

である。

波数目盛りは、通例、ポリスチレン膜の下記の特性吸収波数 (cm^{-1}) のうち、いくつかを用いて補正する。なお、()内の数値はこれらの値が定められたときの許容範囲を示す。

3060.0 (± 1.5)	2849.5 (± 1.5)	1942.9 (± 1.5)	1601.2 (± 1.0)
1583.0 (± 1.0)	1154.5 (± 1.0)	1028.3 (± 1.0)	

ただし、分散形装置を用いる場合の許容範囲は、 1601.2 cm^{-1} における吸収波数が $1601.2 \pm 2.0 \text{ cm}^{-1}$ 、 1028.3 cm^{-1} における吸収波数が $1028.3 \pm 2.0 \text{ cm}^{-1}$ の範囲内にあることとする。

透過率及び波数の再現性は、ポリスチレン膜の $3000 \sim 1000 \text{ cm}^{-1}$ における数点の吸収を 2 回繰り返し測定するとき、透過率の差は 0.5%以内とし、波数の差は 3000 cm^{-1} 付近で 5 cm^{-1} 以内、 1000 cm^{-1} 付近で 1 cm^{-1} 以内とする。

試料の調製及び測定

試料は別に規定するもののほか、材料成分各条に「乾燥し」とあるときは、乾燥減量の項の条件で乾燥したものをを用いる。試料は主な吸収帯の透過率が 5~80%の範囲になるように次のいずれかの方法によって調製する。窓板は塩化ナトリウム、臭化カリウムなどを使用する。対照は、通例、複光束型の装置では補償光路側に置かれて試料と同時に測定され、単光束型の装置では試料と同一光路に置かれて別に測定される。対照のとり方は試料調製法により異なり、測定雰囲気のパックグラウンド吸収が用いられることもある。

各条で特に規定されるもののほか、通例、試料の吸収スペクトルは波数 $4000 \sim 400 \text{ cm}^{-1}$ の範囲で測定する。なお、吸収スペクトルの測定は装置の分解能、波数目盛り及び波数精度の確認を行ったときと同一の操作条件の下で行う。

吸収波数の規定にあたって波数 2000 cm^{-1} 以上では 10 cm^{-1} 単位で波数をまるめ、かつ、その末尾に「付近」の語句を付け加える。

(1) 臭化カリウム錠剤法

固体試料 1~2mg をめのう製乳鉢で粉末とし、これに赤外吸収スペクトル用臭化カリウム 0.10~0.20g を加え、湿気を吸わないように注意し、速やかによくすり混ぜた後、錠剤成形器に入れて加圧製錠する。通例、同様にして対照臭化カリウム錠剤を製する。ただし、必要ならば、 0.67 kPa 以下の減圧下に錠剤の単位面積 (cm^2) 当たり $50 \sim 100 \text{ kN}$ ($5000 \sim 10000 \text{ kg}$) の圧力を 5~8 分間加えて透明な錠剤を製する。

(2) 溶液法

材料成分各条に規定する方法で調製した試料溶液を液体用固定セルに注入し、通例、試料の調製に用いた溶媒を対照として測定する。なお、本法に用いる溶媒としては、試料との相互作用又は化学反応がなく、窓板を侵さないものを用いる。固定セルの厚さは、通例、 0.1 mm 又は 0.5 mm とする。

(3) 薄膜法

試料が薄膜状である場合はそのまま測定する。粉末・粒状・繊維状等である場合は、別に規定するもののほか、以下の方法で薄膜を調製し測定する。

- ① 試料を加熱熔融し圧縮し、薄膜状とする。
- ② 試料を適切な溶媒に溶かし、窓板に塗布後、溶媒を蒸発させて薄膜状とする。

確認方法

確認しようとする物質の特性吸収波数が材料成分各条で定められている場合、試料による吸収が、規定されたすべての吸収波数で明確に認められるとき、試料と確認しようとする物質の同一性が確認される。

15. 定性反応試験法

定性反応は、材料成分の確認試験に用い、通例、材料成分各条に規定する液 2~5mL をとり、試験を行う。

アルミニウム塩

アルミニウム塩の溶液に水酸化ナトリウム試液を加えるとき、白色のゲル状の沈殿を生じ、過量の水酸化ナトリウム試液を追加するとき、沈殿は溶ける。

カリウム塩

カリウム塩につき、炎色反応試験を行うとき、淡紫色を呈する。炎が黄色のときは、コバルトガラスを通して観察すると赤紫色に見える。

ナトリウム塩

ナトリウム塩につき、炎色反応試験を行うとき、黄色を呈する。

硫酸塩

- (1) 硫酸塩の溶液に塩化バリウム試液を加えるとき、白色の沈殿を生じ、希硝酸を追加しても沈殿は溶けない。
- (2) 硫酸塩の溶液に等容量の希塩酸を加えても白濁しない（チオ硫酸塩との区別）。また、二酸化イオウのにおいを発しない（亜硫酸塩との区別）。

16. 粘度測定法

粘度測定法とは、試料の粘度を粘度計によって測定する方法である。

液体が一定方向に運動するとき、その流れに垂直な方向に速度の差があるとき、その流れに平行な平面の両側に内部摩擦力が生じる。その性質を粘性という。流れに平行な平面の単位面積当たりの内部摩擦力ずり応力又はせん断応力といい、流れに垂直な方向の速度勾配をずり速度又はせん断速度という。ずり応力がずり速度に比例する液体をニュートン液体といい、その比例定数 η は一定温度においてその液体に固有の定数で、粘度という。その単位は、パスカル秒 (Pa·s) を用いるが、通例、ミリパスカル秒 (mPa·s) で示す。

また、ずり応力がずり速度に比例しない液体を非ニュートン液体といい、これらの液体の粘度はずり速度に応じてさまざまに変化することから、みかけの粘度という。この場合、ずり応力をこれに対応するずり速度で除した値がみかけの粘度であり、ずり速度とみかけの粘度の関係が得られれば、これら非ニュートン液体の流動特性を知ることができる。

粘度 η を同温度のその液体の密度で除した値を動粘度 ν といい、その単位として平方メートル毎秒 (m²/s) を用いるが、通例、平方ミリメートル毎秒 (mm²/s) で示す。

液体の粘度は、次に記載する方法のいずれかにより測定する。

第1法 毛細管粘度計法

この測定法は、ニュートン液体の粘度を測定する方法で、一定体積の液体が、毛細管を流下するのに要する時間 t (s) を測定し、次式によって動粘度 ν を算出する。

$$\nu = K t$$

粘度 η を求めるには、更にその温度における試料の密度 ρ (g/mL) を測定し、次式によって算出する。

$$\eta = \nu \rho = K t \rho$$

K (mm²/s²) は粘度計の定数で、粘度計校正用標準液を用いてあらかじめ定めておく。水の粘度に近い粘度を測定する粘度計では、標準液として水を用いる。水の動粘度は 20°C で 1.0038mm²/s である。比較的高い粘度を測定する粘度計では、標準液として粘度計校正用標準液を用いる。

高分子物質を含む液体の粘度の濃度依存性を測定し、得られた直線の濃度を 0 に外挿することにより、高分子物質の極限粘度 $[\eta]$ (dL/g) を求めることができる。極限粘度は液体 (試料溶液) 中における高分子の拡がりの度合いを示すものであり、分子量の目安ともなる。極限粘度は、濃度 c (g/dL) の試料溶液の流下時間 t 及び溶媒の流下時間 t_0 の測定値から次式により算出する。

$$[\eta] = \lim_{c \rightarrow 0} \frac{(t/t_0) - 1}{c} \quad \text{又は} \quad [\eta] = \lim_{c \rightarrow 0} \frac{\ln(t/t_0)}{c}$$

ただし、 $\{(t/t_0) - 1\} / c$ の濃度依存性があまり大きくない場合、材料成分各条で規定された試料濃度について得られた $\{(t/t_0) - 1\} / c$ の値を極限粘度とすることができる。

次の装置及び操作法を用いて流下時間を測定する。

装置

1~100000mm²/s の液体の動粘度の測定には、図 1 に示すウペローデ型粘度計を用いる。毛細管の内径と測定に適する動粘度の範囲との大体の関係を表 1 に示す。なお、この表に示した以外の粘度計を用いることができるが、その場合、毛細管の内径として、試料溶液の流下時間が 200~1000 秒になるような粘度計を選ぶ。

操作法

試料溶液を管 1 から静かに入れ、粘度計を垂直に静置したとき、試料溶液の液面が球 A の二つの標線の間にくるようにする。この粘度計を、材料成分各条に規定する温度 ($\pm 0.1^\circ\text{C}$) の恒温槽中に、球 C が水の中に没するまで入れ、垂直に保持し、試料溶液が規定の温度になるまで約 20 分間放置する。管 3 を指で閉じて空気の泡が管 2 中に入らないようにし、管 2 の上端から弱く吸引して液面を球 C の中心部まで引き上げた後、吸引をやめ、管 3 の管口を開き、直ちに管 2 の管口を閉じる。毛細管の最下端で液柱が切れていることを確認した後、管 2 の管口を開き、液面が球 B の上の標線から下の標線まで流下するのに要する時間 t (s) を測定する。

K の値は、あらかじめ、粘度計校正用標準液で同様な実験を行って定めておく。ただし、このときの温度は、各条で規定された温度に合わせる必要がある。

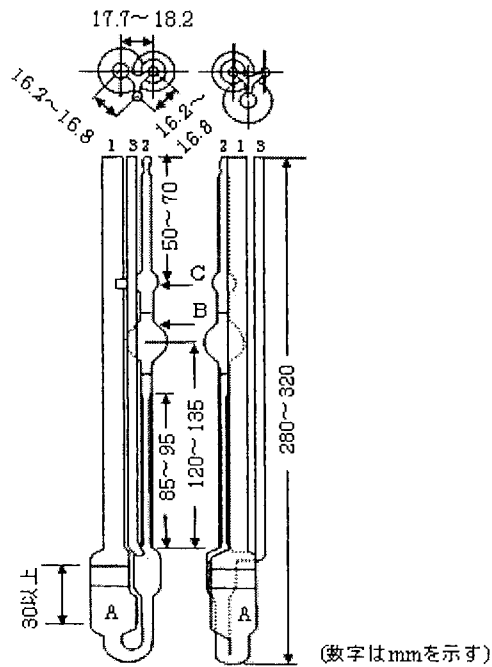


図1 毛細管粘度計の概略図

表1 ウペローデ型粘度計の規格

粘度計の概略の定数 (K) (mm^2/s^2)	毛細管の内径 (mm) [許容差 $\pm 10\%$]	球 B の容量 (mL) [許容差 $\pm 10\%$]	動粘度の測定範囲 (mm^2/s)
0.005	0.46	3.0	1~5
0.01	0.58	4.0	2~10
0.03	0.73	4.0	6~30
0.05	0.88	4.0	10~50
0.1	1.03	4.0	20~100
0.3	1.36	4.0	60~300
0.5	1.55	4.0	100~500
1.0	1.83	4.0	200~1000
3.0	2.43	4.0	600~3000
5.0	2.75	4.0	1000~5000
10.0	3.27	4.0	2000~10000
30.0	4.32	4.0	6000~30000
50.0	5.20	5.0	10000~50000
100.0	6.25	5.0	20000~100000

第2法 回転粘度計法

この測定法は、ニュートン液体あるいは非ニュートン液体に対して適用する方法であり、液体中を一定の角速度で回転するローターに作用する力（トルク）をバネのねじれ度で検出し、粘度に換算する原理等を応用した測定法である。

次の装置及び操作法を用いて粘度を測定する。

装置

粘度測定は次のいずれかの装置による。

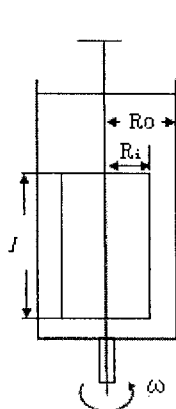


図2 共軸二重円筒形回転粘度計

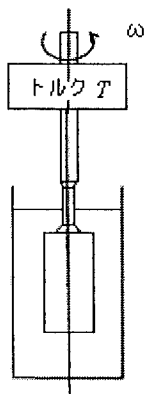


図3 単一円筒形回転粘度計

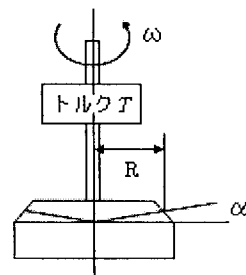


図4 円すい—平板形回転粘度計

(1) 共軸二重円筒形回転粘度計 (クエット型粘度計)

共軸二重円筒形回転粘度計は、同一中心軸を持つ外筒及び内筒のすきまに液体を満たし、内筒又は外筒を回転させるとき、液体を介して円筒間に伝わるトルク及びそれに対応する角速度を測定する粘度計である。

図2に示すように、内筒をねじり定数 k の針金で吊る。内筒及び外筒の半径をそれぞれ R_i 、 R_o とし、内筒が液体に浸る部分の長さを l とする。外筒中に液体を入れ、一定の角速度 ω で回転させるとき、液体の粘性のために内筒も回転を始めるが、針金にトルク T が生じるため、内筒は θ だけ回転して釣り合う。このとき $T = k\theta$ であり、 ω と θ との関係測定することにより、液体の粘度 η を次式によって算出する。内筒を回転させた場合にも、同様の式が成り立つ。

$$\eta = \frac{100T}{4\pi l \omega} \left(\frac{1}{R_i^2} - \frac{1}{R_o^2} \right)$$

η : 液体の粘度 (mPa·s)

π : 円周率

l : 円筒 (内筒) の長さ (cm)

ω : 角速度 (rad/s)

T : 円筒面に作用するトルク ($10^{-7}\text{N}\cdot\text{m}$)

R_i : 内筒の外径の 1/2 (cm)

R_o : 外筒の内径の 1/2 (cm)

(2) 単一円筒形回転粘度計 (ブルックフィールド型粘度計)

単一円筒形回転粘度計は、液体中の円筒を一定角速度で回転させたときのトルクを測定する粘度計である。装置の概略を図3及び図5に示す。あらかじめ粘度計校正用標準液を用いて実験的に装置定数 K_B を定めることにより、液体の粘度 η を次式によって算出する。

$$\eta = K_B \frac{T}{\omega}$$

η : 液体の粘度 (mPa·s)

K_B : 装置定数 (rad/cm³)

ω : 角速度 (rad/s)

T : 円筒面に作用するトルク (10⁻⁷N·m)

(3) 円すい—平板形回転粘度計 (コーンプレート型粘度計)

円すい—平板形回転粘度計は、同一回転軸を持つ平円板及び頂角の大きい円すいの隙間に液体を挟んで、一方を回転させ、他方の受けるトルク及びそれに対応する角速度を測定する粘度計である。装置の概略は図4に示す。

円すいと平円板の角度 α の隙間に液体を入れ、円すい又は平円板を一定の角速度若しくは一定のトルクで回転させ、定常状態に達したときの平円板又は円すいが受けるトルク及びそれに対応する角速度を測定することにより、液体の粘度 η を次式によって算出する。

$$\eta = \frac{3\alpha}{2\pi R^3} \cdot \frac{100T}{\omega}$$

η : 液体の粘度 (mPa·s)

π : 円周率

R : 円すいの半径 (cm)

α : 平円板と円すいとがなす角度 (rad)

ω : 角速度 (rad/s)

T : 平円板又は円すい面に作用するトルク (10⁻⁷N·m)

操作法 :

(1) 回転粘度計一般

粘度計は、その回転軸が水平面に対し垂直になるように設置する。材料成分各条に規定する試料溶液を調製し、必要量を装置に充て込んだ後、各条に規定する温度になるまで放置する。粘度の測定精度を1%以内とする必要がある場合、測定系の温度制御は±0.1℃以内に保つ必要がある。次に、試料溶液が、規定の温度にあることを確認した後、装置を作動させる。回転が定常状態に達し、回転数又はトルクに対応する粘度計の指示目盛が安定した後、指示値を読み取り、各々の装置に対応した計算式を用いて粘度 η を算出する。また、あらかじめ粘度計校正用標準液を用いて測定を行い、装置定数の決定又は確認及び操作法の妥当性の確認を行う。

なお、非ニュートン液体の場合、一定の回転速度又は一定のトルクを負荷してみかけの粘度を得る操作を、回転速度又はトルクを変えながら繰り返し、これら一連の測定から試料溶液のずり速度とずり応力の関係 (流動曲線) を得る。

粘度計の校正は、水及び粘度計校正用標準液を用いて行う。これらは、回転粘度計の装置定数を決定又は確認するために用いる。また、粘度計の定期的な校正に用い、規定された測定精度が確保されていることを確認する。

(2) ブロックフィールド型粘度計

ローターの種類及び回転数は可変になっており、試料液体に適したものを選ぶ。材料成分各条で規定するローターEとガードFをとり付ける。回転数の切り換えつまみAを各条で規定する回転数に設定する。試料溶液を入れた容器中にEを静かに入れ、試料溶液の液面を液浸マークDに一致させる。スイッチを入れ、Eを回転させると指針Bは0より動き始める。Bが安定するか、あるいは、一定時間経過した後、回転を止め、Bの示す目盛りCを読む。この指示値に、使用したEの種類及び回転数によって定まる換算定数（例えば表2）を乗じて、試料の粘度を算出する。

例えば、各条で、1500～2500（2号、12回転、30秒）ミリパスカル秒（mPa・s）と規定したものは、2号ローターを用い、1分間12回転で30秒後の粘度が1500～2500ミリパスカル秒（mPa・s）であることを示す。また、各条で30000～40000（4号、12回転、安定）ミリパスカル秒（mPa・s）と規定したものは、4号ローターを用い、1分間12回転で指針の目盛り示度が安定したときの粘度が30000～40000ミリパスカル秒（mPa・s）であることを示す。

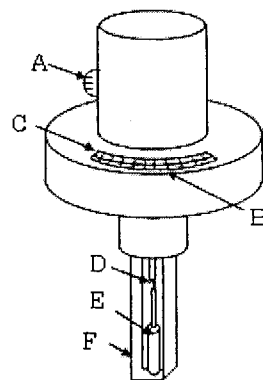


図5 回転粘度計

A：回転数切り換えつまみ、B：指針、C：目盛り、D：液浸マーク、E：ローター、F：ガード

回転数	60	30	12	6
ローターの種類				
アダプター	0.1	0.2	0.5	1.0
1号	1	2	5	10
2号	5	10	25	50
3号	20	40	100	200
4号	100	200	500	1000

17. pH 測定法

pH は、水溶液中の水素イオン濃度の値に活動度係数を乗じた値、すなわち水素イオン活量の逆数の常用対数で定義され、実用的には、試料溶液中の水素イオン濃度の尺度として用いられる。

試料溶液の pH は、標準溶液の pH (pH_s) と関連づけて次の式で表され、ガラス電極を用いて pH 計により測定される。

$$\text{pH} = \text{pH}_s + \frac{E - E_s}{2.3026RT/F}$$

pH_s : pH 標準液の pH

E : 試料溶液中でガラス電極と参照電極を組み合わせた電池の起電力 (V) で、電池の構成は次に示される。

ガラス電極 | 試料溶液 | 参照電極

*E*_s : pH 標準液中でガラス電極と参照電極を組み合わせた電池の起電力 (V) で、電池の構成は次に示される。

ガラス電極 | pH 溶液 | 参照電極

R : 気体定数

T : 熱力学的温度

F : ファラデー定数

式中の $2.3026RT/F$ は、単位 pH あたりの起電力 (V) の大きさを表し、表 1 に示すような温度依存性がある。

表 1 起電力の温度依存性

液温 (°C)	2.3026 <i>RT/F</i> (V)	液温 (°C)	2.3026 <i>RT/F</i> (V)
5	0.05519	35	0.06114
10	0.05618	40	0.06213
15	0.05717	45	0.06313
20	0.05817	50	0.06412
25	0.05916	55	0.06511
30	0.06015	60	0.06610

pH 標準液

pH 標準液は pH の基準として用いる。pH 標準液の調製に用いる水は、精製水を蒸留し、留液を 15 分以上煮沸した後、二酸化炭素吸収管 (ソーダ石灰) を付けて冷却する。表 2 に示す 6 種類の pH 標準液を定めるが、それぞれの pH 標準液は、規定された方法により調製する。

これらの pH 標準液は、硬質ガラス瓶又はポリエチレン瓶中に密閉して保存する。なお、塩基性の pH 標準液の保存には、二酸化炭素吸収管を付けての保存が有効である。また、長期間の保存によって pH 値が変化することがあるので、調製後長期にわたるものは新たに調製したものと比較して、pH 値が同一であることを確認してから使用する必要がある。

- (1) シュウ酸塩 pH 標準液 pH 測定用二シュウ酸三水素カリウム二水和物を粉末とし、デシケーター (シリカゲル) で乾燥した後、その 12.71g (0.05mol) を正確に量り、水に溶かして正確に 1000mL

とする。

- (2) フタル酸塩 pH 標準液 pH 測定用フタル酸水素カリウムを粉末とし、110°Cで恒量になるまで乾燥し、その 10.21g (0.05mol) を正確に量り、水に溶かして正確に 1000mL とする。
- (3) リン酸塩 pH 標準液 pH 測定用リン酸二水素カリウム及び pH 測定用リン酸水素二ナトリウムを粉末とし、110°Cで恒量になるまで乾燥し、リン酸二水素カリウム 3.40g (0.025mol) 及びリン酸水素二ナトリウム 3.55g (0.025mol) を正確に量り、水に溶かして正確に 1000mL とする。
- (4) ホウ酸塩 pH 標準液 pH 測定用四ホウ酸ナトリウム十水和物をデシケーター（臭化ナトリウム飽和溶液）中に放置し、恒量とした後、その 3.81g (0.01mol) を正確に量り、水に溶かして正確に 1000mL とする。
- (5) 炭酸塩 pH 標準液 pH 測定用炭酸水素ナトリウムをデシケーター（シリカゲル）で恒量になるまで乾燥したもの 2.10g (0.025mol) 及び pH 測定用炭酸ナトリウムを 300~500°Cで恒量になるまで乾燥したもの 2.65g (0.025mol) を正確に量り、水に溶かして正確に 1000mL とする。
- (6) 水酸化カルシウム pH 標準液 pH 測定用水酸化カルシウムを粉末とし、その 5g をフラスコにとり、水 1000mL を加え、よく振り混ぜ、23~27°Cとし、十分に飽和した後、その温度で上澄液をろ過し、澄明なる液（約 0.02mol/L）を用いる。

これらの pH 標準液の各温度における pH 値を表 2 に示す。この表にない温度の pH 値は表の値から内挿法により求める。

表 2 6 種の pH 標準液の pH の温度依存性

温度 (°C)	シュウ酸塩 pH 標準液	フタル酸塩 pH 標準液	リン酸塩 pH 標準液	ホウ酸塩 pH 標準液	炭酸塩 pH 標準液	水酸化カルシウム pH 標準液
0	1.67	4.01	6.98	9.46	10.32	13.43
5	1.67	4.01	6.95	9.39	10.25	13.21
10	1.67	4.00	6.92	9.33	10.18	13.00
15	1.67	4.00	6.90	9.27	10.12	12.81
20	1.68	4.00	6.88	9.22	10.07	12.63
25	1.68	4.01	6.86	9.18	10.02	12.45
30	1.69	4.01	6.85	9.14	9.97	12.30
35	1.69	4.02	6.84	9.10	9.93	12.14
40	1.70	4.03	6.84	9.07		11.99
50	1.71	4.06	6.83	9.01		11.70
60	1.73	4.10	6.84	8.96		11.45

装置

pH 計は、通例、ガラス電極及び、参照電極からなる検出部、検出された起電力を増幅する増幅部及び測定結果を表示する指示部からなる。指示部には、ゼロ校正用つまみ及びスパン（感度）校正用つまみがある。その他、装置によっては温度補償用つまみなどを備えたものがある。

pH 計は、次の操作法に従い、任意の種類の pH 標準液の pH を毎回検出部を水でよく洗った後、5 回繰り返して測定するとき、指示値の再現性が±0.05pH 単位以内のものを用いる。

操作法

ガラス電極は、あらかじめ水に数時間以上浸しておく。pH 計に電源を入れ、装置が安定したことを確認した後、使用する。検出部をよく水で洗い、付着した水はろ紙などで軽くふきとる。

pH 計の校正は、二種類の pH 標準液を用いて、通例、次のように行う。電極をリン酸塩 pH 標準液に浸し、ゼロ校正用つまみを用いて表に掲げた pH に一致させる。次に、予想される試料溶液の pH 値を挟むような pH 値をもつ pH 標準液を第二の標準液として、同様の条件でその pH を測定する。得られた pH が表に掲げた pH に一致しないとき、スパン校正用つまみを用いて、規定の pH に一致させる。二つの pH 標準液の pH が、調整操作なしに規定された pH に、 ± 0.05 pH 単位以内で一致するまで同様の操作を繰り返す。なお、温度補償用つまみがある装置を用いる場合、目盛値を pH 標準液の温度に合わせた後、校正を行う。

なお、自動化された装置において、以上の操作を自動的に行う機能を有している場合、二つの pH 標準液の pH が、規定された pH に ± 0.05 pH 単位以内で一致することを定期的に確認する必要がある。

装置の校正が終了した後、検出部をよく水で洗い、付着した水はろ紙などで軽くふきとる。検出部を試料溶液に浸し、安定な指示値を与えていることを確認した後、その値を読みとる。測定にあたり、必要ならば、試料溶液を緩やかにかき混ぜることができる。

なお、試料溶液の温度は、校正に用いた pH 標準液の温度と等しくさせる必要がある ($\pm 2^\circ\text{C}$ 以内)。また、試料溶液がアルカリ性であるとき、必要ならば、測定用の容器はふた付きのものをを用い、窒素などの不活性ガス気流中で測定を行う。また、pH11 以上で、アルカリ金属イオンを含む液は誤差が大きいため、アルカリ誤差の少ない電極を用い、更に必要な補正をする。

注意：pH 計の構造及び操作法の細部はそれぞれの pH 計によって異なる。

18. 比重及び密度測定法

密度 ρ (g/mL 又は g/cm^3) とは物質の単位体積あたりの質量であり、比重 d とは、ある体積を有する物質の質量とそれと等体積の標準物質の質量との比であり、相対密度ともいう。

比重 d_t' とは、試料と水 (H_2O) とのそれぞれ温度 t' $^\circ\text{C}$ 及び t $^\circ\text{C}$ における等体積の質量の比をいう。別に規定するもののほか、比重は d_4^{20} の値とする。

第1法 比重瓶による測定法

(1) 液体試料の場合

比重瓶は、通例、内容 10~100mL のガラス製容器で、温度計付きのすり合わせの栓と標線及びすり合わせのふたのある側管とがある。あらかじめ清浄にし、乾燥した比重瓶の質量 W を量る。次に栓及びふたを除き、試料を満たして規定温度 t' $^\circ\text{C}$ より 1~3 $^\circ\text{C}$ 低くし、泡が残らないように注意して栓をする。徐々に温度を上げ、温度計が規定温度を示したとき、標線の上部の試料を側管から除き、側管にふたをし、外部をよくふいた後、質量 W_1 を量る。同じ比重瓶で水を用いて同様に操作し、その規定温度 t $^\circ\text{C}$ における質量 W_w を量り、次の式より比重 d_t' を求める。

$$d_t' = \frac{W_1 - W}{W_w - W}$$

また、試料及び水に対する測定を同一温度で行うとき ($t' = t$)、温度 t °Cにおける試料の密度 ρ_T' を表 1 に示した温度 t °Cにおける水の密度 ρ_w' 及び測定された比重 d_i' を用いて、次の式により計算することができる。

$$\rho_T' = \rho_w' d_i'$$

表 1 水の密度 (ρ_w')

温度°C	密度 g/mL	温度°C	密度 g/mL	温度°C	密度 g/mL	温度°C	密度 g/mL
0	0.99984	10	0.99970	20	0.99820	30	0.99565
1	0.99990	11	0.99961	21	0.99799	31	0.99534
2	0.99994	12	0.99950	22	0.99777	32	0.99503
3	0.99996	13	0.99938	23	0.99754	33	0.99470
4	0.99997	14	0.99924	24	0.99730	34	0.99437
5	0.99996	15	0.99910	25	0.99704	35	0.99403
6	0.99994	16	0.99894	26	0.99678	36	0.99368
7	0.99990	17	0.99877	27	0.99651	37	0.99333
8	0.99985	18	0.99860	28	0.99623	38	0.99297
9	0.99978	19	0.99841	29	0.99594	39	0.99259
10	0.99970	20	0.99820	30	0.99565	40	0.99222

(2) 固体試料の場合

固体試料の測定ができる比重瓶を用いる。試料は測定できる大きさに砕いたものを用いる。粉末、顆粒、ペレット又はフレーク状のもので測定できる大きさの場合は、そのままの形で試料とする。

あらかじめ清浄にし、乾燥した比重瓶の質量 W を 1.0mg の桁まで量る。適量の試料を比重瓶に採り、質量 W_1 を量る。次に、規定温度 t' より 1~3°C低い温度に調節した浸せき液を入れて、試料を浸し、デシケーターに入れて真空にして、試料から完全に空気を抜き出す。常圧に戻した比重瓶を浸せき液で満たした後、恒温水槽に入れて、規定温度 t' にする。次に、比重瓶の容量限界まで正確に浸せき液で満たし、付着液をよくふき取った後、質量 W_2 を量る。比重瓶を空にして清拭した後、一度沸騰させた蒸留水で満たし、前記と同様に脱気し、規定温度 t' における質量 W_w を測定する。浸せき液に水を用いた場合、試料の比重 d_i' ($t' = t$) は次の式により計算することができる。

$$d_i' = \frac{W_1 - W}{(W_w - W) - (W_2 - W_1)}$$

水以外の浸せき液を用いる場合には、その浸せき液で同様の操作を繰り返し、質量 W_{IL} を測定し、下記の計算式で浸せき液の密度 ρ_{IL}' を計算する。

$$\rho_{IL}' = \frac{W_{IL} - W}{W_w - W} \times \rho_w'$$

ρ_w' : 規定温度 t における水の密度 (g/cm³) (表 1 参照)

試料の密度 ρ_T' は、次の式により計算することができる。

$$\rho_T' = \frac{(W_1 - W) \times \rho_{IL}'}{(W_{IL} - W) - (W_2 - W_1)}$$

$t' \neq t$ のとき試料の比重 d_t' は、表 1 の t における水の密度 ρ_w' を用いて次の式により計算することができる。

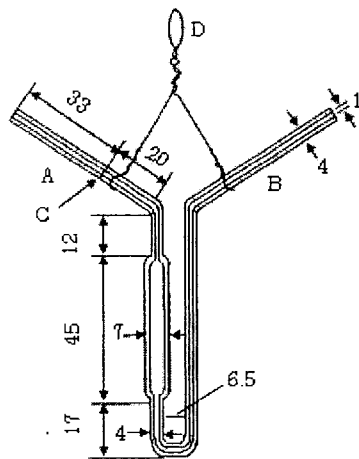
$$d_t' = \frac{\rho_T'}{\rho_w'}$$

浸せき液 試料より比重が小さく、試料に対し、溶解、膨潤、反応などの相互作用のない密度が既知の液体。通常は、新しい蒸留水、精製鉱油などを用いる。気泡を除くため 0.1% 以下の湿潤剤を添加することもある。

第 2 法 シュプレングル・オストワルドピクノメーターによる測定法

シュプレングル・オストワルドピクノメーターは、通例、内容 1~10mL のガラス製容器で、図 1 のように両端は肉厚細管（内径 1~1.5mm、外径 3~4mm）となっており、一方の細管 A には標線 C がある。あらかじめ清浄にし、乾燥したピクノメーターを白金又はアルミニウムなどの線 D で化学はかりの腕のかぎにかけて質量 W を量る。次に規定温度より 3~5℃ 低い試料中に細管 B を浸す。A にはゴム管又はすり合わせの細管を付け、泡が入らないように注意し、試料を C の上まで吸い上げる。次に規定温度 t' °C の水浴中に約 15 分間浸した後、B の端にろ紙片を当て、試料の先端を C に一致させる。水浴から取り出し、外部をよくふいた後、質量 W_1 を量る。同じピクノメーターで水を用いて同様に操作し、その規定温度 t °C における質量 W_w を量る。次の式により比重 d_t' を計算する。

$$d_t' = \frac{W_1 - W}{W_w - W}$$



(数字はmmを示す)

図 1 シュプレングル・オストワルドピクノメーター

また、試料及び水に対する測定を同一温度で行うとき ($t' = t$)、温度 t' °C における試料の密度 ρ_T' を、表 1 に示した温度 t °C における水の密度 ρ_w' 及び測定された比重 d_t' を用いて、次の式により計算することができる。

$$\rho_T' = \rho_w' d_t'$$

第3法 振動式密度計による測定法

振動式密度計による密度の測定は、液体又は気体試料を含むセルの固有振動周期 T (s) を測定することにより、試料の密度を求める方法である。密度を測定しようとする液体又は気体を導入された試料セルに振動を与えるとき、試料セルは試料の質量に依存した固有振動周期をもって振動する。試料セルの振動する部分の体積を一定とすれば、そのときの固有振動周期の2乗と試料の密度との間には直線関係が成立する。

本法によって試料の密度を測定するためには、あらかじめ、規定温度 t °Cにおいて2種類の標準物質（密度 ρ_{S1} 、 ρ_{S2} ）につき、それぞれの固有振動周期 T_{S1} 及び T_{S2} を測定し、試料セル定数 K_T ($\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}\text{s}^2$) を次式より定めておく必要がある。

$$K_T = \frac{\rho'_{S1} - \rho'_{S2}}{T_{S1}^2 - T_{S2}^2}$$

通例、標準物質として水及び乾燥空気が用いられる。温度 t °Cにおける水の密度 ρ'_{S1} は表1より求め、乾燥空気の密度 ρ'_{S2} は次式より計算する。ただし、乾燥空気の気圧を p kPa とする。

$$\rho'_{S2} = 0.0012932 \times \{273.15 / (273.15 + t)\} \times (p / 101.325)$$

次にセル定数が定められた試料セルに試料を導入し、同様にして試料の固有振動周期 T_T を測定すれば、先に求めた標準物質の固有振動周期 T_{S1} 及び規定温度 t °Cにおける水の密度 ρ'_{S1} を用い、次式より試料の密度 ρ'_T を求めることができる。

$$\rho'_T = \rho'_{S1} + K_T (T_T^2 - T_{S1}^2)$$

温度 t °Cの水に対する試料の比重 d'_t は、表1に示した温度 t °Cの水の密度 ρ'_W を用いて次式より求められる。

$$d'_t = \frac{\rho'_T}{\rho'_W}$$

装置

振動式密度計は、通例、内容積約 1mL の管状でその一端を固定したガラス製の試料セル、試料セルに初期振動を与える発振器、固有振動周期の検出部および温度調節部から構成される。

振動式密度計の試料セル室周辺の構造を図2に示す。

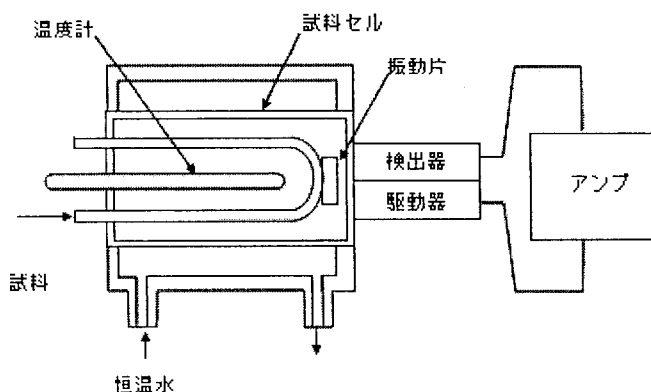


図2 振動式密度計

操作法

試料セルと水及び試料を測定しようとする温度 t °C にあらかじめ調整しておく。試料セルを水又は適当な溶媒を用いて洗浄した後、乾燥空気を通気して十分に乾燥する。乾燥空気の流れを止め、一定温度が保持されていることを確認した後、乾燥空気の与える固有振動周期 T_{S2} を測定する。別に測定場所の大気圧 p kPa を測定しておく。次に試料セルに水を導入し、水の与える固有振動周期 T_{S1} を測定する。水及び乾燥空気についてこれらの値を用いて試料セル定数 K_C を定める。

次に試料セル中に試料を導入し、一定温度が保持されていることを確認した後、試料の与える固有振動周期 T_T を測定する。水及び試料の固有振動周期、水の密度 ρ_{S1}' 及び試料セル定数 K_C より、試料の密度 ρ_T' を求める。また、必要があれば、温度 t °C の水に対する試料の比重 d_T' は、表 1 に示した水の密度 ρ_W' を用いて計算される。

なお、試料セル中に試料又は水を導入するとき、気泡が入らないよう注意する必要がある。

第 4 法 浮沈法 化学繊維及びプラスチック（粒状、ペレット状、フレーク状等）試料の比重測定に適用する。

(1) 化学繊維試料の場合

繊維試料約 0.1g をとり、適切な脱油液（表 2）約 20mL に約 1 時間浸せきして脱油後、風乾し、かみそりなどを用いて 0.5~1.0mm に切断した後、真空デシケーター（真空度 0.5kPa 以下）中で絶乾状態になるまで乾燥してから用いる。調製した比重測定液約 8mL を沈殿管に入れ、試料を少量投入する。沈殿管に栓をして、試料をよく分散させ、遠心分離器にかけて気泡を除いた後、規定温度 $t \pm 0.1$ °C の恒温水槽中に浸せきし、約 30 分間放置する。試料の浮沈状態を観察し、その状態によって比重測定液の重液又は軽液（表 3）を適量添加し、試料が容器内液中で浮沈平衡状態になるように液の比重を調整する。調整後更に 30 分間恒温水槽中に放置し、試料の浮沈平衡状態を確認する。確認後、測定液の比重を第 1~3 法によって測定し、試料の比重 d_T' とする。

比重測定液 測定繊維試料に対する重液と軽液（表 3）の適量を添加し、メスシリンダー中で混合し、混合液の比重が測定試料の比重の ± 0.02 の範囲内に入るように調製する。

表 2 化学繊維試料の脱油に用いる脱油液

対象繊維	脱油液
ポリエステル	メタノール
アセテート	ジエチルエーテル
ポリプロピレン	エタノール
その他	エタノール・ベンゼン混合液（容量比 1 : 2）

表 3 重液・軽液

対象繊維	重液	軽液
ポリプロピレン	水	エタノール
ポリエステル	パークロロエチレン	n-ヘプタン
その他	パークロロエチレン	トルエン

(2) プラスチック（粒、ペレット、フレーク等の形状）試料の場合

250mL のメスシリンダーに調製した比重測定液を正確に 100mL 入れ、規定温度 $t' \pm 0.1^\circ\text{C}$ の恒温水槽中に浸せきする。試料の幾つかをシリンダーに投入し、気泡がつかないように底まで沈める。約 5 分間放置し、数回かくはんしながら、規定温度 t' に安定させる。試料の浮沈状態を観察し、その状態によって比重測定液の重液又は軽液を適量添加し、試料が容器内液中で浮沈平衡状態になるように液の比重を調整する。調整後更にしばらく恒温水槽中に放置し、試料の浮沈平衡状態を確認する。確認後、測定液の比重を第 1～3 法によって測定し、試料の比重 d'_t とする。

比重測定液 試料に対し、溶解、膨潤、反応などの相互作用のない、密度の異なった 2 種類の相溶性のある液体で、新しく蒸留されたものをそれぞれ重液、軽液とする。重液、軽液の適量を混合し、混合液の比重が試料の比重の ± 0.02 の範囲内になるように調製したものを測定開始時の比重測定液とする。

第 5 法 密度こうばい管を用いた測定法

固体試料を液体中に入れたとき、固体の密度が液体の密度より、大きければ沈降し、小さければ浮上し、等しければ浮遊静止する。密度こうばい管法は、この原理を利用するもので、用いる密度こうばい液が、試料に対して、反応、溶解、膨潤などの作用を及ぼさない場合で、試料の体積が 0.5cm^3 以下程度の試料に適用できる。

密度こうばい管は、垂直に設置した目盛付きガラス円筒で、密度の異なる 2 種類の液体を、その混合比を連続的に変えながら注入することによって調製する。密度こうばい管の目盛と密度の関係は、標準フロートを用いて校正しておく。

装置

図 3 に示す。

- a) ガラス円筒 長さ 1m、内径 4.5cm で、少なくとも 85cm の長さにわたって mm 目盛、10mm おきの全周回線及び 1cm、2cm、又は 5cm ごとの数値表示をもち、その上部にすり合わせキャップのついているもの。ただし、十分に目的を達することのできる場合には、異なる寸法のガラス円筒を使用してもよい。
- b) ガラス容器 同一直径のもの 2 個、それぞれ約 2000mL 又は 1000mL のもの。
- c) サイホン 図 3 に示すもの。