

煙草莖の利用に關する研究(第二報)

教授 農學博士 吉村清尚

農學得業士 福谷君貞

農學得業士 森田隆一

本研究は福谷及森田兩得業士が鹿兒島化學研究所に於て親しく實驗せる成績を録せるものなれども便宜上曩に發表せる煙草莖の利用に關する研究(本報告第三號)の第二報として公にすることとせり。

第三 重炭酸加里及び純炭酸加里的製造

前條の方法によりて製造したる炭酸加里は炭酸加里の外、鹽化加里、珪酸加里、磷酸加里及び炭酸曹達等多少の夾雜物を含有し未だ純粹なる者にあらず。従つて、化學用醫藥用、或は特に化學的純粹なる加里鹽類の製造原料に供せんとするには、尙ほ不適當なるを以て、更に夾雜物を除去し純品となすを要す。而して、炭酸加里は其性極めて水に溶解し易く、結晶法によりては之れに混在する他の鹽類より分別すること能はざるを以て、化學的純粹なる炭酸加里を製するには、先づ可及的精製に便なる加里鹽類を製出し、それを分解して再び炭酸加里に變ぜしむ

るものとす。この目的に副へる製造法には種々あるべしと雖も、炭酸加里に炭酸瓦斯を吸収せしめて重炭酸加里を製造し、後者を熱灼して再び炭酸加里に化生せしむる法は、他の何れの方法よりも簡單にして、亦大規模の製造にも適するものなり。蓋し重炭酸加里は其性炭酸加里よりも遙に水に溶解し難きが故に結晶及び洗滌によりて、他の夾雜物を除去するを得べく、且又精製せられたる重炭酸加里は單に注意して熱灼するのみにて容易に純炭酸加里となすを得べければなり。余輩は同法により工業的に重炭酸加里の精製を試み聊か得る所あり。左にこれが大要を述べし。

(一) 原料炭酸加里

重炭酸加里の原料として用ふべき炭酸加里は可成的不純物少き良質ものを選び、普通九〇%以上の純度を有する炭酸加里を使用す。其の組成は概ね左の如し。

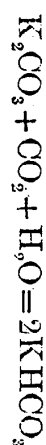
炭酸加里	九〇乃至九五%
炭酸曹達	三乃至七%
鹽化加里	一乃至三%
珪酸加里	少量
磷酸加里	痕跡
其他の不純物	痕跡

されば炭酸加里の不純なる者は、更に之を精製して純良となすにあらざれば、重炭酸加里製造の原料として使用し難し。但し夾雜物中曹達鹽類及び鹽化物は豫め可成的之を除去し置く

要す。

(二) 重炭酸加里の製法

炭酸加里に適量の水分を吸収せしめたるもの、或はその濃厚なる水溶液を密閉器中に容れ之に炭酸瓦斯を通ずれば、恰も炭酸加里に含有せると同量の炭酸を吸収して、重炭酸加里に轉化するものなり。その化學反應左の如し。



(イ)炭酸加里の濃厚溶液に炭酸瓦斯を通ずる場合

炭酸加里一分水三分の割合にて製したる濃厚溶液(ボーマー三四度内外)を密閉器中に容れ、溶液を絶えず攪拌しつゝ之に炭酸瓦斯を通ずれば重炭酸加里を生じ其の一部は溶液中より結晶析出するものなり。而して最初は炭酸の吸収頗る活潑に行はるれども炭酸の飽和度近くに從ひ空しく溶液中より遁散する炭酸の量次第に増加すると同時に茲に化生したる重炭酸加里が導氣管の開口に於て結晶し、爲に導氣管壅閉せられ瓦斯の通路を斷つこと屢これあり。是を以て瓦斯導通槽には必ず攪拌器を備へ之を廻轉して溶液を絶えず攪拌混動し以て炭酸の吸収を速かならしむると共に重炭酸加里の結晶に依りて導氣管の壅閉を防ぐこと肝要なり。尙ほ導氣管を溶液中に挿入するに、四五寸より深からしめず、又適當なる所に掃除口を設け作業の前後に當り管内に刷子を挿入して重炭酸加里の結晶を除去するを要す。斯くして時々溶液の少量を試験管に採り之に硫酸マグネシウム溶液を加へ毫も白色沈澱を生ぜず(白色の沈澱を生ずる間は炭酸加里を含有す)、又昇汞水を加へ白色の沈澱を生ず(沈澱褐

色又は類褐色を呈する時は、尙炭酸加里の存在を示すに至れば炭酸飽充して、重炭酸加里の化生十分なるを示すを以て茲に炭酸瓦斯の導通を中止す。然れ共實際に於ては斯くの如き程度に至る迄炭酸を飽充するは甚だ困難なるを以て適當なる時期に於て炭酸瓦斯の導通を止め、溶液より重炭酸加里の結晶を採取したる後、其殘液に再び炭酸瓦斯を通ずるを得策とす。

(ロ)粉末態の炭酸加里に炭酸瓦斯を通ずる場合

粉末態の炭酸加里に炭酸瓦斯 CO_2 が炭酸 CO_2/OH に變化するに必要量の水を灌注し良く混和して此を布張りの圓框上に薄く擴布し、この圓框數段をば冷水を滿せる濶大なる桶深さ一尺内外内に据付けたる高さ四尺五寸、直徑二尺五寸の三角架臺に架し、之を覆ふに吊鐘型の深き鐵葉板タンクを以てし、桶底より挿入したる導氣管と炭酸瓦斯發生機の通氣管とを連結すれば、炭酸瓦斯は先づ下層の框上にゐる炭酸加里に吸収せられ漸次タンク内の空氣を驅逐して上層に昇る。斯してタンク内に炭酸瓦斯充滿せば、タンクの上部に設けたる小孔より瓦斯漏出するに至るを以て、直ちに小孔を密閉して徐に炭酸瓦斯を通ずべし。最初炭酸の吸收激甚なる間は溫度上昇して、一旦化生したる重炭酸加里もこの熱に因り再び分解して炭酸加里に復歸する憂あるを以て、タンクの外面を冷却し、又タンクの大さを必要以上に大ならしめざるを可とす。本實驗に於て使用せし容器は、原料炭酸加里凡そ百封度を收容するを程度とし、直徑二尺七寸、高五尺内外となせり。

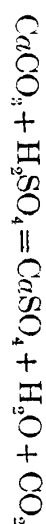
斯くして、タンクの外面に手を觸るゝも毫も溫熱あるを感じず、試に導氣管の活栓を閉ぢて暫時放置するも、タンク面の陷沒することなきに至れば、原料の炭酸吸収は略靜止したるものと

知るべく、尙ほ現物に就きては前記の方法により重炭酸加里の生成十分なるや否やを試験すべし。

前述の如く、重炭酸加里の製造法には、炭酸加里の溶液を用ふると、粉末態に於てするとの二法ありと雖も各得失あり。即ち、前者は炭酸加里溶液中炭酸の飽和度近くに従ひ、強壓を加ふるも十分に炭酸を吸収せしむること能はず、又重炭酸加里の結晶を析出するに依り導氣管口を閉塞して作業中止の止むなきに至ることあるは前述の如し。後者は、かゝる憂なけれども原料の容器を要すること多く従つて作業煩雜なるを以て炭酸瓦斯の損失を來すこと多き缺點あり。されど、炭酸加里を製造し、これより重炭酸加里をも製造する場合には此等二法を並用するを寧ろ得策なりとす。然るときは炭酸加里溶液は、ボーラー五十度以上の濃厚溶液を直接採用し得べく粉末製炭酸加里は水を灌注する代りに無水炭酸加里に約其の半量に相當する結晶炭酸加里を混和すれば足れり。而して炭酸瓦斯は先づ炭酸加里の溶液中を通過し、次に粉末に通すべきなり。

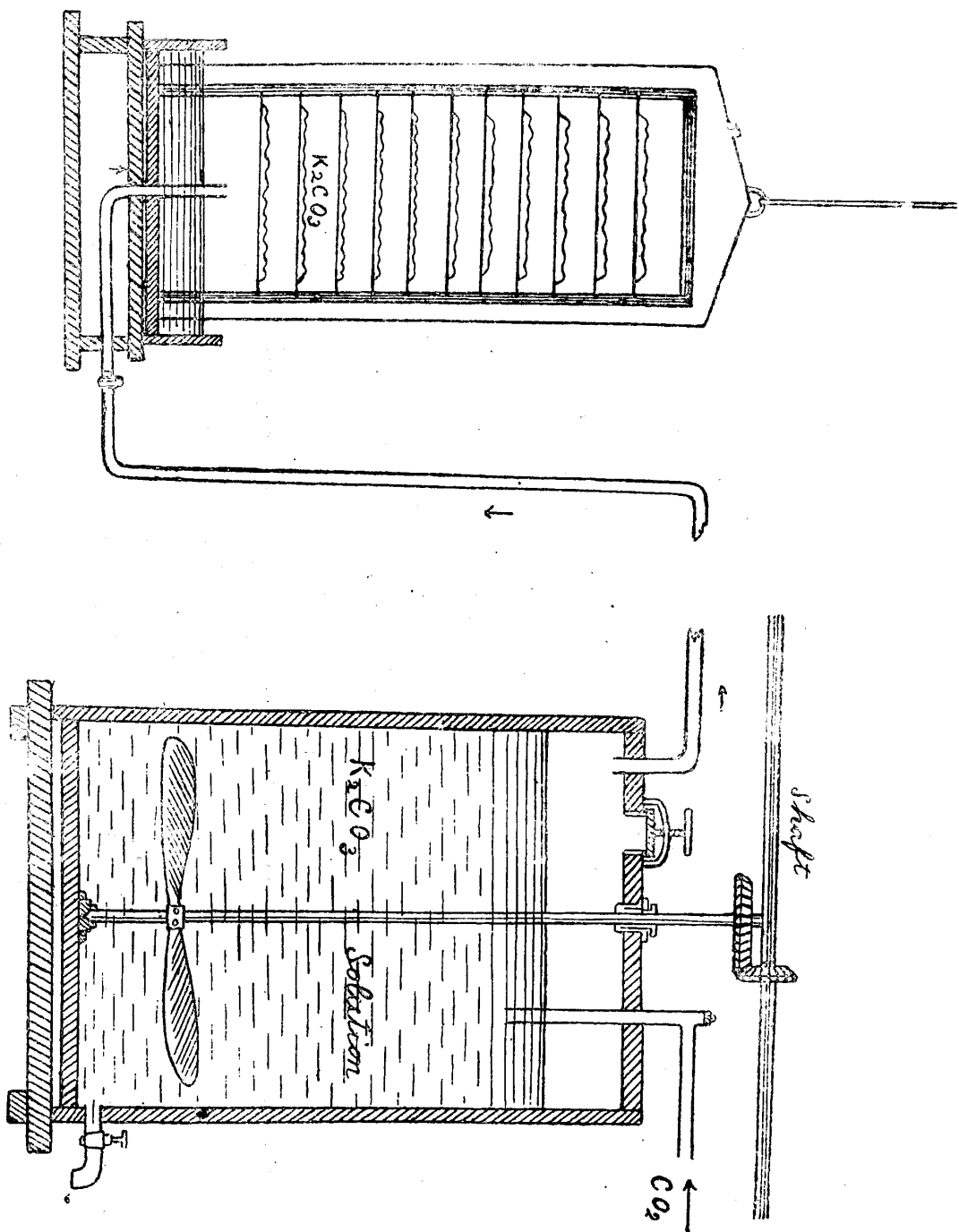
(ハ)炭酸瓦斯發生裝置

工業的に多量の炭酸瓦斯を發生せしむる方法には種々ありと雖、石灰石粉末(炭酸石灰)に硫酸を灌注し、炭酸瓦斯を發生せしむる方法は、最も合理的なるを以て、余輩はこの方法を用ひたり。



蓋し石灰石粉に硫酸を注げば炭酸瓦斯を發生すれども一方には硫酸石灰を生じ、この硫酸石灰は石灰石粒子の表面に薄膜となりて密着し硫酸の炭酸石灰に對する化學作用を防止するに

重碳酸加里製造裝置



至るを以て、豫め石灰石粉には水を加へて乳狀となし絶えず攪拌すればかゝる憂なく硫酸の作用を完全ならしむるを得べし。

此の目的にて使用せらるる器械中には、ラーリー式炭酸瓦斯發生機を最も便利なりとす。本機は直徑二尺、高三尺の内面に鉛を着せたる鑄鐵製圓筒を主要部とし中央を貫きて攪拌器を有す。今圓筒内に水を混和したる石灰石粉を中ば投入し、不斷動力に依り攪拌器を廻轉しつつこれに硫酸を徐々に注入すれば炭酸瓦斯を發生すべし。茲に發生したる炭酸瓦斯は、稍不純なるを以て、洗滌瓶を通過せしめて清洗したる後これを瓦斯溜又は直接炭酸加里溶液中に送入するものとす。

(三) 重炭酸加里の精製

重炭酸加里精製の容易ならざる所以は本品は熱に逢へば容易に分解して再び炭酸加里に復歸する傾向あるに由るなり。されば原料品の溶解又は溶液の蒸發には可成的低溫度に於てし、決して七十乃至八十度より越えざらしむるを要す。此の目的に應じて精製を行ふには内面珐瑯引の鍋にて水を溫め、八十度に達したる後炭酸を十分吸收したる粗製重炭酸加里を投入し棒にて激しく攪拌してその溶解を促し飽和度に達す(ボーメー三六度)れば、右操作の爲め一旦低下したる溫度をば再び八十度迄上昇せしめ速かに濾袋に移して、溫所に於て冷却せざる内に吸引濾過し清澄となりたる濾液を放冷すれば重炭酸加里の結晶を析出す。然ども濾過するに當り、長時間を要して溶液冷却すれば濾袋面に重炭酸加里の結晶を析出し濾過容易ならざることあり。されば溶液を濾過するとなき飽和度に達せざる間に沈澱壺に汲移し靜

置して其の清淨となりたる上澄液を採取し蒸發して飽和度に達せしむるを便なりとす。斯くして濾渣又は沈澱物には尙ほ一二回溫湯を灌注して善く洗滌し、茲に得たる稀薄液は次回の新鮮原料溶解用に供すべし。粗製重炭酸加里の一分は八十度の溫湯、一五分に溶解して飽和溶液となれども、此際多量の遊離珪酸を生成し、且又溶解液少しく冷却すれば直に結晶を析出し、爲に濾過をして甚だ困難ならしむるものなり。されば、余輩は沈澱法の寧ろ便なるを知り溶解の際、多量に析出する遊離珪酸をば、溶解液の放冷沈澱することに依り、殆んど全く除去するを得たり。又重炭酸加里溶解の際發生する炭酸(H_2CO_3)は容器を侵蝕し易きを以て、溶解には珐瑯鍋又は陶器を用ふるを可とす。斯くして透明となりたる熱飽和溶液は、陶製結晶器に容れ冷所に放置すれば、漸次重炭酸加里の結晶を析出するを以て、十分洗滌し、クロールの冷却せば、先づ母液を汲み採り、結晶を採取し、善く母液を分離して、尙ほ二三回清水にて結晶を反應を呈せざるに至れば殆んど純良なる重炭酸加里を得べし。母液は再び珐瑯鍋に移し、八十度以下の溫度にて蒸發すれば、數時間の後には飽和度に達し液面に結晶膜を生ずるに至るを以て此際結晶器に移して放冷すれば重炭酸加里の結晶を生ずべく、反覆して順次重炭酸加里の結晶を採取するものとす。最初に得たる重炭酸加里の結晶は單に母液を分離し、少量の蒸餾水を灌注するのみにて純良となれども、再三重炭酸加里の結晶を分離したる後の母液は炭酸の遁散に因りて生じたる炭酸加里の外、鹽化物・磷酸鹽鐵及び溶液中より遊離せる珪酸等増加するを以て、この母液より採取したる重炭酸加里の結晶も不純にして決して洗滌のみによりて、此等夾雜物の總てを分離し得るものにあらず。故に此等の結晶は純良なる母液又は

結晶の洗滌液に溶解して再結晶を行ふに若かず。かくて純良なる結晶は、清潔なる木棉布に包み、乾燥室に移し低温度にて乾燥せしむべし。乾燥中餘り高温に過ぎ又は乾燥長時間に互る時は、一部炭酸を失ひて中性鹽に變化する恐あり。

今重炭酸加里の精製に當りて、注意すべき要點を摘記すれば左の如し。

(イ)粗製重炭酸加里の溶解及び溶液の蒸發には、その温度をして八十度を越えしむべからず。

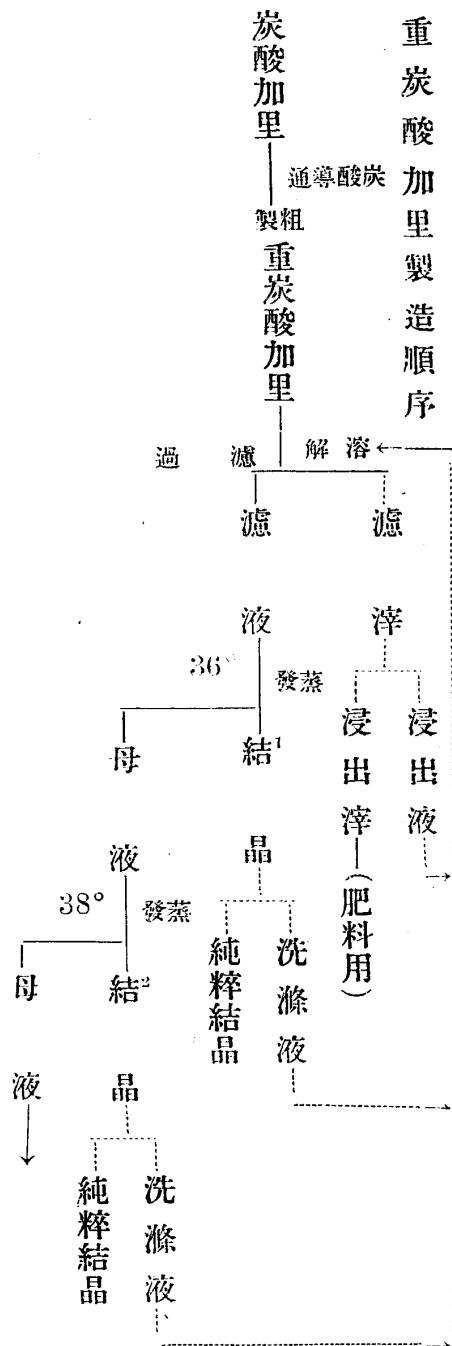
(ロ)重炭酸加里の溶解の蒸發には、珐瑯鍋又は陶器を用ふべし。

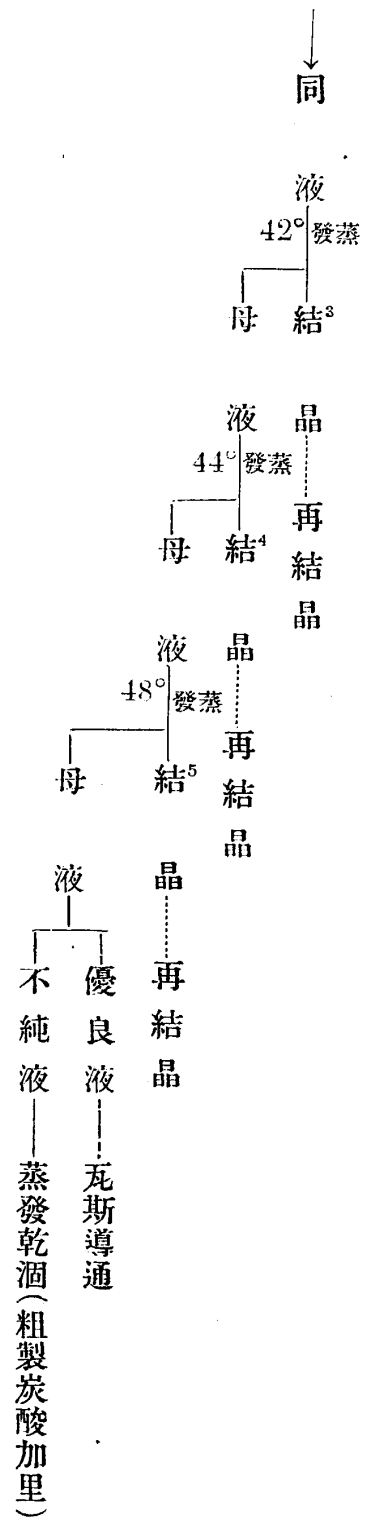
(ハ)重炭酸加里溶液の蒸發には、低温を用ふべきを以て、蒸發を速かならしめんが爲め蒸發鍋に攪拌器を具へ、常に溶液を攪拌するを要す。

(ニ)結晶器は總て陶製にして、耐熱の六斗入甕を用ふるを可とす。

(ホ)重炭酸加里の精製工場は炭酸瓦斯發生室と區劃し、常に清潔に保ち埃塵煤煙等の飛散することなき様注意するを要す。

重炭酸加里製造順序





粗製重炭酸加里八〇貫を溶解し、精製を行ひたるに結晶の採取量次の如し。

種 別	熱時比重	不純結晶	精製結晶
第一號結晶	三六度 ^(ボイム)	二四・四〇〇 ^{pt}	二〇・四〇〇 ^{pt}
第二號結晶	三八度	一五・二〇〇	一一・五〇〇
第三號結晶	四二度	八・一〇〇	八・一〇〇
第四號結晶	四四度	四・三〇〇	四・〇〇〇
合 計		五二・〇〇〇	四〇・〇〇〇
原料に對する百分率		六五・五%	五〇・〇%

重炭酸加里試驗法

性狀。重炭酸加里は、無色稜柱狀の無水結晶にして、大氣中に於て潮解することなく、弱鹽味を有し、熱に逢へば、水の外に炭酸の等量を失ひて中性の炭酸加里に變ず。

試驗。本品は乾燥無色透明の結晶にして、四分の水には、徐々に透明に溶解し、弱アルカリ性の

反應を徴し、純アルコールに溶解せず。(日本藥局方參照)

本品の水溶液(二)に、硝酸を加へて酸性となしたるものは硝酸銀液を加ふるも蛋白石濁を起すに過ぎず(鹽化物を検す)。又硝酸バリウム溶液並に硫化水素水を和するも變化せず(硫酸及金屬を検す)。

同上の水溶液二〇蚝は、稀鹽酸を加へて酸性となしたる後、黃色血鹵鹽溶液〇・五蚝によりて藍色を呈すべからず(鐵を検す)。

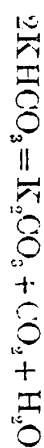
本品を熾灼するに百分に就き、六九〇三分の固形物を殘留す。その際黑色を呈すべからず(純度及有機物を檢す)。

本品を白金線環に附して、無色焰中に熱するに、永く黃色を現はすべからず(曹達を検す)。以上の試験に合格すべき重炭酸加里は化學的純粹と見做し得べく、日本藥局方にも適合すべき精製品なり。

右の試験中、クロール及び鐵の反應には特に注意すべし。此等不純物は原料用水並に製造器具より混入し來る機會多ければなり。

(四) 純炭酸加里の製造法並に其試験法

化學的純粹なる重炭酸加里を銀鍋又は良く磨きたる平底の鐵鍋に容れ、長柄の匙にて攪拌しつゝ、文火を用ひて爆聲の絶ゆるまで熱すれば、左の化學變化に由り炭酸加里を生ず。



この化學方程式に依れば重炭酸加里百分より炭酸加里六九分を得ることとなり、實驗の結果

六八分となりしは、重炭酸加里稍濕氣を有せし爲なるべし。重炭酸加里より製造したる炭酸加里は尙ほそれに類する結晶形を保ち純白色なり。其性極めて潮解し易きを以て、直ちに清潔なる鐵葉板製の器物に納め密閉して貯ふべし。

大規模の製造の場合には、重炭酸加里的分解によりて發散する炭酸瓦斯の量亦著大なるを以て、此が利用を講ずべきは勿論なり。

純炭酸加里は、白色顆粒狀の粉末にして、強烈なる滷味を有し強アルカリ性の反應を徴す。大氣中にありては、好んで濕氣を吸収し、又等分の水には熱を發して澄明に溶解す。

●●● 試驗法

(I) 本品を白金線環に抄取して無色焰中に熱するに、永く黃色を現さず(曹達を檢す)。

(II) 本品の水溶液(1:20)は

(イ) 硝酸を加へて酸性となし、硝酸銀溶液を加ふるも二分間の後蛋白石濁を起すに過ぎず(鹽素を檢す)。

(ロ) 硫化水素水により變化せず(金屬を檢す)。尙ほ精密なる試験を行はんとすれば、硝酸を加へて微酸性となし、次にアムモニアを加へてアルカリ性となし、之に硫化水素水を加ふれば一層顯著なり。

(ハ) 其一容量を十容量の規定硝酸銀液中に注ぐに類黃白色の沈澱を生じ、此の沈澱は微溫を與ふるも暗色を呈することなし(亞硫酸次亞硫酸鹽類及び硫化物を檢す)。

(ニ) 鹽酸にて過飽したる後、鹽化バリウムを加ふるも溷濁を生ずることなし(硫酸を檢す)。

(ホ)この水溶液二〇ㇼは、鹽酸を以て酸性となし、黃色血滴鹽溶液〇・五ㇼを加ふるも藍色を呈せず(鐵を検す)。

(ヘ)少量の硫酸鐵溶液及び過クロール鐵溶液を和し、微温を與へて後鹽酸を以て過飽するに藍色を呈せず。(シ)ン化物を検す)。

(III)本品の水溶液(三〇)一〇ㇼは、稀硫酸を加へて過飽したる後、過滿俺酸加里溶酸五滴以上を脱色することなし(有機物の多少を検す)。

(IV)本品の稀硫酸溶液二ㇼに硫酸二ㇼを混和し冷後之に硫酸鐵溶液一ㇼを加へ、二液層となす其接界に於て類褐色の輪帶を生ぜず(硝酸を検す)。

(V)本品一瓦を中和するには、少くとも一三七ㇼ以上の規定鹽酸を費さざるべからず(本品百分中九四・七分以上の純炭酸加里を含有することを検す)。

(五) 重炭酸加里製造費概算

原料たる炭酸加里及び硫酸の價格は、時期により多少の差異ありて一定せずと雖も、今假りに大正十年二月の時價、炭酸加里二十五錢硫酸一箱(二〇〇封度)十圓重炭酸加里四十三錢の場合に於ける製造費概算を表示すれば左の如し。

但し一日炭酸加里一千封度を使用して、これより重炭酸加里六百封度を製造するものとす。

收入之部

一金參百五拾圓四拾錢也

内 譯

品名	數量	單價	金額
重炭酸加里	六〇〇封度	〇・四三 ^円	二五八・〇〇
粗製炭酸加里	四五〇封度	〇・二〇	九〇・〇〇
硫酸(壺入)	八個	〇・三〇	二四・〇〇
合計			三五〇・四〇
支出之部			
一金參百參拾七圓參拾錢也			
内譯			
品名	數量	單價	金額
硫酸(ボーメー六五度)	四箱	一〇・〇〇 ^円	四〇・〇〇
炭酸加里	一、〇〇〇封度	二五・〇〇	二五〇・〇〇
石粉	一二〇貫	一・〇〇	一二〇・〇〇
燃料(鋸屑)	八〇叭	〇・六〇	四八・〇〇
職工賃(男女)	一三人	一・〇〇	一三・〇〇
荷造費運賃	六箱	二五・〇〇	一五〇・〇〇
諸經費			二五・〇〇
合計			三三七・三〇
差引金參圓拾錢也			
利益金			

前表に就きて之を觀るに重炭酸加里六百封度は原料の炭酸加里一千封度に對し其の六〇%

前表に就きて之を觀るに重炭酸加里六百封度は原料の炭酸加里一千封度に對し其の六〇%に過ぎずして收率敢て多からざるは、重炭酸加里の精製に當り、其の一部は炭酸を失ひて炭酸加里に變化し、一部は結晶精製の際不純物と共に溶液中に空しく洗ひ去らるゝが爲なり。此等精製法の熟達と原料の精選と相俟ちて、或程度迄は收量を増加し得べきものと信ず。

次に重炭酸加里の製造に最も重大なる關係を有する炭酸瓦斯の發生方法如何は、損益に影響すること極めて大なり。前記の硫酸と炭酸石灰とを用ふる方法は最も便利なれども、硫酸の甚だ高價なる場合に於ては炭酸石灰の代りに重炭酸加里を用ふれば、同量の硫酸に對して、約二倍量の炭酸瓦斯を發生せしめ得べく、更に生石灰製造の際石灰石の灼熱により發生する炭酸瓦斯を利用するを得れば最も安價に重炭酸加里を製造し得べきや明かなり。

(大正十一年二月記)