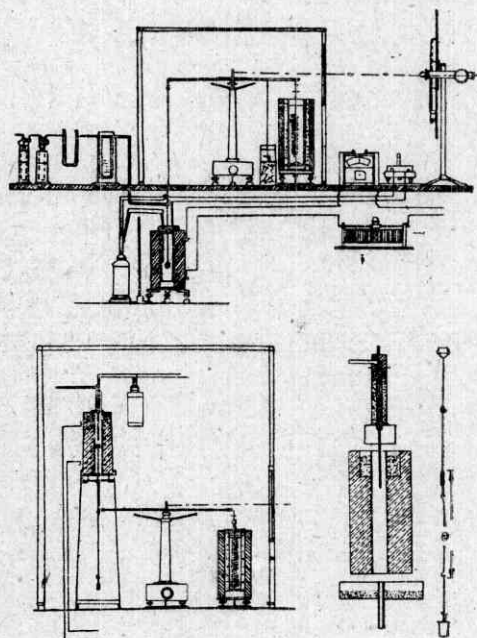


高温ぜんまい秤

福田義民・東畑平一郎

重量の測定は分析化学をはじめ化学のあらゆる分野での研究や試験にもつとも基礎的な操作の一つであつて、そのためいわゆる化学用天秤が広く用いられている。しかし普通の化学用天秤ではその構造上数十度以上の温度の物体を秤量することはできないので、温度の高い物体は通常デケーター中で常温に冷却した後秤量する。例えばある無機塩類の熱分解の様子をしらべようとする場合試料を一定時間一定条件におき上のような手続きて秤量するとすれば、単に操作が面倒であるばかりでなく、與えられた試料の重量変化は全體としての反應の結果を示すに過ぎず各瞬間の重量変化を表すものではない。そこで高温でも測定が可能である上に連続的な測定ができる秤量装置が必要とされる場合が多い。第1圖はこの種の装置でもつとも古くから用いられている本多式熱天秤の¹⁾²⁾一種による試験法を示しており、構造や操作は圖



第 1 圖

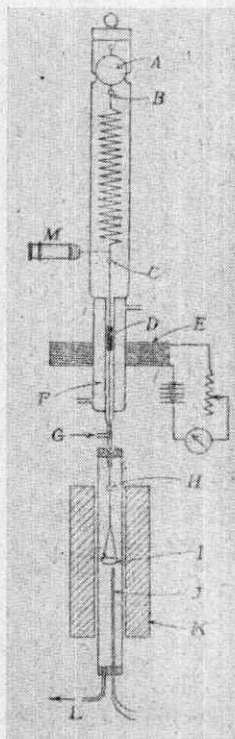
から容易に知られよう。このように化学用天秤を改造したものは本多式の他に宗宮式³⁾等があり熱天秤と總稱する。この外ぜんまい秤の原理を應用した種々の装置が同様の目的に種々使用されているが、以下應用の廣い大島・福田式高温ぜんまい秤⁴⁾について説明する。

1 大島・福田式高温ぜんまい秤の構造と操作

第2圖は装置の概要である。

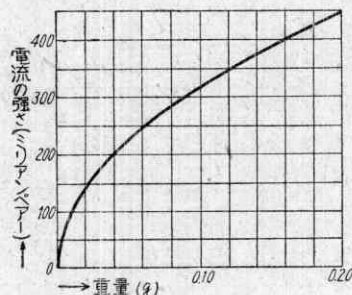
A: 硝子球 (下端に白金線を封入) B: 石炭スプリングの上端, C: 試料懸垂用白金線又は石英線の上端, D: 鐵心 (表面鍍金) E: ソレノイド, F: 冷却管, G: 氣體導入口, H: 白金線 (又は石英線) 下端, I: 白金皿, J: 熱電對, K: 電氣爐, L: 氣體排出口, M: 讀取望遠鏡。

試料を白金皿中に入れるか或は直接懸垂しスプリング下端又は懸垂線の任意の一點によつて望遠鏡で零點を定める。試料の重量変化によつてスプリングは伸縮しようとするがソレノイドの電磁力を調節し鐵心に垂直方向の力を與えて鐵心したがつてスプリングを原位置に保つ。したがつて望遠鏡内の零點は常に一定しており試料の位置は變らない。ソレノイドに流れを電流 (ミリアンメーターで測定) と試料の重量変化とは當然定つた關係があるためあらかじめ檢定しておけば電流計の讀みから容易に重量変化を知ることができる。第3圖は電流の強さと重量變化の關係の一例で、



第 2 圖

もちろんスプリングの寸法その他によつて若干の相違があるからそれぞれの場合について檢定しておかねばならぬ。條件によつてはソレノイドを用いないで普通のぜんまい秤と同じようにスプリングの伸縮を讀んで重量変化を知ること



第 3 圖

試料の重量變化の遅速やスプリングの寸法によつて異

るが、本装置の感度は約 0.5 mg、とくに鋭敏なスプリングを使用すれば約 0.3 mg 程度である。この程度の感度はこの種の装置を用いての普通の測定には十分なものと考えられる。

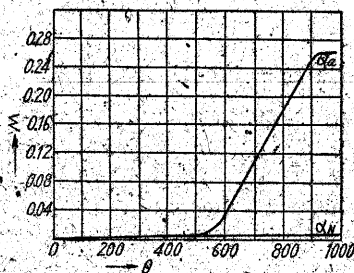
2 大島・福臣式高温せんまい秤の特徴

本多式その他の在來の熱天秤の根本的な缺點は眞空にすることが不可能なことである。この装置では外界から孤立した系を構成しているのだから容易に眞空中での重量變化を測定したり、その際生成する氣體を捕集したり、或は眞空にして空氣を他のガス例えば窒素と置換することができる。スプリングに熱膨脹と弾性履歴が極めて小さい熔ゆう石英を使用し、反應管の上部のスプリングを納めている硝子管には耐熱硝子が用いられているから爐の温度が 1200°C 程度に上昇しても測定に誤差を生ずるおそれはない。又試料を一定位置に保ちながら秤量するように工夫されているので、位置の變化による條件の變動がなく正確な結果を得ることができる。たゞ石英スプリングの強度の關係上、上述の感度が必要な場合には試料の全量は約 3g を越えることができない不便があり、操作も多少の熟練を必要とする。

3 二三の應用例

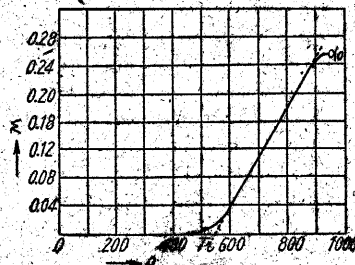
(1) 固體燃料の綜合試験

固體燃料の水分、灰分、揮發分、着火温度等は從來の方法によればそれぞれ別個に試験せねばならないが、本装置を用いれば一回の測定で行うことができる。すなわち試料を微粉砕し、その 0.3g 程度を白金皿に入れ天秤内に懸垂する。爐の温度を毎分約 6°C の割合で上昇させ試料の重量變化を測定する。これを一定流速の空氣中で行つた場合 (a_0) と窒素中で行つた場合 (a_N) について第 4 圖に示すように重量減少と爐内温度との關係を圖示する。最初水分の蒸發にともなつて重量は減少するが、全部の水分が蒸發し終れば試料はほぼ恒量となり着火温度に達すると圖の a_0 に示されるように曲線の勾配は燃焼の開始のために急激に増加する。窒素中で加熱すれば燃焼は起らないが揮發分の蒸發のため重量は徐々に減少する。揮發分は殆んど着火點以上の温度で蒸發するから水分の蒸發による重量減少は空氣中の場合と同一であつて圖のように一本の曲線で示すことができる。 a_0 は炭素の燃焼による重量減少と



第 4 圖

揮發分の蒸發による重量減少の和を示すから、 a_0 から a_N を控除した曲線を作れば、(第 5 圖 a_0) 炭素物質の



第 5 圖

燃焼曲線が得られ、その直線部分の延長が横軸と交る點 T_i によつて着火温度を知ることができる。又この直線の勾配は燃焼速度を示す。この方法によつて炭

素物質の燃焼におよぼす空氣流速、灰分、種々の添加物質等の影響をしらべることができる。(5) (6) (7)

(2) 反應速度試験

筆者等は(8)(9)本装置を用いて木炭素の燃焼、鐵の鹽素化の反應速度を測定しこれらの反應速度は固體周圍の氣體塊膜中の反應氣體と生成氣體の擴散によつて支配されることを見出し、流體摩擦、傳熱に關する從來の測定値から理論的に反應速度を計算できることを示した。この場合は白金皿を使用せず擴散塊膜の状態を明かにするために球板、線等の形に成型した試料を直接天秤に附して懸垂し、爐温が一定温度に達するまでは窒素を通じて反應の開始をさまたげ、種々の温度、氣體流速での反應速度を連續的に測定した。又機械爐での硫化鐵微粉の焙燒状態をしらべため、石英のつぼに入れた試料を同様の方法で焙燒して反應機構を明かにした。(10) (11)

4 結 語

本装置は加熱による物質の物理的、化學的變化の状態を、もつとも直接的で正確である重量變化の連續測定によつて明かにするために廣い應用範圍をもつた装置である。在來の熱天秤との相違は外界から獨立した系を形成している點で、熱天秤と同様の用途をつほか、眞空中での變化を測定することができる等種々の長所をもつている。

文 献

- (1) Honda, Sci. Rep. Tohoku Univ., 4, 97 (1915)
- (2) Saito, *ibid.*, 16, 37 (1927)
- (3) 宗宮, 工化, 31, 217 (1928), *ibid.*, 32, 249 (1929)
- (4) 大島, 福田, *ibid.*, 33, 733 (1930)
- (5) 大島, 福田, *ibid.*, 34, 653 (1931), *ibid.*, 35, 560 (1932), *ibid.*, 36, 646 (1933)
- (6) Oshima, Fukuoka Ind. Eng. Chem., 27, 212 (1935)
- (7) Oshima, Fukuoka, Fuel, 11, 135 (1932)
- (8) 福田, 東畑, 工業化學會第 49 年會講演 (1946)
- (9) 福田, 東畑, 日本化學會第 4 年會講演 (豫定) (1951)
- (10) 福田, 東畑, 渡邊, 吉田, 日本化學會第 3 年會講演 (1950)
- (11) 東畑, 硫酸, 3, (1950)

× × ×