

ノート

粘土類の活性化の判定について

井上昭朗

1. 緒 言

関税率表 25 類の分析で最大の問題点は天然物かその加工品かということであるが、そのなかでも粘土類の活性化の判定は難しい問題である。

活性化された粘土は、天然のまゝの粘土が、税番 25.07 (関税率無税)に分類されるのに対して 38.03-2 (関税率 10%) に分類されている。

この問題についてはすでに所報 2 号において考察発表したが、今回は別の観点より考察し、簡単な活性化の判定方法を検討した。

2. 方 法

1) 試料を 250 ミクロンふるいを通過するよう粉碎し、150 3 時間乾燥し以下の試験に供した。

2) 90%湿度での吸湿量測定

90%相対湿度の硫酸溶液をデシケーター中に入れ、内径 60 mm の平底秤量びん中に試料 1 g をとり、48 時間放置後吸湿量を測定する。硫酸水溶液は 1 個あたり 100ml 以上とし、硫酸水溶液は連続 2 回の使用後は比重を測定し調整する必要がある。測定は 20 で行なう。

3) 芳香族吸着係数(Aromatic Adsorption Index AAI)の測定

芳香族吸着係数(以後 AAI 略断する。)はイソオクタン 70Vol%，トルエン 30Vol%の混合液体を作成し、その 2 ml と試料 1 g を共栓付 50ml 三角フラスコに入れ、小型の磁気攪拌子を入れて、磁気攪拌機で 30 分間攪拌し、10 分間放置後その上澄液をとって屈折率を測定し、次式で算定する。測定は 20 で行なう。

$$n_D^{20} : \text{ヘリオクタン } 70\text{Vol\%} + \text{トルエン } 30\text{Vol\%}$$

の液の屈折率

$$n_D^{120} : \text{吸着後の上澄液の屈折率}$$

$$\text{AAI} = (n_D^{20} - n_D^{120}) \times 10^4$$

4) 比表面積の測定

BET 法にて測定を行なった。

3. 結 果

Table 1 に 90%湿度での吸湿量を示す。

Table 1

品 名	90%湿度での吸湿量 %
celite 560	0
silica Flour	0.04
ビンタンボーキサイト	1.08
ジヨージャカオリン	1.41
コマルボーキサイト	2.59
デキシーランドカオリン	3.94
クニゲル V ₂	5.33
アキュアゲル	8.00
クニゲル V ₁	8.47
gourd clay No.4	7.10
attapulgus clay AA	9.46
gornd cley 30/60	11.00
attapulgus clay A	11.19
acid clay No.1	13.35
acid clay (日本活性)	15.05
acid clay (galleon)	14.65
kitter litter	16.49
スミサイト	17.08
actirated clay A (日本活性)	17.24
〃 B (〃)	19.57
〃 粒状 (〃)	19.58
〃 No.1	22.62
〃 N (水液)	23.97
Filtrol	30.76

※ (Table 2) に AAI の測定値を示す。

Table 2

AAI	品 名
0	silica Flour, celite 560, クニゲル IV
10	クニゲル IV, コマルボーキサイト, ジヨージャカオリン ビンタンボーキサイト, デキシーランドカオリン
20	acid clay No.1 ground clay No.4 acid clay (日本活性) attapulgus clay AA aquagel attapulgus clay A ground clay 30/60 kitter litter
30	acid activated (galleon) acti uaka clay (日本活性) sumisite
40	activated No.1 actiuatd clay A (日本活性) 〃 (水沢化) activated day B (日本活性)
45	Filtrol

Table 3 に比表面積の測定結果を示す。

Table 3

品名	比表面積 m ² /g
カオリンフレー ホクイテックスNo.2	4
aquagel	12
ベントナイト FCB	48
フローレックス A	91
acid clay (日本活性)	53
acidclay(gllean)	72
attapulgus clay AA	109.6
attapulgus clay A	112.3
ground clay AA 30/60	113.7
ground clay A	122.7
activated clay B (日本活性)	16.1
activated clay 粒状(日本活性)	165
activated clay A ()	208
activated clay No.2 gllean	309
Filtrol	301

比表面積の測定は昭和電工横浜工場に依頼した。

4. 考察

粘土鉱物の活性化は表面積の増大に直接結びついているので、表面積測定は確実な方法である。しかし表面積測定の装置は非常に高価で、操作もむずかしく又液体室素等特殊なものを必要とする欠点がある。ガスクロマトグラフの附属装置として市販されているものもある。

組成いかんを問わず比表面積 150 m²/g 以上は活性化されたかその恐れがある。天然物では、100 m²/g 以下のものである。

相対湿度が高い所での吸湿量は表面積に比例した値を示すので、直接表面積を測定しないでも又同装置のない場合にも簡単に短時間に判定しうる数値を得ることが出来る。ただし吸湿量は温度に影響を受けるので条件を正確に保たなくてはならない。

20 % で90%相対湿度での吸湿量 17.0% 以上は活性したものかまたはその恐れがある。

芳香族吸着係数(AAI)も活性化の判定に有力な方法である。AAI30 以上の値を示すものは活性化されているかまたはその恐れがあり、40 以上の数値を示すものは活性されたものであり、20 以下は天然のものである。ただしゲル化されて試料が吸収されて分離しないものがあり、軽く遠心分離等の操作を行なう等の操作必要であるものがあり注意がいる。屈折計の視野は良好である。

表面積測定に協力下さり、また色々お教え下さった昭和電工横浜工場の高橋さん、西山さんに厚く感謝致します。

また試料をいただいた日本活性白土 KK、水沢化学 KK にお礼申し上げます。

本研究は横浜税関輸入部に勤務していた時行なったもので横浜税関の分析官始め皆さんに色々御指導いただきましたことを感謝致します。

この要旨は 1968 年 3 月税関分析発表会にて発表を行なった。

文 献

- | | | | |
|------------------|------------------|----|-------------|
| 田部浩三 | 化学と工業 | 10 | 418(1957) |
| 平野四義 | 分析化学 | 1 | 95(1952) |
| 大川莊輔 中沢忠久 | 油化学 | 5 | 328(1956) |
| 水谷壽之 阪上和雄 | 工化誌 | 59 | 1397 (1956) |
| 井上昭朗 | 関税分析所報 | 2 | 37(1966) |
| 昭電横浜工場 | | | |
| 高橋氏 | 活性アルミナと普通アルミナの相違 | | |
| JIS Z 0701(1950) | | | |
| 工業材料使覧 | | | |

Identification of Activated Clays

Teruo INOUE
TOKYO Customs Laboratory
5 Konancho Minatoku Tokyo
Received Feb. 7. 1969