

火 薬 協 會 誌

第 8 卷 第 1.2 號

昭和 22 年 12 月 10 日 發行

研 究 ・ 報 文

マイクロデューマ法による爆薬の窒素定量法

(昭和 19 年 7 月 26 日 受理)

會 員 野 口 順 藏*

中 里 又 三*

I 結 論

「マイクロデューマ」法に依る有機物質の窒素定量は現在一般に廣く行はれ居る處なるも之を其の儘爆薬類に適用する時は其の分析値に「バラツキ」を生ず、此の缺點を除去するを得ば本法は微量の爆薬檢體を用ひ短時間に簡單なる操作を以て未知試料の全窒素量を測定し得て甚だ便なり。

「ケールダー」法は試料少量なる時は爆薬の種類に依り分析値の正確を期し難きことあり。即ち如上の缺點を除き迅速に正確なる爆薬の全窒素量を定量すべく「マイクロデューマ」法に依る爆薬類の窒素定量操作に付次の如く改良を試みたり。

「マイクロデューマ」法は檢體を酸化銅と共に炭酸「ガス」氣流中にて燃焼分解せしむ。従つて燃焼困難なる物質（「ピリミジン」系化合物「ビタミン」 B_1 等）に在りては窒素量の分析結果に於て 0.4~2.0% 低き値を得ることあり。其の燃焼を完全ならしめ正確なる窒素量を得る爲從來檢體に鹽素酸「カリ」、磷酸銅等を添加する改良法あり。然れども爆薬の如き物質に在りては却て燃焼の急激なるに因る誤差多く之を防ぐ爲には從來は唯燃焼速度を餘りに速ならしめざる様「バーナー」の火を注意して調節したる程度にして特に操作法に改良を施したる報告を見出し得ず。

「マイクロデューマ」法に依る爆薬類の窒素定量に際し生ずる誤差の原因は其の分解の急激なる爲規定の燃焼速度を超過し、分解生成物は還元 ($\text{NO} \xrightarrow{\text{Cu}} \text{N}_2$) 或は酸化 ($\text{CO} \xrightarrow{\text{CuO}} \text{CO}_2$) の反應不十分なる儘にて固定燃焼剤の層を通過し「アゾトメータ」中に入る爲なりと思考せらる。

従つて分解を緩徐にし分解生成物の固定燃焼層に依る還元及酸化反應を完結せしむるを得ば檢體中の窒素は完全に「アゾトメータ」中に入り爆薬類の如き特殊なる物質に付ても正確なる窒素量を定量し得べし。即ち檢體に粉燃劑として作用する如き物質を添加せば有效ならんと思考し「グルコース」を檢體と略同量添加したるに豫期の如く良好なる成績を收めたるを以て之を報告せんとす。尙本報告に於ては爆薬類の「マイクロデューマ」法窒素分析を初めて實施せらるゝ方々の参考の爲其の操作法は蛇足を省みず初歩より詳細に記述せり。操作法は殆ど落合、津田兩氏の著「有機微量定量分析」に據れり。

II 實 驗 装 置

「マイクロデューマ」法の装置に付ては炭酸「ガス」發生器、「ガスメータ」、燃焼部等に於て若干の改良

*大阪大學理學部化學教室

*吳羽化學大船工場

(6) 法あり。本研究に於ては固定「バーナー」の部分に電熱装置と爲したる以外装置操作共「落合、津田：有機微量定量分析」第二版 79 頁所載の方法に準據し行へり。

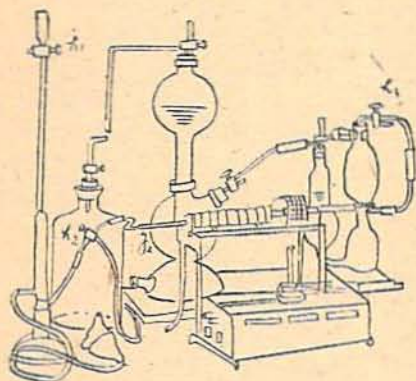


圖 1

(1) 炭酸「ガス」發生裝置

炭酸「ガス」發生裝置(圖 2)は落合、津田氏著書 80 頁所載の裝置にして通常の「キップ」裝置及變形「キップ」裝置を組合せたるものなり。

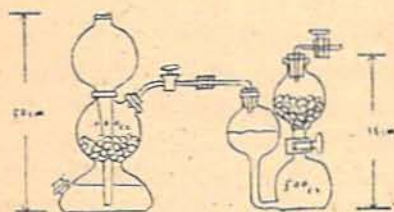


圖 2

大理石及鹽酸は次の如く處理したり。

大理石：約 1cm 角の大きに砕きたるものを吸引瓶に入れ蒸留水に浸し、加温しつつ真空「ポンプ」にて吸引し氣泡の發生せざるに至らしめたる後鹽酸數滴を加ふ、水中より取出し濡れたる儘にて「キップ」裝置に用ふ。

鹽酸：約 20% の鹽酸に炭酸「ガス」を通じつつ煮沸したる後炭酸「ガス」氣流中にて冷却す。

(2) 燃燒管(圖 3)

燃燒管は最初「パイレックス」管を用ひたるも破損したる爲以後石英管を用ひたり。之は加熱に依る彎曲等なく好都合なり。

燃燒劑の充填：燃燒管を發煙硝酸にて洗ひ、蒸留水、「アルコール」、「エーテル」にて順次處理し乾燥す。乾燥後先づ銀線をまるめたるものを詰め其の層

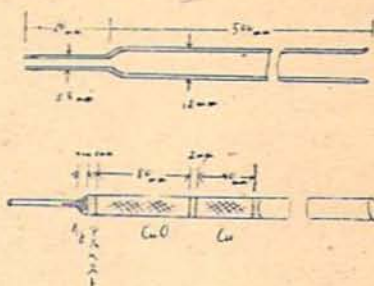


圖 3

約 4mm とす、次に「グーチ」用「アスベスト」3 mm、線狀酸化銅 8cm、「アスベスト」2mm、(*)線狀酸化銅 4cm の順に詰め最後に「アスベスト」の層を堅くす。

燃燒管を架台に掛け最後に充填したる 4cm 線狀酸化銅のある管の外部のみを 4cm の小銅網にて巻き、管内に水素「ガス」を通じつつ銅網部を「バーナー」にて加熱せば其の直下の酸化銅は還元せられ銅色になり、水を生成す。此の際還元が「アスベスト」の境界を越えざる様火を調節す(**)、還元終らば火を消し水素氣流中にて冷却す。燃燒管の入口に徑 1.5mm の孔を開けたる「ゴム」栓を堅く差込み炭酸「ガス」發生器の「ガス」導管の先を「ゴム」栓に差込み炭酸「ガス」を通じつつ「バーナー」にて焙り、還元の際に生成せる水分を追出し、次に酸化銅、還元銅層の外部を固定「バーナー」にて 30 分加熱後炭酸「ガス」氣流中にて冷却し燃燒管の末端に小厚肉「ゴム」管の片側を「ガラス」棒にて塞ぎたる「キヤップ」を附し放置す。以上の充填物は固定燃燒劑とも謂ふべきものにして管が破損する迄詰め換ふることなく使用し得。

檢體を燃燒管に裝備するに際しては毎回新しき線狀酸化銅を長さ約 14cm の層に充填す。

(3) 電熱裝置

R. T. Milner, M. S. Sherman (7) は固定「バーナー」の部分に電熱裝置とし更に可動「バーナー」を自動裝置と爲して分析し居るも檢體燃燒用の可動「バーナー」は物質に依り温度を迅速に自由に加減し得るものなるを要し自動裝置にては却て不便なるが故に本實驗に於ては可動「バーナー」部分は「ガ

(*) 「アスベスト」は何れも一度灼熱したるものを用ふ。

(**) 還元が一度始らば發熱と銅の接觸作用等に依り反應が加速せらるゝ故火を直に調節す。

スパーナー」とし、固定「バーナー」部分のみを電熱装置とせり。電熱装置は容易に一定温度を保ち得て「ガスバーナー」に比し遙に優れり。

長さ 18cm, 内径 20mm の石英管(*) に「ニクロム」線を巻付け「アルミナ」にて固め蔽ひ其の上を「アスベスト」にて蔽ふ。「ニクロム」線は径 0.70 mm 抵抗 2.9Ω/m のものを用ひ電熱装置中の電氣抵抗を 12Ω とし抵抗器に依り 3.5A にて 670°C に保てり、温度は豫め熱電對を以て測定し置けり。

(4) 「アゾトメータ」及調速栓

「アゾトメータ」は通常の「マイクロチューマ」用のものにして容量 1.5cc 最小目盛 0.1cc なり。「アゾトメータ」の構造上注意すべき點は最上端即ち零點より直に同一の内徑になり居ることにして、若し此の部分の細きときは「カリ」液の氣泡を除去し得ず測定に困難を來すべし。又「ガス」導入口と「アゾトメータ」との溶接部は直角ならざるべからず。「ラッパ」形は不良なり。(圖 4)



圖 4

調速栓は三方活栓とし一方を眞空「エキシカートル」に「ゴム」管にて連結す。活栓穿孔の兩開口には細長き楔形の溝を作り「ガス」の通過量を微細に調節し得る如くす。

「アゾトメータ」を裝備するには先ず「ガラス」部を重「クロム」酸、硫酸にて洗ひ、水、酒精、「エーテル」にて順次洗滌乾燥す、活栓に「ワセリン」を丁寧に塗り、次に「ピルネ」を「ゴム」管にて「アゾトメータ」の側管に連結す、「ピルネ」より水銀を入れ丁度「ガス」導入口の附根より 0.5cm の高さ迄水銀面が来る如くす。次に調速栓と導入口とを「パラフィン」浸「ゴム」管(長さ 3cm)にて「ガラス」—「ガラス」に取附く。「アゾトメータ」に使用する 50% 苛性「アルカリ」液は局方の苛性「カリ」200g を蒸留水 200cc に溶解し、水酸化「バリウム」5g を粉末にしたるものを加へよく振盪して放置し上澄液を使用す。

(*) 石英管に限らず陶磁管にて十分なり、内徑は燃焼管に一致するものは加熱に依り燃焼管の彎曲したる場合抜取り得ずして不便なり。内徑 15mm—18mm 程度のもを可とす。

III 實驗操作

(1) 檢體の秤量

檢體は粉末と爲し硝子種附小試験管に秤取す其の方法次の如し。檢體秤量管(圖 5)の中を再三綿棒にて拭ひ大體の重量を秤りたる後檢體

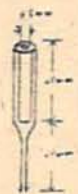


圖 5 「クールマン」(Kuhlman) 社製微量天

秤を使用せり。「アゾトメータ」内に燃焼後發生する窒素は 0.3—0.5cc の場合に於て最も誤差少し、故に檢體量を上述の如く 2—5mg の間に加減す、若し檢體の窒素量 20% 以上なる場合には檢體量を 1.5—2.0mg に減ずるを要す。

(2) 檢體を燃焼管に裝備する方法

燃焼管を「キップ」より外し前回の分析に使用したる固定燃焼管以外の内容物を洗し出し新なる線狀酸化銅を長さ約 14cm の層に充填す、之を垂直の位置に左手にて持ち上部に漏斗を嵌む、又檢體を秤取せる試験管に粉末酸化銅約 1cc を加へ栓をして振盪す、之を左手に持ち手指にて管を廻しつゝ右手親指の爪にて弾き栓に附着せる酸化銅を可及的落し次に左手指にて栓を又右手にて試験管を押へ栓を外し内容物を燃焼管内に洗し込む、試験管には尚酸化銅約 1cc づゝ更に 2 回入れ毎回前同様の操作を繰返し燃焼管内に洗し込む。「グルコース」を添加する場合には秤取せる檢體に略同量の「グルコース」を加へ試験管を廻しつゝ混和し之に粉末酸化銅約 1cc を加へ試験管を振らずに 15° の傾きを以て廻轉しつゝ混和したるものを燃焼管中に注加し第 2 回及第 3 回目は夫々約 1cc の粉末酸化銅にて洗滌す。最後に線狀酸化銅を其の層の厚さ約 1.5cm となる如く加へ細管部の端より短き銅網を入れ固定電熱器に通し燃焼管を架台上に載す、其の位置は先端の細管部を除きたる部分が 30—40mm 架台より外に出る如くす。小銅網は最後に充填せる線狀酸化銅端が網の中央に来る如く置き、又固定電熱器は其の「アゾトメータ」に近き端を架台の端を一致せしむ。

(3) 燃焼管内の炭酸「ガス」置換

燃焼管の入口に「ゴム」栓を緊く差込み、次に「キップ」の導管端を「ゴム」栓に差込む、燃焼管の細

管部と「アゾトメータ」に附したる調速栓とを「パラフィン」浸「ゴム」管にて「ガラス」-「ガラス」に密に連結す、「エキシカートル」を真空にしたるものを「ゴム」管にて調速栓の三方活栓部に連結し「キップ」の活栓を閉ぢ徐々に「エキシカートル」の活栓を開く。次に「エキシカートル」の活栓を閉ぢ徐々に「キップ」の活栓を開く。此の操作を2回繰返す、「アゾトメータ」上の活栓及調速栓を開き炭酸「ガス」を約10秒激しく通じ「ピルネ」に50%苛性「カリ」液を8分目注入し活栓 h_1 を閉ぢ「ピルネ」を上げ「カリ」液を「アゾトメータ」の目盛部一杯に入る、活栓 h_2 を閉ぢ「ピルネ」を下に置き活栓 h_3 を両手にて加減し1秒1泡の速度にて炭酸「ガス」を通ず、此の時燃焼管中に空氣の少量が残存せば小氣泡は規則正しき間隔にて管中を上昇す(圖6甲)若し残存空氣のなくなりたる時は泡は全く

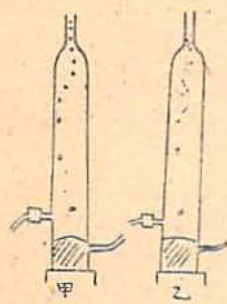


圖 6

消失する筈なるも實際には炭酸「ガス」氣泡が「カリ」液中に出るや否や小さくなりて上昇する爲上昇速度甚だ緩慢となり1泡1泡の間隔一定せず後が先になり或は先が後になり集團的に浮上し行く(圖6乙)斯く1秒1泡の速度にて出づる炭酸「ガス」氣泡が「マイクロプレーゼン」となりたる時は燃焼管中の空氣は全くなくなりたるものと見做して差支なし。

(4) 燃焼法

炭酸「ガス」氣泡が「マイクロプレーゼン」となりたるは「キップ」の活栓 h_1 を閉ぢ h_2 を満開し電熱器に電流を通ず、最初は抵抗器の抵抗を大にし置き次第に電流を3.5Aとす、此の際膨脹に依り出で来る氣泡が「マイクロプレーゼン」たることを再び確む。〔此の際成生せる氣泡は次の操作に移る前除去す〕若し然らざる場合には電流を絶ち再び1秒1泡の速度にて炭酸「ガス」を通じ「マイクロプレーゼン」と爲す、次に小銅下の可動「バーナー」に點火し氣泡が3秒間に2泡の速度を超えざる様注意しつゝ小銅網可動「バーナー」と共に固定「バーナー」の方に近附け行く。此の際氣泡の發生速度は嚴密に守らざるべからず、少し速度大とならば火と網とを少しく後退せしめ遅くなるを待ちて次に進行せしむる様常に注意するを要す。可動「バーナー」が「固定バ

ナー」に接觸する位置迄來たらば調速栓 h_3 を閉ぢ「キップ」の活栓 h_1 を満開し再び h_2 を徐々に開きて氣泡速度が3秒に2泡の間隔になる如く加減す、可動「バーナー」と小銅網とを最初の位置に戻し小銅網を加減移動しつゝ10分間に再び固定「バーナー」に接する迄近附かした、次に可動「バーナー」の火を消す、調速栓を加減し1秒1泡の速度に速め5分後固定「バーナー」の電流を絶つ、斯くして15~25分を經過せば通常「マイクロプレーゼン」となる。「マイクロプレーゼン」になりたるは第一に「ピルネ」を「アゾトメータ」の漏斗狀の部分に掛け活栓 h_2 を閉ぢ「ゴム」栓 g を燃焼管より外し「アゾトメータ」の活栓 h_1 の上部漏斗狀の部分及下端の台を握り氣壓計を裝備せる部屋に運び「アゾトメータ」の活栓 h_1 の上部漏斗狀の所に寒暖計を立てかけ放置す、此の際絶対に目盛部を握らざることを要す。若し目盛部の「カリ」液の表面に氣泡が消えずに残り居りたるは「ピルネ」を下げ其の「ゴム」栓を机上に横たへ、中央部を軽く叩きて液面を急激に振動せしめ消去すべし、少くとも15分放置後活栓 h_2 を開き「ピルネ」の液面と目盛部の液面とを同じ高さとして「ガス」の容積を「ルーベ」にて0.01cc迄目測し同時に温度と氣壓とを記入す〔温度は0.5°C、氣壓は1mm迄測定す〕燃焼開始より「アゾトメータ」中の空素の容積を讀取る迄常法にては50~60分、「グルコース」を添加しなる場合には最初の固定「バーナー」迄の燃焼時間稍長く60~70分なり。

(5) 事後の處理

燃焼管の先端は短き肉厚「ゴム」管製の「キップ」にて閉ぢ管内を常に炭酸「ガス」にて満し放置す。次に再び使用する場合には固定燃焼器以外の酸化銅を管より取出し、前述の如く新なる酸化銅を檢體と共に入る、一度使用したる酸化銅は之を集めて「エッセル」皿に入れ、少くとも10分間灼熱し冷却後筒にかけ線狀と粉末狀との部分に分ちて再び使用す「アゾトメータ」の「ピルネ」には「コルク」栓を爲し漏斗部に掛置く、斯くすれば一度入れたる「カリ」液は少くとも30回の使用に堪ゆ、又長時間使用せざる時は活栓 h_1 を抜取り「カリ」液を出して洗ひ置く。燃焼管は一度裝備するときは破損する迄使用可能にして還元銅變色せば再び水素氣流中に熱し還元すれば可なり。

IV 計 算

「アゾトメータ」に讀取たる窒素容積は 50% 苛性「カリ」液の薄層に覆まれたる部分の見掛けの容積にして尙此の外に「カリ」液の蒸氣壓「ガラス」面に於ける表面張力及炭酸「ガス」に混在し來る微量の空氣に依る誤差を補正するを要す。即ち實際の窒素容積は讀取たる窒素容積より其の 2% を差引たるものなり。斯くして得たる窒素容積, 温度, 氣壓の各測定値より次式に依り檢體中の窒素量 N(%) を求む。

$$\log N(\%) = \log V + \log t + (1 - \log S)$$

V: 「アゾトメータ」にて讀取たる窒素の容積より其の 2% を引きたる數 (cc)

t: 測定したる温度及氣壓に於ける窒素 1cc 質量 (mg)

S: 檢體量 (mg)

例 「チフェニルウレア」理論 N(%) : 13.21

$$V = 0.884cc \quad (31.5^\circ C: 759mmHg)$$

$$S = 3.231mg$$

$$\log V \quad 58433$$

$$\log t \quad 04901$$

$$1 - \log S \quad 49066$$

$$\log N \quad 1.12400 \quad N(\%) \quad 13.30$$

V 實驗成績

各種爆薬に付「グルコース」を添加せざる常法に依る場合と「グルコース」を添加したる本法に依る場合との比較實驗を行ひ、次の如き實驗成績を得たり、結果はすべて三回の平均値なり。

尙使用したる「グルコース」は通常の化學用純品にして其の數 mg を採り白試驗を行ひたるに「アゾトメータ」中に發生したる瓦斯の容積は 0.007cc 程度なり、之は炭酸「ガス」中の空氣及酸化銅の吸着に因る誤差にして補正值 2% 中に含まるものなり。⁽¹⁰⁾ 本法に依る測定所要時間は檢體の秤量より「アゾトメータ」中の窒素容積を讀取る迄 110~120 分にして「ネルダー」法が其の測定に長時間を要するのと比較し本法は其の測定時間を極めて短縮し得たるものなり。

物質名	理論 N %	グルコース添加	N (%)	△ (%)
1,5-チエトロナフタリン	12.84	無添	12.75 12.83	±0.12 ±0.06
トリニトロトリクロルペンゼール	13.28	無添	13.13 13.25	±0.25 ±0.02
2,4-ジニトロトリオール	15.38	無添	15.25 15.35	±0.09 ±0.02

トリニトロクロルペンゼール	16.97	無添	16.97 16.95	±0.18 ±0.01
トリニトロレゾルシン	17.14	無添	17.02 17.11	±0.13 ±0.01
トリニトロアニール	17.28	無添	17.09 17.21	±0.09 ±0.03
トリニトロクレゾール	17.28	無添	17.19 17.19	±0.04 ±0.04
トリニトロキシロール	17.42	無添	17.52 17.37	±0.04 ±0.03
ベントリット	17.72	無添	17.68 17.64	±0.09 ±0.07
テトラニトロナフタリン	18.18	無添	18.09 18.14	±0.10 ±0.01
ピタリン酸	18.24	無添	18.32 18.28	±0.24 ±0.01
ヘキサニトロチフェニルジフイド	18.43	無添	18.36 18.35	±0.17 ±0.01
トリニトロトルオール	18.50	無添	18.45 18.47	±0.14 ±0.02
トリニトロベンゼール	19.72	無添	19.59 19.71	±0.07 ±0.01
ヘキサニトロチフェニルアミン	22.33	無添	22.16 22.38	±0.37 ±0.03
ピタリン酸アンモン	22.77	無添	22.71 22.77	±0.11 ±0.01
ピタリン酸アンモン(不純試料)		添	22.60	±0.02
テトリール	24.39	無添	24.45 24.30	±0.27 ±0.01
テトラニトロアニリン	25.64	無添	25.71 25.61	±0.24 ±0.02
ヘキサゾゲン	37.84	無添	37.58 37.77	±0.12 ±0.03
硝酸メアニデン	45.89	無添	45.93 45.85	±0.24 ±0.07

VI 結論

「ミクロデュマ」法に依る爆薬類の窒素定量に當りて常法に依りて實驗するときは燃焼操作を特に注意して行ひ氣流速度を極力調節するも其の分解急激なる爲窒素測定値は一般に「バラツキ」を生ず、然るに緩燃劑として檢體に「グルコース」を添加する本改良法に依るときは燃焼徐々に行はるゝ爲常に誤差少くよく一致したる値を示せり。以上の實驗に於て各分析値を總括すれば第七圖の如き誤差曲線を得。第七圖に於ては誤差 (4%) を横軸に各實驗に於ける誤差回数を縦軸に取りて表せり、點線は常法、實線は改良法に依りて得たる値にして本改良法に依る確率誤差は甚だ少く ±0.05% 以下なることを知る、即ち誤差曲線に於て常法及改良法の間には明瞭

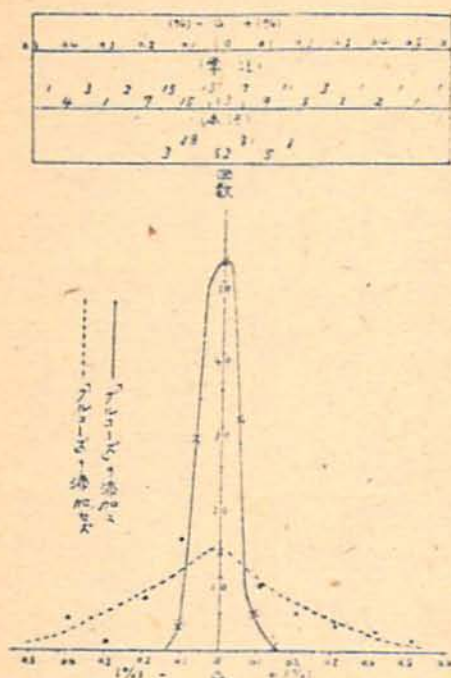


圖 7

なる優劣の差を認められ檢體に「グルコース」を添加することに依り各種爆薬の窒素量を $\pm 0.05\%$ 以下の誤差を以て正確に分析し得ることを確め得たり。

各種爆薬に付其の實驗成績を吟味せば次の如し。

(1) 「トリニトロクロールベンゾール」(N=16.97%), 「トリニトロアニソール」(N=17.28%), 「トリニトロクレゾール」(N=17.28%), 「トリニトロキシロール」(N=17.42%), 「ピクリン」酸 (N=18.34%), 「トリニトロトルオール」(N=18.50%), 「トリニトロベンゾール」(N=19.72%), 「テトラニトロナフタリン」(N=18.18%), 「ヘキサニトロチフェニルゾルフィド」(N=18.43%), 等の窒素定量に在りては常法に依るときは平均誤差約 $\pm 0.13\%$ なるに對し本法に依るときは平均誤差 $\pm 0.05\%$ 以下にして更に正確なる値を得たり。

(2) 「ピクリン」酸「アンモン」(N=22.77%), 「テトラニトロアニリン」(N=25.64%), 「テトリール」(N=24.23%), 「ヘキシル」(N=22.33%), 「ヘキソゲン」(N=37.84%), の如き高窒素量の物質に對しては常法と本法との優劣は明瞭にして本法は常に良好なる成績を示せり。

(3) 「ペントリット」(N=17.72%) の如く窒素

が「ニトロ」基に非ずして硝酸「エステル」の形に結合せるものは常法本法共に良好なる成績を示せり又之は硝酸「ジアニデン」(N=45.89%) に付ても同様はり。

(4) 窒素含有量少き物質例へば「チニトロナフタリン」(N=12.84%), 「チニトロトルオール」(N=15.38%), 等に於ては常法、本法共に分析値はよく一致したり。

(5) 純粹の「ピクリン」酸「アンモン」に本改良法を適用したる場合は良好なる成績を収めたるに他の試料に於ては其の窒素量は理論値より甚だ少き値を得たり、之は不純なる「ピクリン」酸「アンモン」を用ひたる爲にして此の場合に於ても尙二回の分析値は互に接近せるを見る。

斯くの如く本改良法は一般爆薬の窒素定量法として十分に正確なる測定値を與へ得るものにして各種爆薬の純度の測定、未知爆薬の確認等に際して十分實用し得るものと認む。

終りに本研究に對し終始御鞭撻を賜りたる千歳工學博士及北川理學博士に厚く感謝す。

文 獻

- (1) Z. Grewe: Z. Phys. Chemie., 242 (1936) 89.
R. T. Milner, M. S. Sherman: Ind. Eng. Chem., Anal. Ed. 8 (1936), 331
A. Windans, R-Tschesche, Ruhkopf: Wochschr. Ges. Wiss. Göttingen III Chem., 22 (1932), 342.
O. Wintersteiner, R. R. Williams, A. E. Ruchle: J. Amer. chem. Soc., 57 (1935), 517.
- (2) J. R. Spies, T. H. Harris: Ind. Eng. Chem., Anal. Ed. 9 (1937), 304.
- (3) D. F. Hayman, S. Adler: Ind. Eng. Chem., Anal. Ed. 9 (1937), 197.
- (4) F. Bock, K. Beaucourt: Mikrochemie, 6 (1923), 69.
- (5) 一例を舉ぐ
炭酸「ガス」發生器
(i) 「キップ」の改良型
F. Pregl, H. Rotn: Die quantitative Organische Mikroanalyse, 4 Auflage (1935).
O. R. Trautz, J. B. Niederl: Ind. Eng. Chem., Anal. Ed. 3 (1931), 151.
(ii) 「マダネサイト」を用ふる法

- W. S. Ide: *Ind. Eng. chem., Anal. Ed.* 8 (1936), 56.
- (iii) 重炭酸「カリ」, 硫酸を用ふる法
E. J. Poth: *Ind. Eng. chem., Anal. Ed.* 3 (1931), 202.
H. Reihlen: *Ber.* 72 (1939), 112.
- (iv) 固體炭酸を用ふる法
E. B. Herechberg, G. W. Wellwood: *Ind. Eng. chem., Anal. Ed.* 9 (1937), 303
- 〔ガスメータ〕
J. B. Niederl, V. Niederl: *Micromethods of quantitative organic elementary analysis* (1938).
R. T. Milnor, M. C. Sherman: *Ind. Eng. chem., Anal. Ed.* 8 (1936), 331.
- (6) S. Netelson, S. S. Brodie, E. B. Conner: *Ind. Eng. chem., Anal. Ed.* 10 (1939), 609
H. Gygel: *Helv.*, 22 (1939), 1033.
- (7) R. T. Milner, M. S. Sherman: *Ind. Eng. chem., Anal. Ed.* 8 (1936), 331.
- (8) 落合, 津田氏共著, 91 頁
O. R. Trautz: *Mikro-Chemie* 9 (1931), 300; *Ind. Eng. Chem., Anal. Ed.* 3 (1931), 151.
- (9) Küster: *Logarithmischen Rechentafeln*. 第7表, 131 頁
四方, 下澤共著, 理化学恒数表附對数表, 80~91頁, 落合, 津田, 共著: 附録第一表
- (10) O. R. Trautz, J. B. Niederl: *Ind. Eng. Chem., Anal. Ed.* 3 (1931), 151.

低ニトログリセリンダイナマイト

(萩ダイナマイト)に就て(第三報)

(爆發生成ガス中の一酸化炭素量)

(昭和19年9月20日受理)

會員 須藤 秀治*

出繩 達之助

西原 永根

I 緒 言

本報告は低ニトログリセリン爆薬萩ダイナマイトに関する研究第三報であつて, 主としてこの爆薬の爆發生成ガスの状況及これが作業員に影響を及ぼす一酸化炭素につき実験を行つたものである。

萩ダイナマイトが鑛山に實用されて以來この爆發瓦斯による中毒者を出した報告があり, 又日立鑛山

採鑛課の實驗に依れば, 桐ダイナマイトに比し萩ダイナマイトは相當量の一酸化炭素を發生するとの事である。即ち萩ダイナマイトの40~45l/kg 桐ダイナマイトは7.0l/kg の一酸化炭素を發生する。

併し筆者は萩ダイナマイトの實用試験に際し爆發後直ちに爆發箇所に行き其の破壊結果を検して居るがナフタリンの微粒子に依り咽喉及び眼の刺激は強く感じたが一酸化炭素の吸入に依る障害は受けた事がない。

- 1) 須藤等; 低ニトログリセリンダイナマイトに就て(萩ダイナマイト第一報)本誌 5, 2
須藤等; 萩ダイナマイトの實用威力に就て(萩ダイナマイト第二報)本誌 6, 16-20
- 2) 朝鮮總督府警務局への朝鮮名道警察部よりの報告に依る

- 3) 日立鑛山採鑛課; 萩ダイナマイト爆發ガスの試験報告(昭和18年8月)
日立鑛山採鑛課; 萩ダイナマイトの實用試験に就て(昭和18年11月)

* 京城帝國大學理工學部熱工學研究室