ビスコースの濁度測定について*

二宮正義・門屋卓**

§ 1 序

従来、濁度の測定法とは、いわゆる「濁り計」(Turbidimeter)式で、例えば電球のフィラメントの輪廓が肉眼で見て不明瞭になるまでの液の深さを測るか、或いは Nephelometer を使用している。前者の方法によるビスコース溶液の濁度の測定は現在既に行われているが⁽¹⁾、個人の眼によってフィラメント等の輪廓がぼける点を判定するので、或る程度主観的なものとならざるを得ないであろう。Nephelometer による方法では標準液と比較して被測液の濁度を決定するが、ビスコースの様に試料毎に光の吸収を異にしており、且つ濁りの少ない溶液に対しては、標準液の選定が困難である。Cummins と Badollet⁽²⁾ はかなり透明な液体の濁りを測る目的で、入射光と直角に出て来る散乱光を光電管に受ける装置を作り、砂糖のシロップ等に対して有用であることを示した。

この報文では、ビスコースの如く着色した液体の濁りは、本来の吸収と濁りによる散乱が一緒に起るが、濁りのみを吸収と切離して測定する装置について述べる。

装 置

第 1 図

§ 2 装 置

第 1 図に示した如くキューベットに平行光線 I_0 が入射したときに、透過光を I_1 直角に散乱されて光電管に入

る散乱光を I_2 とする。キューベット中の入射光の強さ I は座標を図の如く x, y で表わせば

$$I(x) = I_0 e^{-(\alpha + \beta)x} \dots \dots \dots (1)$$

で表わされる。但し α は吸収係数、 β は散乱係数である。従って (x, y) なる点で垂直に散乱される光は

$$i_2 = k\beta I(x) = k\beta I_0 e^{-(\alpha + \beta)x} \dots \dots \dots (2)$$

となる。ここに k は装置に個有の常数である。これがキューベットの外に出るまでに又吸収されるので、測定にかかる散乱光は

$$I_2 = \int_0^a \int_0^b I_0 k\beta e^{-(\alpha + \beta)x} e^{-(\alpha + \beta)(y + c)} dx dy$$

となる。これを積分すれば

$$I_2 = \frac{I_0 k\beta}{(\alpha + \beta)^2} e^{-(\alpha + \beta)c} \left\{ 1 - e^{-(\alpha + \beta)a} \right\} \left\{ 1 - e^{-(\alpha + \beta)b} \right\}$$

となり、 $I_0(\alpha + \beta)$ 、 β の函数である。一方キューベットを透過する光は、

$$I_1 = I_0 e^{-(\alpha + \beta)a} \dots \dots \dots (3)$$

である。故に(3)によって $(\alpha + \beta)$ を求めれば(2)によって β は求めることが出来る。しかしこのとき I_0 が関係して来るので、 I_1 を一定したときの I_2 の値

$$X = \frac{I_2}{I_1} = \frac{k\beta}{(\alpha + \beta)^2} e^{-(\alpha + \beta)c} \left\{ e^{(\alpha + \beta)a} - 1 \right\} \left\{ 1 - e^{-(\alpha + \beta)b} \right\} \dots \dots \dots (4)$$

を測定する方が便利である。特に $\alpha + \beta$ が小さい時には近似計算をすることが出来る、

$$X = k\beta ab \left\{ 1 + (\alpha + \beta) \left(\frac{a}{2} - \frac{b}{2} - c \right) + (\alpha + \beta)^2 \left(\frac{a^2 + b^2}{b} + \frac{c^2}{2} + \frac{b^2}{2} - \frac{ac}{2} - \frac{ab}{4} \right) + \dots \right\} \dots \dots (5)$$

となるから 1 に対して他の項が省略出来れば

$$X' = k\beta ab \dots \dots \dots (6)$$

となって X のみを測定すれば β の相対値が求まる。即ち透過光が一定なる如く I_0 を加減して X を測ればよい。

(6) が成立ちやすくするために(5)の括弧内の第 2 項の係数 $\left(\frac{a}{2} - \frac{b}{2} - c \right)$ を 0 とすることが出来る。我々の装置では、 $a = 2 \text{ cm}$ 、 $b = 1 \text{ cm}$ 、 $c = 0.5 \text{ cm}$ にした。この様なときに(4)と(6)の比

$$S = \frac{X}{X'}$$

は $(\alpha + \beta)$ と共に第 2 図の如くなる。故に 5 % の誤差を

* 原稿受付 30. 8. 26

** 国策パルプ工業 K. K. 農林科学研究所

許容すれば、 $\alpha + \beta = 0.48$ までは(6)によって β を算出することが出来る。

又 $\alpha + \beta$ が小さくないときも装置のデimensionによって第2図の様な計算図を作っておけば $\alpha + \beta$ を測り散乱光 X を測れば $X' = k\beta ab = \frac{X}{S'}$ であるから β が求められる。7%のビスコースでは、 $6,300\text{\AA}$ 附近で大体 $\alpha + \beta = 0.6$ であるから上の様な近似では8%位 β を余計に推定することになる。

実際の装置は第3図に示した。試料キュベットは内径 $2\text{cm} \times 2\text{cm}$ 高さ 4cm でガラスの厚さは 2mm のものを使用した。光源は 100W の映写用電球 (色温度 $2,600^\circ\text{K}$) を使用しレンズ、絞り、フィルターを通して試料に平

第3図

① 100V100W映写用ランプ	⑪ マルチプライヤー
② レンズ	⑫ 100V, 200W, 鉄共振型, 自動電圧調整器
③ モノクロフィルター	⑬ 安定高電圧装置
④ 試料交換にツマミ	⑭ 高電圧変化用ツマミ
⑤ 標準用キュベット	⑮ マイクロアンペアター (10 μA ~300 μA)
⑥ 試料用キュベット	
⑦ 透明板ガラス	
⑧ レンズ	
⑨ 透明板ガラス	
⑩ レンズ	

行光線を入射する。入射方向と垂直の位置にマルチプライヤー(RCA-931A)を置いて散乱光を測定する。マルチプライヤーの電源はZimm⁽⁸⁾の安定高電圧装置を用い、且つ光源用電源と共にAC100V鉄共振自動電圧調整器より供給される。

この光源及び受光部による分光感度を第4図に示した。又ビスコース7%溶液の分光透過率曲線の一例も示したが、これから $\alpha + \beta$ をなるべく小さくするためには $6,000\text{\AA}$ 以上の赤から赤外の光を使うのが有効である。この試作では日立のRフィルターを用いたから、結局主波長は $6,400\text{\AA}$ 附近になっている。

最初の装置においては、第3図のガラス板⑦の位置を光電池を置いて、それにより透過光 I_1 が一定になる様に絞りを加減した時の散乱光 I_2 をマルチプライヤーによって読んだが、それではマルチプライヤーの感度を何時でも一定にするために一定の濁濁度をもった標準液によって調整する必要があった。しかしこの様な不変の濁りのある標準液を作ることは困難であってこの様な面倒さを避けるために透明なガラス板⑦⑨によって「鏡を用いると透過光が散乱光に比して強度が

大である為に散乱光の検出に都合が悪い。) 透過光も同じ受光器で測定することにした。透過光は一つのキュベットに蒸留水を入れ、これとビスコースを入れたキュベットとを互換えることで吸収度が測定されこれから $\alpha + \beta$ が算出される。

吸収度の測定は図3の二重筒になっているマルチプライヤーケース⑪をまわして光電面を(A)の方向に合

わし蒸溜水の透過光を100としたものに対して比較する。(蒸溜水用キュベットを⑥に挿入し安定高電圧装置⑬の電圧変化用ツマミ⑭をまわしてメーターの指針を100 μ Aに合わせ次に試料キュベットを⑤に入れツマミ④にて移動させた時のメーターの振れを読めばよい)。その後 I_1 が或る一定の値(この場合100 μ A)に高電圧を加減してからマルチプライヤーの受光面を(B)の方向に向けて散乱光 I_2 を測り、 $\alpha+\beta$ の値によって第2図の如き校正図によって β の値を算出する。

I_1 の値の加減は光学的な絞りによる方法と高電圧を変化させる方法とあり

第1表

両者の濁りの感度が一致しなければならぬ理であるが、同一のサンプルの濁りを絞りと電圧を変えながら測定した結果は第1表の如くなり絞りによる幾何学的障害のないことを確かめた。

電圧(V)	濁り			
	1	2	3	平均
630	10.7	10.4	10.4	10.5
675	10.4	10.5	10.6	10.5
750	10.6	10.5	10.8	10.6
825	10.8	10.6	10.6	10.7
900	10.6	10.8	10.8	10.7

市販の3種のものに

第2表

についての測定結果を第2表に表した。

第5図はビスコースの濁度及び透明度を経日的に測定したグラフである。これは3%濃度のビスコースについて行われた。

種類	2cm	$\alpha+\beta$	濁度	校正
A	27.5%	0.65	66.3	60.8
B	31.1%	0.56	51.2	47.8
C	31.5%	0.57	50.5	47.4

最後に本測定装置及びその本体(上蓋をはずした所)の写真第2図、第7図に示す。

§3 考察と結論

以上の議論は β の一次項までの近似で十分な時にはよいが、濁りが多くて一度散乱された光が再び散乱される様なことが考えに入れられていない。又透過で見る場合に純粋に透過されて来る光の外に後方に散乱される光が重畳して来る。実際散乱の角度分布を測って見ると第8図の如くなり直角方向に比して透過方向は甚だ大である。このことは散乱粒子の大きさが波長に比して可成り大きい(屈折率の差は小さいらしい)ことを示している。しかし後方散乱光は発散光であるから透過光を絞って(理想的には無限遠で)測定することでこれに誤差を小さくすることが出来る。しかしこの際には光源側の絞りは有効でないので I_1 を100とする時に光源電圧の昇降によるか或いは光源電圧の調節によればよい。但しこの方法は慣性があるので実行は

第6図

第7図

第8図 散乱光の角度分布

難かしい。

比較的簡単にビスコースの濁度を正確に測る測定器を試作し、十分満足すべき結果を得ることが出来る。

文 献

- 1) 前田・大久保
繊維工業試験所彙報 8 (昭15) 1
右田, 細井, 楢垣
繊維学会誌 7 (昭26) 88
- 2) Cummins and Badollet
Ind. Eng. Chem 5 (1933) 328
- 3) B. H. Zimm. Jour. Chem. Phys. 16. (1948) 1099

On the Turbid Tester for Viscose

M. Ninomiya and T. Kadoya

In order to measure the turbidity of the colored solutions, we must know not only the scattering coefficient but also the absorption coefficient, for the scattered light from a point in solutions is absorbed within the sample cell. Then we have constructed an instrument as indicated in Fig. 3, which can be used to measure the intensity of the scattered and transmitted light. Using the peculiar constants for the instrument k, a, b and c , we can get the ratio X as Eq. (5), which is the scattered light intensity divided by the transmitted intensity, and when the extinction coefficient is small, it becomes to Eq. (6) approximately. Therefore we can express the scattering intensity of the solution by X , which is measured by reading the intensity of the scattered light when we adjust the incident light intensity to make the transmitted intensity a constant value. The limits of the approximations have been discussed and the examples of the measurement have been shown.

改訂版

最新製紙機械

磯田清蔵著 A5判 780頁 価900円

約2ヶ年間に在庫を絶やしまして、御購読希望の皆様多大の御迷惑をお掛けして申し訳ありませんでしたが、この度内容に徹底的の改訂を加えまして、現在の技術水準のものとして第5版を出しました。御注文は、

東京都中央区日本橋通2丁目6 丸善株式会社 振替口座 東京5番

へお願いします。最寄の書店でも取次いでくれる筈です。また東京都板橋区常盤台1の22 磯田清蔵(振替口座東京151428番)に申込まれても送料当方負担で送本します。