

資料

けいそう土類の活性化判定試験法（西ドイツ税関試験法から）

蔵 重 昌 輔[※]

本稿は、Erläuterungen zum deutschen Zolltarif（西独関税率表解説）の巻末に掲載されている Technische Vorschriften（以下、TV と略称）のうち、税番 38・03 号の項を訳出したものである。

この TV には、このほか 20 項目（1959 年版による。）にわたって、税表分類に関する物品の試験方法及び飲食物等の変性方法が規定されており、その前文に次のように記載されている。

（1）この TV が、物品の税表分類上の所属の確定のための試験の方法及び物品の変性の方法を規定する限り、これらの方法のみが権威あるものである。したがって、これらの物品に対しては、他の方法によることは認めない。

（2）この規定において、別段の定めがある場合を除き、試験は蒸留水によって行なわれなければならない。

規定は下記に見られるとおり、細部に至るまでかなり厳密に規定されている。もちろんその規定項目をみると、同国の関税事情等を反映しているためか、たとえば繊維関係が非常に詳しいなどの特色をもっているが、西独はいうまでもなくわが国と同じく税表に Brussels Tariff Nomenclature を採用しているので、わが国において同種のものを制定するときは、この TV をも参考とすべきであろう。

〔税番 38・03〕

I 木炭の活性化判定試験

1. 試験用具：

50ml ガラスシリンダー（栓のついたもの）

2. 薬 品：

メチレンブルー溶液：メチレンブルー（テトラメチルチオニクロソド）0.15g を水 1l に溶解調製したもの

3. 試験方法：

あらかじめ 120℃で乾燥し、必要あれば細粉とし

ふるいを通した試料 0.1g を、メチレンブルー溶液 30ml と共に 50ml ガラスシリンダー中に入れ、ガラス栓をして振とうする。

4. 判 定：

メチレンブルー溶液を 5 分間以内に脱色するものは税番 38・03 号、その他のものは税番 44・02 号とする。

II けいそう土類（Kieselgur, Tripel und dergleichen）の活性化判定試験

1. 適用範囲：

本法は、生のけいそう土及び単に焼いたけいそう土（税番 25・12 号）と、熔剤（塩化アルカリ及び炭酸アルカリ）で焼成されたもの、すなわち活性けいそう土（税番 38・03 号）との判別に適用する。ただし、本法の対象とすべきけいそう土類は、異種の添加物（有機化合物、色素、粘土、アスベスト等）を含んでいないものと仮定する。撥水性の物質（例えばシリコン、金属ステアレート）で処理（浸漬）されただけのけいそう土は、商習慣上はけいそう土とされているが、他のけいそう土調製品と異なり、税番 25・12 号にも税番 38・03 号にも属さない。これについても本法にしたがって確認するものとする。他のけい酸質の土類（たとえば Tripel, Molererde）も本法により試験を行なう。この際、Tripel には同様の各試験、Molererde には試験 1, 2, 4, 5 及び 7 のみを行なう、活性化の判定をする。

2. 試験用具：

ビーカー又はエーラインマイヤーフラスコ、顕微鏡、オブジェクトガラス、乾燥棚、磁製るつぼ、デンケーター、メスシリンダー（100ml 及び 200ml）、磁製吸引ろ斗（内径 5 cm）のついた吸引フラスコ、定性用円形ろ紙（Sehleicher & Schüll, Nr.595 又はこれに相当するもの）、磁製乳鉢及び乳棒、白金線、ソックスレー抽出装置

※ 横浜税関分析室：神奈川県横浜市中区海岸通 1-1

けいそう土類の活性化判定試験法（西ドイツ税関試験法から）

3. 薬 品：

塩酸、水、各種の溶剤（たとえばクロロホルム、ベンゼン）

4. 試験方法：

まえがき：

試験は下記の順序により行なう。試験 1 から 7 までの結果が、判定表（下記 5.の判定欄を参照のこと）の I から V に示す場合に該当するとき（通常の場合）は、試験 8 は行なわなくてよい。同表の VI から VIII までに該当する場合は試験 8 を行なわなくてはならない。VIII に該当する場合は更に Koenig 法によって全アルカリ量の定量を行なうものとする。

試験 1：色の判定**試験 2：浮遊試験**

(1) 食さじ約 1 杯の試料を、冷水を満たしたピーカー又はエーレンマイヤーフラスコに入れ、激しく攪拌又は振とうする。

(2) 撥水性物質で浸漬処理したけいそう土について活性化の判定試験を行なう場合には、少なくとも 25g の試料をソックスレー抽出器で適当な溶剤を用いて 8 ないし 10 時間抽出し、浸漬剤を完全に除去してから、浸漬してないけいそう土と同様に試験を行なう。しかし、最初の試験として試験 2 を行ない、その際試料が完全に分散して、それから互いにくっつき合って容器の底に細かい泥となって沈澱することを確認しなければならない。もしそうでない場合には、浸漬剤が完全に除かれるまで試料の抽出を再び行なう必要がある。溶剤は試験管による定性試験によって適切なものを確認すること（例、クロロホルム、四塩化炭素、ベンゾール、石油エーテル、ブタノール）

試験 3：顕微鏡像

ほぼ留針の頭大の試料をオブジェクトグラスにのせ、1 滴の水を添加し、標本針で均一に分散させる。水分の蒸発後又は乾燥棚で水分を蒸発させた後、プレパラートデッキグラスをのせずに約 500 倍の倍率で観察する。集光レンズをしばって顕微鏡の光を非常に弱くすると詳細な観察が容易となる。

試験 4：灼熱減量

乾燥試料約 1g を、あらかじめ 1,000°C で 1 時間灼熱した磁製のつぼに入れ、1,000°C で 1/2 時間灼熱

する。デシケーター中でのつぼを冷却後秤量する。灼熱の前後における内容共のつぼの重量差が灼熱減量である。

試験 5：

乾燥試料 20g を（場合によっては 100ml の水と共に）200ml のメスシリンダーに入れる。次に水を 200ml までみだし、てのひらでシリンダーを押えて均一なサスペンションが得られるまで振とうする。次いでシリンダーを 20 秒間無振とう状態に静止し、サスペンションをあらかじめ準備されたピーカー中に一気に注ぎ移し、いくらか形成された沈積物から分離し、沈積物は棄却する。サスペンションを再度十分に攪拌し、そのうち 100～110ml は、場合によっては試験 8.に必要なことから残しておく。残余のサスペンションを吸引ろ斗（内径 5 cm, 定量用ろ紙 Schleicher & Schull Nr.595 又はこれに相当するろ紙をしく。）の上で水流バキュームにより吸引ろ過する（必要の場合円塊を指で吸引ろ斗の底に押えつけなければならない。）。それからポンプをとめることなく一円塊状の残渣からほぼ豆粒大の試料をとり、拇指と人さし指の指先間ですりつぶす。

試験 6：

試験 5 のろ過残渣の残りをろ紙と共に吸引ろ斗からはがし、150°C で 3 時間乾燥し、次いで必要に応じ乳鉢中で細かくする。（粉にするに止め、磨砕してはならない。）このようにして得られた粉状の試料を、拇指と人さし指の先で、僅かに温度上昇が感じられるまで強くする。拇指と人さし指は、油がついていたり湿ついたりしてはならない。

試験 7：焰色によるアルカリの存在証明

1 滴の塩酸で湿らせた試料を、十分に灼熱した白金線の輪（この白金線の輪は、ブンゼンバーナーの焰を着色してはならない。）にのせ、発光しないブンゼンバーナーの焰中に保ち、その際試料の性状に応じて現われる焰の発色を観察する。この試験によってもなお熔剤が明確に存在するかどうか疑わしい場合には、Koenig 法（Hund W. Biltz, „Ausführung quantitativer Analysen“, チューリッヒ Hirzel 出版、参照）によって全アルカリの定量を行なう。全アルカリ量が 0.5% 以上（ $\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O}$ として）のものは熔剤の存在する証拠である。

資 料 : 蔵 重

試験 8 : 沈降試験

試験 5 のサスペンションの残りを再びよく攪拌し、100ml メスシリンダーの 100ml の標線まで満たす。シリンダーをてのひらでふたをしてよく振とうした後静置する。10 分後に 98ml と 100ml の標線の間に(それ以上深くてはならない。), 透明な液面が形成されるかどうかを調べる。更に 20 分後、形成された沈積物の層の高さを読みとる。

5. 判 定

(1) 試験の結果は別掲の判定表によって判定する。

(2) 試験 2 に対し：撥水性物質に浸漬したけいそう土は大部分水の上に浮遊するか、又は容器の底に塊を形成する。この塊は再び振とう又は攪拌しても均一には分散しない。浸漬していないけいそう土は完全に水中に分散し、その後結集して容器の底に細かい泥状となつて沈積する。

(3) 試験 3 に対し：生のけいそう土は明らかなけいそうの組織（豆形、円形その他の形状、たとえば微粒子、蝸牛殻状又は蜂の巣状或いはこれらの断片に似たような形状）を示す。その縁や角や内部の空洞並びに異形又はスパイラル状の模様は鋭い輪かくを持っている。単に焼いたけいそう土は、その焙焼工程の度合いに応じて、組織の変化は全然ないか或いは殆んど変化を識別しがたい程度である（りんかくの鋭さは前者より弱くなっている。）一方、熔剤の存在下で焼成された製品の場合には、この組織変化は明瞭に観察することができる。後者の場合、特に空洞、更にはけいそうのふちも多かれ少かれ強く熔け合っており、空洞はしばしば単なる黒点のように見えるだけである。多くの場合、粒子のりんかくは、もはや単にそれかきけいそうに関するものであることを示しているにすぎない。Molererde の顕微鏡像はけいそう土のそれに対し、けいそうの他に多数の無晶形の粒子（粘土、砂その他これらに類するもの）を示す。

(4) 試験 5 に対し：焼いてないけいそう土の場合は、その処理の方法に応じてすべすべとしたねばい感じである。また、単に焼いたもの又は活性化したものの場合には、鈍い感じ（何か水のような或いは湿った細かい砂のような）である。

(5) 試験 6 に対し：活性土の場合には、澱粉のように明瞭にぎしぎしと鳴る（いわゆる「土の鳴き声」Gurschrei）。単に焼いたものの場合も同様であるが、そんなに明瞭に聞くことはできない。生のけいそう土は音を出さない。

(6) 試験 7 に対し：黄色又は淡い黄色或いは黄灰色の

焰色が長く続く時はアルカリの含有を示している。このことは熔剤（塩化アルカリ及び炭酸アルカリ）と共に焼成した。すなわち活性化したいけいそう土であることを示す。焰の着色が短時間のものは意味がない。カルシウムが存在する場合には、焰は赤く着色する。

(7) 試験 8 に対し：生のけいそう土は沈降速度は非常に小さいが、単に焼いたもの及び活性化したものは沈降速度が大である。活性けいそう土の場合、及び多くの場合単に焼いたものにあつても、形成された沈積物の層の高さは、55ml 標線の下にある。しばしば一特に活性化した粉土の場合一乳状の液面が更に沈積物の上部に表われる。この場合斜めに光をあてると、沈積物の層の高さの読みとりが容易となる。

お わ り に

けいそう土の活性化判定試験については、既に税関鑑査資料第 9 号及び第 15 号に、当関井上技官の詳細な報告がある。これに加えて、あえて本稿を訳出したのは、西独税関試験法的一端を紹介しなかったからにほかならない。

われわれは日常の分析業務において各種の分析法を調査するが、特に公定法として日本工業規格（JIS）、日本薬局方、衛生試験法、国税庁所定分析法、肥料分析法などを参照することが多い。また、業務の性格上外国の公定法を調査する必要を感ずることも多い。

われわれの間でも輸出入品について各税関統一した分析法によって試験を行なう必要が痛感され、すでに「税関分析法」制定の作業が、関税中央分析所を中心に進められている。その第 1 号となった砂糖分析法の制定に当っては、米国の税関分析法が大いに参考とされたと聞いている。米国税関分析法には、朝倉氏訳「米国における税関分析の歴史」（税関鑑査資料、Vol.3,p.23）によれば、1953 年現在 146 の方法（公定法 30、暫定法 116）が定められているとのことであるが、その後の資料は残念ながら入手されていない。

このような税関分析方法は、米、独のほかにも制定されている国がかなりあるのではないかと思う。将来は当然関税中央分析所を中心として、積極的に外国事情を調査し、これらの資料を入手して検討を進めるべきであると考え。本訳はその機縁ともなるならば幸いである。

けいそう土類の活性化判定試験法（西ドイツ税関試験法から）

判 定 表

	試料の色	浮遊試験	明らかに形成された像（顕微鏡）	灼熱減量	湿ったままのろ過残量が与える感熱	乾燥したろ過残量の増大（Zurahme）	熔色（長時間加熱するもの）	比重（10分後に98 mℓと100 mℓの標本の間に）	沈積物（30分後55 mℓの標本の下に）	決 定	税 番
A	1	2	3	4	5	6	7	8	9	B	C
I	黄褐色 帯褐色 又は帯黄 白色と ほとんど 白色	negativ	nein	最低5% （多くの 場合8〜 15%）	すべすべ したねば ねばした 感じ	鳴らまい	なし（場 合によっ ては赤色 煙が出る ことがある。）	あり又は なし	なし	生けいそ う土	25.12
II	Iに同じ	negativ	nein	Iに同じ	Iに同じ	Iに同じ	あり	あり又は なし	なし	生けいそ う土	25.12
III	ばら色か ら赤さび 色	negativ	nein	0.5%以 上（約3 %まで）	ばさばさ した。鈍 い感じか ら僅かに ねばい感 じ	鳴らない 又は非常 に弱い	なし	なし	あり	単に焼い たけいそ う土	25.12
IV	IIIに同じ	negativ	nein	IIIに同じ	IIIに同じ	IIIに同じ	なし	あり	あり又は なし	単に焼い たけいそ う土	25.12
V	純血。 血色（僅 かに赤い ものまで たもの） ほとんど 白色	negativ	ja	0.0%以下	ばさばさ した。鈍 い感じ	明瞭に鳴 る	あり（全 アルカリ 0.5%以上）	なし	あり	活性けい そう土	28.03
VI	Vに同じ	negativ	ja	0.1〜0.5%	Vに同じ	Vに同じ	あり（全 アルカリ 0.5%以上）	あり	なし（酸 別不能）	活性けい そう土	28.03
VII	Vに同じ	negativ	ja	0.5〜0.9%	Vに同じ	Vに同じ	あり（全 アルカリ 0.5%以上）	なし	あり	活性けい そう土	28.03
VIII	Vに同じ	negativ	ja	Vに同じ	Vに同じ	Vに同じ	あり（全 アルカリ 0.5%以上）	なし	なし（酸 別不能）	活性けい そう土	28.03
IX	I〜VIIIの 各色調	positiv								浸水剤を 浸漬した 土	性状に応 じて決定

Examination of Kieselguhr, Tripolite and Similar Earths on Activation

MASASUKE KURASHIGE

(Yokohama Customs Laboratory, 1~1 Kaigandori, Naka-ku
Yokohama City)