ミドはいずれもすぐれた防錆性を示しかつ上記の順にすぐれている。またこれらの添加剤は各金属に対してそれぞれ大体類似の傾向を示す。

6. 軟鋼に対し、蒸留水を用いて水滴静置発錆試験法により試験した結果最もすぐれた防錆性を示したマレイン化エステルは、水中浸漬法による試験においても最もすぐれた結果を示した。

本研究を行うに当り、試験片の分析に当所飯田忠重、山崎硯一両氏、試験片の調製に当所機械金属部および愛知県表面技術振興会沢田巖氏の協力を得た。また住友金属工業株式会社伸銅所および日東化学工業株式会社から試料の寄贈を受けた。

また名古屋大学工学部三雲次郎教授およびその他多く

の方々から御鞭撻と御指導をいただいた。ここに記して深甚の謝意を表する。

本研究の一部は昭和 29 年 11 月日本油脂化学協会および日本化学会共催の油脂討論会において発表した。

(昭和 30 年 3 月 26 日受理)

文 献

- 1) 佐藤成美, 本誌, **3**, 149 (1954)
- 2) 佐藤成美, 本誌, **4**, 14 (1955)
- 3) E.L. Cook, N. Hackerman, *J. Phys. and Colloid Chem.*, **55**, 549 (1951); N. Hackerman, A.H. Roebuck, *Ind. Eng. Chem.*, **46**, 1481 (1954)
- 4) 桜井俊男, 馬場哲郎, 小曾繁, 本誌, **3**, 210 (1954)

高周波水分測定法のエマルジョンに対する応用

福島健重*・今津和郎**

Applications of High-Frequency Aquametry in Emulsions.

Takeshige Fukushima and Kazuo Imazu

緒 言

電気的な水分測定法としては電気伝導度法、誘電率法、高周波損失法等いろいろあるが、電極や較正曲線が必要とする欠点がある。著者の一人は特殊な高周波発振回路を用いれば、原油エマルジョン (w/o 型) の水分と直線的關係を示す電流値を検出できることを報告し¹⁾、また原油エマルジョン以外に紡績乳剤原液、白土、有機溶剤混合液等についても応用できることを報告した²⁾。

本報ではベンゼン-水系エマルジョン、製造工程中のグリース、および圧延機油エマルジョンに対する測定結果を報告し、またその自記連続測定の可能性およびエマルジョンの安定度を定量的に表現する方法としての応用について考察する。

装 置

装置の詳細は上記報告にのべたので、ここでは回路のみを図-1に再録する。測定方法はあらかじめ発振状態の調整および測定メーター M_1 の零調を行つたのち、試料の一定量をガラスシリンダーにとり、コイル L_p 中に挿入しメーター M_1 のふれを読む。このメーターの目

盛りをあらかじめ水分既知の試料で較正しておけば、それからのちは水分を直読できる。本報では各種の試料について測定するため、メーターの較正を行わず電流値を直接記録した。

この回路の特徴は2組の L-C タンク回路によつて高周波発振 (本装置では 20 M cycle) を行わしめ、つぎに試料をプレート側インダクタンス中に入れることによつて、発振管の動作状態が変化することを利用し、発振管の内部抵抗を一辺とするブリッジ回路の不平衡電流値としてその変化を検出するものである。

図-1

ベンゼン-水系エマルジョン

試料はベンゼンと水の総量 70 cc に対し、o/w の場合は Tween 80 を 4 cc, w/o の場合は Span 80 を 4 cc 加え手でふりまぜて作った。その結果は図-2および図-3に示すごとく、どちらの型のエマルジョンでも電流

* 日本石油株式会社中央技術研究所 (横浜市神奈川区宝町)

** 早稲田大学理工学部応用化学科学生 (現在日本石油株式会社柏崎製油所勤務)

* The Nippon Oil Co., Central Technical Laboratory

図-2

図-3

値と水分とは直線関係を示すが、その型によつて傾斜が異なる。この折れ点から逆にエマルジョンの相転位点を検出することができる。水分測定の精度は w/o で約 0.4%, o/w で約 1.0% を示している(相転位後は状態が複雑だと思われるので一応除外して考える)。

グリース

グリースの水分については前報²⁾にも報告したが、今回は製造中のグリース釜から採取した2種類のカップグリースについて測定した。試料の水分は日石社定法

図-4

図-5

30-53 (ASTM : D 128-47 準拠) によつて行い、適当な水分の試料がないときは油浴上で加熱して脱水した。試料をガラスシリンダーにつめるには加温して流しこむが、水分の少ないものはほとんど流動しないので、へらでつめこんだ。測定結果を図-4に示す。

低水分の試料では変動がやや大きい、これは上述のごとく試料のつめ方に欠点があるためと考えられる。全体として感度は 0.1 wt % であるが、この測定では ± 0.4% の精度しか得られていないのも、同様の原因によると思われる。しかし製造工程中の水分をその場で検出し、操作を調節するには十分である。

圧延機油エマルジョン

某金属工場で使用中的の水溶性圧延機油エマルジョンについて測定した結果を図-5に示す。横軸には油の vol % をとつてある。実際の使用濃度は普通 5% 前後

図-6

図-7

図—8

である。

この結果から電流値は油分 8% 位まで直線的に変化することが認められるが、前述の場合とことなり、油分が増す（水分が減る）にしたがつて電流値が増大し、10% 以上では電流値の増加が少なくなる。これは圧延機油が電解質を含むためと考えられ、それについては目下検討中である。測定精度は約 0.5% である。

つぎに同じ圧延機油を用い 50 μ A の自記装置と本装置とを組み合せ、図—6 のようにして油分が 6, 4, 3, 2 vol% になるように順次計算量の水を添加しつつ測定した。その一例を 図—7 に示す。この場合最初油分 8 vol% の試料の電流値がメーターのスケール内に入るように U 字管の位置を調節してから測定を開始する。図—7 の記録時間は約 3 分である。

測定例に見ると油分 3~8 vol% の範囲では 0.4 vol% 以内の精度で自記連続測定が可能であるが、この場合は零点ないし基準点の保持がとくに重要である。

エマルジョンの安定度

本装置ではコイルの上辺より上にある試料、およびコイルの下辺より下にある試料は電界に作用しないことが知られている¹⁾。この性質を利用してエマルジョンの安定度を定量的に表現することが可能である。その一例として Span 80 を用いベンゼン中に水を乳化させた 2 種類の試料をコイル中に放置しながら測定した結果を図—8 に示す。

電流値が最初上昇するのはコイルの上辺より上にあつた試料から水が沈降し、その結果コイル中の試料として水分が増加するためと解釈され、そのうち電流値が下るのは水がシリンダーの底部に沈降分離して電界から除かれるためであろう。

両試料は水分および乳化剤の量が違っているのに、電流値はそれぞれ異なっているが、比較に便なため図では原点に移動してある。このように電流値—時間の曲線を取り、出発点における切線の角度によつてそのエマルジョンの分離速度すなわち安定度を定量的に表現できるであろう。

結 論

1) 特殊の高周波発振回路によつて o/w および w/o 両型エマルジョンの水分が直読されることを、ベンゼン—水系エマルジョンについて示した。精度は 0.4~1.0 vol% で、この際エマルジョンの相転位点が電流値直線の折れから指示される。

2) 製造工程中のグリースの水分 (1~8 wt%) を測定し、精度約 0.4% で直読しえた。この精度は試料のつめ方を改良することによつてさらに向上できると考えられる。

3) 工業的に使われている圧延機油エマルジョンはその実用濃度 (油分 5 vol% 前後) の範囲で直読され、自記計と組み合せて連続自記測定が可能である。精度はいずれの場合も約 0.4% である。

4) エマルジョンの安定度を電流値—時間曲線の上昇率によつて定量的に表現することができる。

本研究を行うに当り御指導を賜つた早稲田大学理工学部電気通信学科助教授伊藤糾次氏ならびに装置の製作に協力された栄科学株式会社 (東京) の御好意に感謝する。(昭和 30 年 4 月 22 日受理)

文 献

- 1) 福島健重, 市村孝, 工化 **56**, 956 (1953); 特許公告中
- 2) 福島健重, 伊藤糾次, OHM **40**, 1274 (1953)