町3-7
TEL. 日本橋 24 0863・2458・3977・4633
電 略 シ カ ト ウ キ ヨ ウ

本町販賣部 { 東京都中央区日本橋本町4-5
TEL. 日 本 橋 24 0 9 8 2

室町販賣部 { 東京都中央区日本橋室町3-4
TEL. 日 本 橋 24 5 0 5 9

試薬相談所 { 東京都中央区日本橋本町2-5
TEL. 日 本 橋 24 4 9 5 8

本社倉庫 { 東京都中央区日本橋本町2-5
TEL. 日 本 橋 24 4 9 5 8

大阪支店 { 大阪市東区瓦町3-1
TEL. 北 浜 (23) 4 6 2 0・5 4 5 8

福岡出張所 { 福岡市上東町17 TEL. 東(3) 5758
福岡倉庫 { 福岡市箱崎町米一九

札幌倉庫 札幌市北九條東1丁目 TEL. 3-2342

仙台倉庫 仙台市大町2-136 TEL. 3 3 4 7

横浜出張所 横浜市中区野毛町1-46 長者 4 3 6 7

工 場 東京王子・志村・埼玉草加・大阪・十條研究所

代 理 店

縣 別	代理店称号	所 在 地	電 話
北海道	関谷大 学 堂	札幌市南一條西3-5	2-0620・3859
"	南 商 会	南一條西7	3-0868
"	阿部初太郎商店	北十條西2丁目	2-3077
"	サ ク ラ 商 会	北十三條西4丁目	
"	北海道理化学合同(株)	北七條西6-角1	2-521・3058
"	フ ジ ヤ 商 会	北十條西4-11	2-2672
"	中 央 商 会	函館市若松町40	3887
岩手	成瀬器械店	盛岡市上田小路205	1139
秋田	十字屋商店	秋田市本町4丁目	3159・4225
宮城	三榮化学薬品商会	仙台市大町2-136	3347
福島	高橋健三商店	郡山市堀田92	714
新潟	田中竹二郎商店	新潟市営所通1-319	946・1776・2534
富山	金剛薬品(株)	富山市西三番町31	4753・5450
"	多田薬品工業(株)	高岡市横田町166	399・716
石川	柴野薬品工業(株)	金沢市堅町60	45・48

愛知(株)伊勢久商店 名古屋市中区大津町1
東 3354~5

" 宮田恵治商店 " 西区志摩町1
西 1144~5・1466

兵庫 石原薬品(株) 神戸市兵庫区西柳原町
92 湊川(5)4211・5485

岡山 岡山薬品商会 岡山市西大寺町53
7997

広島 田 薬品商会 広島市大手町5-6
西(3) 2566

島根 友田薬店 松江市東本町2-52
2848

福岡 第一化学(株) 福岡市上東町17
東 5785

" 前田化学(株) 戸畑市昭和通4-1 161

特 約 店

縣 別	特約店称号	所 在 地	電 話
北海道	真鍋五郎商店	旭川市三條通8丁目右1号	
"	(株)秋山愛生館	札幌市南一條西5丁目7	(3)-1157
青森	斎藤自明堂薬局	弘前市品川町1	853
秋田	佐野躍進堂	秋田縣本荘町裏尾崎45	416
山形	丸木商店	酒田市上内匠町37	7
"	仁科仁天堂薬局	米沢市立町	113
福島	関内薬局	平市4-6	40
"	小関商店	福島市太田町143	4068
新潟	岡久商店	三條市一の水戸	4
栃木	鳥居龍次郎商店	宇都宮市大工町3丁目	3878
千葉	國松薬局	千葉市本町1-7	51・452
神奈川	高山弘濟堂	横浜市西区西戸部町2-146	長者3020
長野	上原正雄薬局	上田市松尾町45	1064
静岡	中屋商店	静岡市昭和町10	3012
"	大河資生堂	三島市久保町1510	20
"	望月松生堂薬局	静岡縣富士郡富士町本町	34
三重	後藤商店	四日市市浜田江田町2131	四日市 642
広島	吉田薬局	福山市胡町	864
徳島	協和産業(株)	徳島市幸町2丁目35	
大分	春日薬局	大分市王子町1-62	373
宮崎	森薬品(株)	都城市上町2丁目4229	97~98



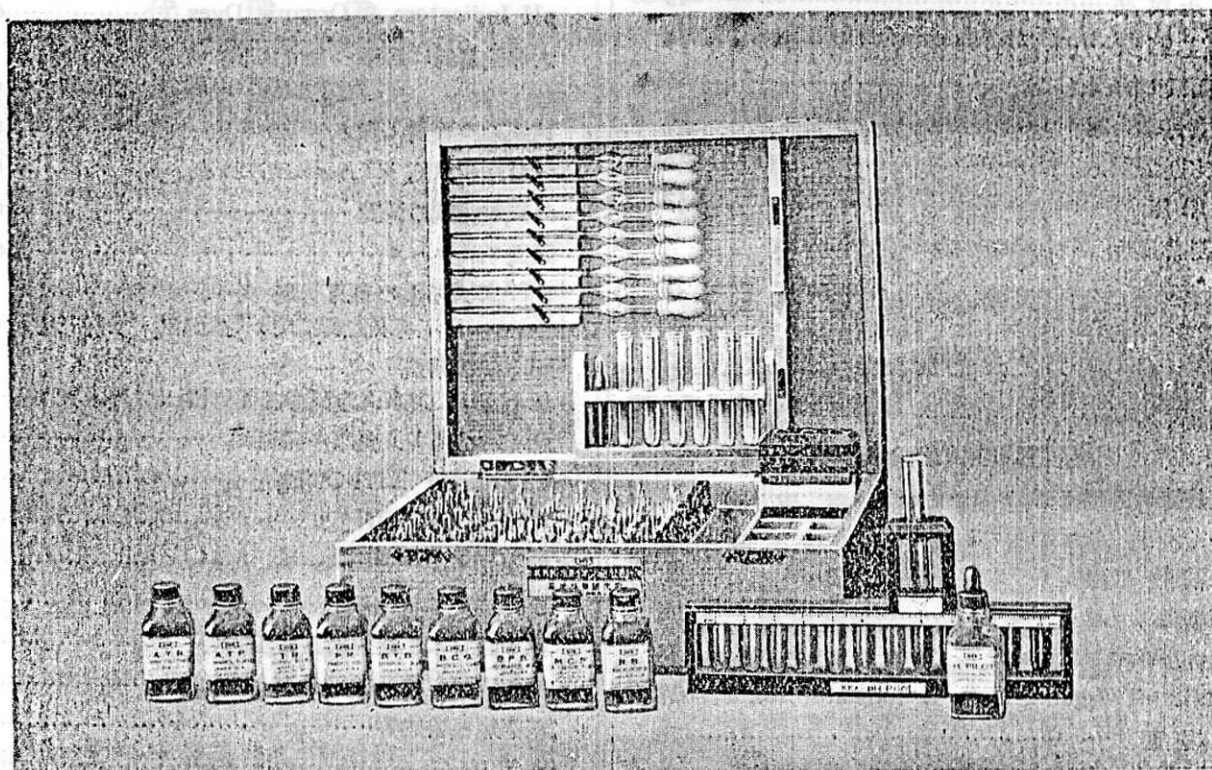
ETA-REAGENT

発売以來各方面に反響を捲起したカルシウム・マグネシウム等の測定試薬 ETA(Ethylenediamine tetra-acetic Acid Disodium Salt) はその應用範圍が續々拡され注文殺到の現況で製造関係者は嬉しい悲鳴を上げています。尙公定試験法にも採用されるそうで吾社とし致しまして特價により需要者各位の御要望に御答して居ります。

ETA-ONE "A" 10cc×10Amp.	ETA-ONE "B" 10cc×10Amp.
ETA-New Direct D.H用 500cc. 25cc	ETA-New Direct PPM用 500cc. 25cc
ETA-Set ETA試薬 Molarity明示 1,000cc	塩化マグネシウム液 Ratio 明示 500cc
緩衝液 25cc	指示薬液 50cc
比色用標準液 2本	
ETA Disodium Salt G.R. 25g 10g	Complex Black T. G.R. 25g
EBT (Eriochrome Black T) G.R. 25g	(説明書贈呈)

東京教育大学教授 理学博士 飯島俊一郎先生 御指導

KKK 水素イオン濃度 (pH) 比色測定器



KKK 水素イオン濃度比色測定器の種類

種類	測定範囲 pH	標準管	種類	測定範囲 pH	標準管
2号器	5.8~8.4	2列	9号器	0~12	9列
4号器	3.0~8.4	4列	10号器	0~12	9列
6号器	1.2~9.8	6列	附属pHパイロット1号 1列		
pHパイロット			pHパイロット		
1号	1~12	1列	2号	2~10	1列

(説明書贈呈)