

(茲に θ は Bragg 角, λ は用いた X 線の波長 (1537.4), b は装置に特有な廻析線の幅の最小値である) にて b を略し, 結晶粒子径 D を求めたるに上表の最後の行の如くである。

4) 比較考察

以上の如く A.B.C. 3 種の試料は顯微鏡的觀察では大いに粒度が異なるにもかかわらず, X 線分析では略等しい結果となつた。試料 C に就いては兩方法の結果が略一致している。これが試料 A 及び B の粒子の基本結晶體であるとも考えられる。更に最近の電子顯微鏡觀察と X 線分析との測定比較のの例⁹⁾を併せ考察を試みたが詳細は省略する。要するに試料 C の如き超微細粒子の粒度測定には電子顯微鏡と X 線廻析の併用が有効であり, 粉體粒子の微細構造を考慮する必要があると思う。

電子顯微鏡寫眞は島津製作所及び日立中央研究所, X 線寫眞は當所平田研究室に依頼した。各位の御厚意に感謝する。

文 献

- 1) L. S. Birks & H. Friedman: J. App. Phy. **17** (1946) 687
J. T. McCartney & R. B. Anderson: ibid **18** (1947) 902.
鯉島, 赤松等: 膠質學の展望 **1** (1948) 270 等
(昭和 24 年 2 月 23 日 受理)

超微粉體に関する膠質學的研究

(第 2 報) 超微細沈降性鹽類の生成反應

Colloid-chemical Studies on the Formation of Ultrafine Powder

(II) Formation of Ultrafine Precipitate of Salt

水 渡 英 二・荒 川 正 文

Eiji Suito and Masafumi Arakawa

超微細沈降性鹽類の生成反應の第一例として超微細炭酸カルシウムの生成反應を研究した。超微細炭酸カルシウムの生成に就いては從來二三の文献があるのみである。例へば炭酸加里と醋酸カルシウムとの溶液から卵白の添加により生じた沈澱をアルコールで洗滌して得た報告¹⁾ 稀薄炭酸アンモニウム溶液と稀薄鹽化カルシウム溶液とを室温で (15~29°C) 反應させて $\mu\text{-CaCO}_3$ 又は Vaterite と思われる膠質沈澱を得た報告²⁾ 等がある。以上の如く從來得られた超微細炭酸カルシウムは總て實驗室的操作によるもので, これを工業的に行うには多くの困難を伴う。本實驗では成可く工業的に即した反應即ち本邦の天然資源として多く存在する石灰石

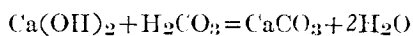
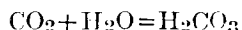
を焼成して生じた生石灰の消化により得られた石灰乳液と、焼成の際発生する炭酸ガスとの反応により超微細炭酸カルシウムを生成し、併せて超微細鹽生成の基礎條件を探らんとするものである。しかして流動法を用ひ炭酸ガスの濃度、水酸化カルシウム膠質液の濃度及び反應溫度の3條件を種々變化して反應せしめ、生成する炭酸カルシウム結晶の大きさ、形狀性質を調べた。

實 驗 装 置 及 び 方 法

恒溫槽中に置いた長型ビーカー内に一定濃度の $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 膠質液 500cc を入れる。瓦斯溜にて空氣により一定濃度に薄められた CO_2 瓦斯を洗滌瓶、流速計を経て恒溫槽中の蛇管を通し豫め一定溫度として前記 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 膠質液中へ噴出反應せしめる。流速は1分間1立とした。反應容器中には甘汞電極及びアンチモン電極を挿入し pH の變化を時間的に記録した。

反 應 曲 線 に 就 い て

水酸化カルシウムの溶解度は 15°C にて約 0.17% であり、これ以上の濃度では過剰の $\text{Ca}(\text{OH})_2$ が固體(膠質狀態)として浮遊している。かかる膠質液の pH は約 11.8 である。これに CO_2 瓦斯を通すると水に溶解して炭酸となり液相中の $\text{Ca}(\text{OH})_2$ と反應して CaCO_3 を生ずる。



しかし直ちに過剰の $\text{Ca}(\text{OH})_2$ が溶解してくるから pH は 11.8 の儘變化しない。過剰の浮遊している $\text{Ca}(\text{OH})_2$ がなくなり、溶解した $\text{Ca}(\text{OH})_2$ のみとなれば、これと H_2CO_3 との反應により pH は低下し、上記反應が完結すれば pH 6 附近で一定となる。従つて反應の pH-時間曲線を書けばかかることを示す曲線となる。一方ビーカーの代りに Dewar 瓶を用いて斷熱的に行つた實驗から溫度-時間曲線を取るに略一定速度で溫度上昇が見られ、零次反應と思われる。しかして反應終結點は曲線 I 及び II でよく一致する。

實 驗 結 果

以上種々の條件に於ける反應の pH-時間曲線を求め、その曲線が pH 7 (中和點) を切る點を反應終結時間として各種の條件と反應時間を求めた主な結果は次の如くである。

1) 水酸化カルシウム膠質液の濃度と反應時間

$\text{Ca}(\text{OH})_2$ 濃度を増加すると略比例的に反應時間は長くなる。このことは種々の溫度に就いて云える。一例(30°C)は次の如くである。

Ca(OH) ₂ の濃度(%)	飽和(0.2)	5	10	15	20
反 應 時 間 (分)	4	50	85	125	175

2) 炭酸ガスの濃度と反應時間

炭酸ガスの濃度が増加すると反應時間は急激に減少するが、30%以上ではその差が極めて少い。30%以上では未反應のまま空氣中に放出されるものが多くなると思われる。

3) 反應溫度と反應時間

$\text{Ca}(\text{OH})_2$ の飽和溶液に就いては温度上昇と共に反應時間は減少する。 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 膠質液に就いては 10°C にて反應時間の極小 30°C にて極大のあることが示された。

この理由は CO_2 , $\text{Ca}(\text{OH})_2$, CaCO_3 の水に對する溶解度の温度關係より考察すべき問題であるが詳細は省略する。尙生成せる結晶粒子に就いては一定の反應條件により前報の如き代表的な3種のものの他に尙數種の異つたものが出来るのであるが、これらの關係に關しては次の機會に報告する。

文 献

1) Biitschli : Abhand. Akad. Gott.; 1909. 4. 3.

2) 野田稻吉：工化，37（昭9）729

（昭和24年2月23日受理）

粉體發火現象の研究

第3報 石炭其の他有機物質粉煙の發火限界曲線に就いて

Powder Explosion.

(III) Inflammation Limits of Various Powders

後藤康平・水渡英二・瀧 鯉二

Rempei Goto, Eiji Suito and Koiji Taki

I. 結 言

第2報に於て發表せる噴射試験法を用いて石炭、小麥粉類、有機藥品類の代表的物質に就いて發火限界曲線を求め其の發火性を比較した。又粒度及び粉體濕度の發火性に及ぼす影響を試験した。

II. 實 驗 操 作

1. 試料 後に述べる各物質を豫め乳鉢又はボットミルで粉碎後 Tyler 標準篩で篩別して用いた。

2. 實驗裝置 硝子製の噴出器に一定量を取り一定壓力の空氣流に依り噴出し粉煙を形成せしめた。而して噴出口より種々の距離に點火源を置き發火の有無を検した。點火源としては焰（高さ5cm）を使用した。（粉體及び粉末冶金，第2卷87頁參照）

3. 發火限界曲線の決定方法 a（試料の瓦数）及びd（噴出口と點火源との距離）を種々變えて發火の有無を検し，a，dを軸として圖示すれば發火限界曲線が得られる。