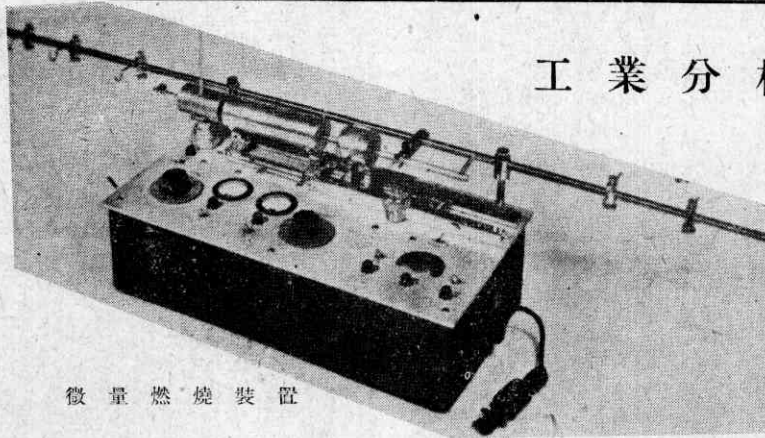


工業分析の概況



微量燃焼装置

岡 宗 次 郎

分析法の發展

第二次世界大戦の前までの工業分析というものは、もちろん、比色分析、分光分析、電気分析等物理的方法も廣く行われていたとはいうものの、化學的操作を主とした定性分析、容量分析、重量分析が主なものであつて、例えば試料の溶解、沈澱の生成、濃過、灼熱、秤量等の操作に長時間かゝつていたというのが普通であつた。

ところが戦争中から戦後にかけての約 10 年間に、主として米國であるが分析法の機械化ということが素晴しく發達した。従つて従來の比色法、分光法、電気法等の分析装置も眞空管の發達とともにその面目を一新し、自動調節装置、自動記録装置等の考案と相俟つて、従來の重量法、容量法に代り、迅速、精密等の點において、分析操作に劃期的の變革をもたらしたものである。

この機械化のことに關しては武藤義一氏が“工業分析の進歩”と題してかつて本誌¹⁾にその發達の一部を紹介したが、なお一般分析器具等の面にもたえずいろいろの改良が加えられ實驗操作を容易にしているものが少くない(第 1 圖～第 6 圖寫眞参照)。そのほか分析化學の發展については機械化の問題とともに有機試薬研究の進歩も與つて力あることを忘れてはならない。

しかしこういう分析操作のいちじるしい變貌は米國において見られる現象なのであつて、わが國では志方氏のポーラログラフの研究のように古くから行われたものもあるが、分析装置の機械化という點では戦争による空白状態のためいちじるしく立遅れてしまつたのである。

しかし戦後、海外の研究事情が判明するとともに後れ馳せながら、物理分析装置その他について盛んに研究が行はれるようになり、ポーラログラフ装置、電子顯微鏡等次第に國産のものが製作されるようになったことは同慶の至りであるが、現状はまだ米國から、定評ある分析装置をばつばつ購入し、これによつて研究を行つてゐる程度である。けれども新分析法の若干については後述のように 2～3 年來既に各所で研究が行われはじめ

たから近い將來工業分析の方面にも次第に應用されるようになることと想像される。

分析法の種類

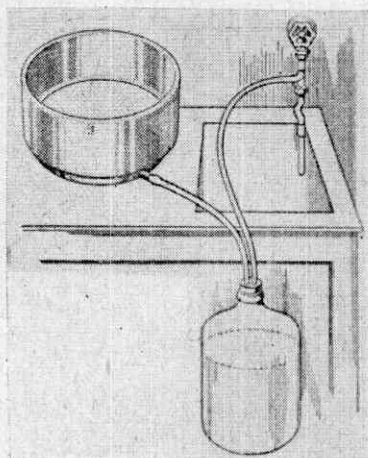
前述の如くにいろいろ新しい分析方法が行われるようになってきたが、その概要を知るには米國の月刊雜誌、“Analytical Chemistry”の 1949 年の 1 月號にのつてゐる First Annual Review of Analytical Chemistry, Fundamental Analysis²⁾ がよい。

その物理的方法が如何に發展しつゝあるかは 29 項目にわたる分類を見ればほゞ想像することができる。參考までにここにその項目名を掲げて見よう。

1) Light Absorption Spectrometry, 2) Infrared Spectroscopy 3) Raman Spectra 4) Ultraviolet Absorption Spectrophotometry 5) X-Ray Absorption 6) X-Ray Diffraction 7) Emission Spectroscopy 8) Mass Spectrometry 9) Electron Microscopy 10) Light Microscopy 11) Polarographic Theory, Instrumentation and Methodology 12) Organic Polarography 13) Amperometric Titrations 14) Electroanalysis 15) Chromatographic Separations 16) Distillation 17) Extraction 18) Ion Exchange 19) Nucleonics 20) Indicators 21) Fluorometric Analysis 22) Instrumentation 23) Statistics Applied to Analysis 24) Inorganic Microchemistry 25) Organic Microchemistry 26) Inorganic Gravimetric Analysis 27) Organic Gravimetric Analysis 28) Inorganic Volumetric Analysis 29) Volumetric Analytical Methods for Organic Compounds.

これを見ても光學的、電氣的の基礎的研究が如何にさかんであるかゝわかる。なお一年後には第 2 回目の Annual Review of Analytical Chemistry³⁾ が報告されている。

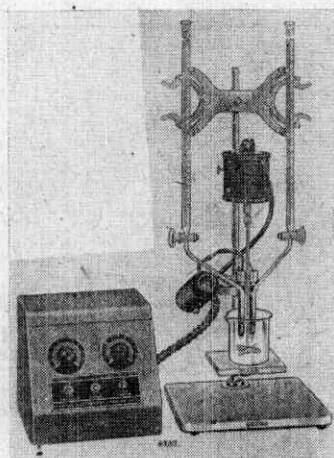
そしてこれらの工業方面への應用に關しては First Annual Review of Analytical Chemistry, Applications



第 1 圖
テーブル型ブナーロート



第 2 圖 ステンレス・
スチール・ビーカー



第 3 圖 終点を示す“マ
ジックアイ”付滴定装置

of Analytical Developments⁴⁾

がある。これには

1) 塗料 2) 精油およびその製品 3) 肥料 4) 食品 5) 固体および気体燃料 6) 鐵冶金 7) 非鐵冶金 8) 石油 9) 製薬及天然薬品 10) 天然および合成ゴム の 10 項目にわたつて紹介され、その第 2 回目は一年後に報告されている。⁵⁾

残念ながら紙数の関係上これらの内容に関して紹介する餘裕がないが、應用方面においても、ポーラログラフ、クロマトグラフ、分光分析、質量分析、イオン交換樹脂、その他新しい分析法が相當廣範圍に應用されていることが記されており、わが國の工業分析とはかなりのへだたりがあるということが感じられるのである。

本邦の業績

I. 新分析法の紹介

わが國における最近二三年間の分析業績を見ると研究部門においては次第に物理分析法の利用が増してくるのが目につくが、工業方面での報告は極めて僅かである。

むしろ現在の階梯では新分析法の紹介、解説等が主として見受けられる状態で、最近二年間に雑誌で目につくものを列挙して見ると次のように多くのものがある。

吸収スペクトルの最近の進歩⁶⁾、赤外吸収スペクトルの工業への應用⁷⁾、ラマン分光器と赤外線吸収装置について⁸⁾、発光分光分析法の最近の進歩⁹⁾、マスマスペクトロメトリーの分析化学への應用¹⁰⁾、ベックマンスペクトルフォトメーターについて¹¹⁾、GE 自記分光光度計について¹²⁾、ポーラログラフの理論と應用¹³⁾、同外国文藝の紹介¹⁴⁾、同装置¹⁵⁾¹⁶⁾、ペーパークロマトグラフの特集¹⁷⁾、濾紙クロマトグラフィー¹⁸⁾、同、脂肪酸とヒドラヂット¹⁹⁾、同簡単な學生實驗²⁰⁾、電子顯微鏡による粒子分析²¹⁾、有機試薬の化学における役割²²⁾、カール・フィッシャー試薬²³⁾、イオン交換樹脂について²⁴⁾、(なおイオン

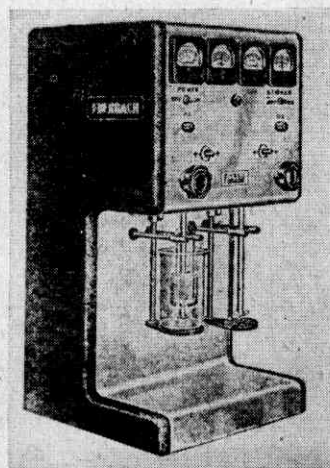
交換樹脂については分析とは別個に多くの文献がある)有機微量分析の展望²⁵⁾、その他物理分析法の展望²⁶⁾、重量容量比色の進歩とその検討²⁷⁾等。すなわちこのような多数の論文があることは新分析法に對する關心の少ないことを示している。

II. 研究報告

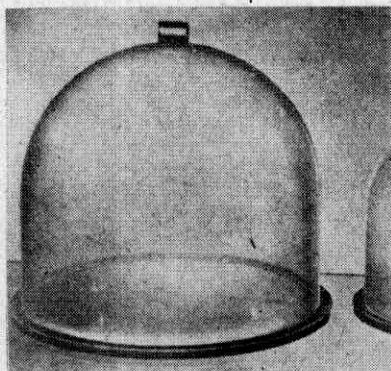
物理分析法による研究報告は工業化学部門、冶金部門、農學部門等を見ても極めて少い。多方面にわたつて文献を調べる機会をもたなかつたが、工業化学及び一般化学の學會誌としての工業化学雜誌並に日本化学雜誌について調査したところ、前者では 1949 年にポーラログラフによるもの 1、その他 3 があり、1950 年にはポーラログラフ (速報) 2、分光分析 1、比色分析 1、微量分析 1、其他 8 とその数は増してはいるが、分析關係の報文はもちろん多くはない。後者の方は分析關係の報文は比較的多く、1949 年にはイオン交換樹脂による分析 (1—6 報)、稀元素應用分析 (7 報) その他 25 編あり、1950 年においては約 40 編、稀元素應用分析 2、接觸分析 6、イオン交換 3、分光分析 2、ポーラログラフ 2、クロマトグラフ 2、班點分析 2、ガス分析 4、有機試薬 1、比色 4、その他 15 の研究對象も次第に發展してきている。

すなわち戦後分析化学の研究の發展する一端を知ることができ、さらに廣く研究發表會等の講演題目を見るとその傾向が一層よくわかる。いま日本化学會のみについて(同會各支部での講演は省略する)1949 年及び 1950 年の 4 月の年會講演における分析關係のものを調べてみると 1949 年は發表總數 649 のうち分析關係數 80、1950 年は發表總數 912 のうち分析關係は約 90。このうち特殊分析法についての比較をしてみると次のようになる。

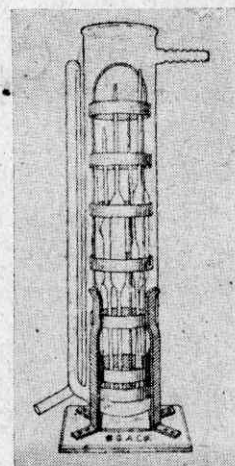
昭和 24		昭和 25			
分光分析	3	6	ポーラログラフ	2	6
(吸収スペクトル)	3	3	クロマトグラフ	4	6



第 4 圖
電氣分析裝置



第 5 圖
プラスチック・ベル・ジャー



第 6 圖
ピペット洗滌器

ラマン効果	0 2	試薬	5 8
マスペクトル	0 4	イオン交換	2 5
螢光法	1 1	微量分析	3 2
比色	5 3	電子顯微鏡	1 2
		其他	37 33

この傾向は今後ますますいぢるしくなる。

むすび

新しい物理分析装置の発達によつてもたらされた大なる利點の一つはいぢるしい時間の短縮ということである。例えば非鐵冶金の分析において從來一時間に 5 種の分析が行われていたものが分光分析法によつて 25 種の測定が可能となり、直流分光器の使用によつて、さらに 80 種が正確に測定されるようになったといふ報告もある。ただし難點はいずれもはなはだ高價であることである。しかしこのような物理分析装置の発達とともに分析の分野は從來の化學者のみでなく、物理學、電氣學、機械學等を専攻する人達まで網羅するようになった結果、分析部門がいぢるしい飛躍を遂げるようになったことは試に喜ばしいことといわねばならない。

文 献

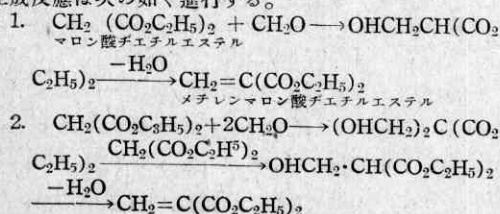
1) 武藤	生産研究	1950, 2
2) Anal. Chem.		1949, 21, 3~173
3) 同		1950, 22,
4) 同		1949, 21, 196~284
5) 同		1950, 22, 206~271
6)	化學の領域	1949, 3, 59
7) 武内	同	1950 4, 490
8) 益子, 佐伯	化學工業資料	1950, 18, 288
9) 石田	同	1950, 18, 261
10) 荒木	化學の領域	1949, 3, 594
11) 森高, 山川	藥學	1949, 3, 111
12) 安達	化學工業資料	1950, 18, 275
13) 田中	科 學	1950, 386
14) 田中, 玉虫	化學と工業	1950, 3, 247
15) 鈴木	化學の領域	1950, 4, 52
16) 石植	同	1950, 4, 554
17) 植村, 他	同	1950, 8 月號
18) 廣岡	藥 學	1949, 3, 115
19) 佐竹	化學の領域	1950, 4, 557
20)	同	1951, 5, 39
21)	同	1949, 3, 329
22)	同	1950, 4, 6 號
23) 伊澤	同	1950, 4, 188
24)	化學工業資料	1950, 18, 49
25)	化學の領域	1950, 6 號 7 號
26)	同	1950, 540
27)	同	1950, 10

速報 13

マロン酸ジエチルエステルとフォルムアルデヒドとより合成樹脂の製造

高木 行雄

マロン酸ジエチルエステルとフォルムアルデヒドとの反応を利用して合成樹脂を得る文献については、既に二、三あり。これらの文献を綜合して見ると合成樹脂の主體となるメチレンマロン酸ジエチルエステルの生成反応は次の如く進行する。



然しながらマロン酸ジエチルエステルとフォルムアルデヒドとの反応は多くの副反応を伴い易く、反応条件によつてはメチレンマロン酸ジエチルエステルの収量は皆無である。このものの合成について、溶媒として氷醋酸、主觸媒として醋酸カリ、助觸媒として醋酸銅、パラフォルムアルデヒドを用いた場合の反応条件を求めた結果マロン酸ジエチルエステルとパラフォルムアルデヒドのモル比は 1:2、反応温度は 100°C が最適であることを認めたが未だこの方法では収量は良好ではなく、結局 50% 前後に止まつた。メチレンマロン酸ジエチルエステルは非常に重合し易く、室温に放置しても数時間以内に突然發熱して同時に透明に固化し、後徐々に白色不透明磁器様の堅く脆い樹脂となる。この重合は激烈でビニール系化合物に使用されている硫黄、銅、ハイドロキノン等の重合防止剤では重合を防止することが出来ない。重合物は氷醋酸、アルコールに溶解して粘稠な液となり、この溶液を水中又は石油エーテル中に注ぐと直ちに白色不透明の重合物を生ずる。