

## トリクロールエチレン及び安定化せる

## トリクロールエチレンの規格 (英國)

中山 修 平

トリクロールエチレン( $C_2HCl_3$ )は無水アルコールの製造に於ける脱水剤、ドライクリーニング、有機溶剤等の用途に多量に使用せられつゝあるもので本邦に於ける之が工業的利用も益々將來性を約されて居る様に考へられる。本項は英國規格局が定めたる所謂學術上のトリクロールエチレン及び安定化せるトリクロールエチレンの英國規格に関する紹介である。

## トリクロールエチレンの規格

## (1) 外 観

無色透明にして浮游物なきこと。

## (2) 比 重

15°Cに於ける比重は1.469~1.475の間に、20°Cに於ける比重は1.461~1.468の間にあること。

## (3) 蒸 溜 限 界

(A)に記載せし方法に依つて蒸溜する時學術上のトリクロールエチレンに對しては760 氣壓で86.2°C~87.2°Cの間で、安定化せるものに對しては86°C~88°Cの間で95%以上の溜液が溜出するものたること。

## (4) 蒸 發 殘 渣

(B)に記載せし方法にて試験する時不揮發性殘渣の重量0.01%以下たること。

## (5) 酸 度

酸度は鹽酸にて表はし0.002%を超えざること。測定法は(C)に依る。

## (6) 遊 離 ク ロ ー ル

(D)に記載せし方法にて試験する時遊離クロールの反應を示さざること。

## (7) 試料採取及び其の量

以上の實驗に供する試料は約1Lを要し、採取せる試料は乾燥せし清潔な暗色ガラス容器に入れる。容器は密栓し空氣を遮斷しその容量は採取試料の容量よりも餘り大なるものたらざること。而して暗所に貯藏し置くものとす。

## 〔A〕蒸溜限界測定法

## 蒸 溜 装 置 :

装置は圖1(或は1a)及2(或は2a)に示す如くにして次の如き部分より成る。

- a) 蒸溜フラスコ A。
- b) Anschütz 型の溫度計。
- c) Liebig 型のガラス凝縮器 B, 圖1aに示す如き裝置に於いては溜液の出口にアダプター K を附す。
- d) 受器 C はガラス製メスシリンダーなり。
- e) プンゼンバーナー D にはガスタップを附し鮮明なる輝きを持つ火焰を全く顯さざる様になす。

f) 通風障壁は次の如し。

(i) 圖 1 に示す如き装置に於いては圓筒形の金屬仕切りを有し即ち F にて區分され、F は中心に直徑 5cm の圓形の孔を有する厚さ 6 mm の石棉板であつて石棉板は圓筒の縁に支へ従つて石棉板の直徑は石棉板の孔の直徑よりも大である。障壁の底部には直徑約 1 cm の 6 個の通風孔を有し火焰を観察する爲には石英の覗き窓を有す。障壁の上部にはフラスコの側管が挿入出来る様孔を開けてある。頂部は無蓋である。

(ii) 圖 1 a に示す如き装置に於いては直徑 300 mm の金屬製半圓筒形の板にしてフラスコの側管より稍上方に達するだけの高さのものであつて石棉板 F は圓形の孔を有して居る。

g)  $\frac{1}{2}$ 秒を測定出来る振子 H は蒸溜の度合の測定に用ふる。

#### 装置の使用法：

a) 供試トリクロールエチレン 100 モルは清潔な多孔性陶土と共にフラスコ中に入れる。

b) 溫度計は確かりと固着せるコルクにてフラスコの頸部に固定し溫度計の F の球が排出管の丁度下に来る様な位置に置く。フラスコの側管はコルクにて凝縮器に確かり固定し圖 1 或は 1 a に示す如き距離だけ凝縮器中に挿入するものとす。フラスコは直立せしめ石棉板の穴に押し込む如くなし通風障壁はバーナーの火焰が集中する様に排列する。

c) トリクロールエチレンの溜液が毎分 3~4 モルの割合に流出する様火焰の調節をなし最小限度の火焰が必要ならばバーナーとフラスコの底との間の距離を調節する。所謂學術上のトリクロールエチレンに對しては溫度計が 86.2~87.2°C を示せる時、安定化せるトリクロールエチレンに對しては 86~88°C を示せる時受器中の溜液量を讀むものとす。各場合共原液と殘溜液の容量の差は即ちこの温度の間で溜出された溜液の容量%である。

註：氣壓が 760 mm でない場合は次の如くして温度の補正を行はねばならぬ。

760mm 以下の場合は下るこゝ 10mm 毎に 0.4°C を加ふ。760mm 以上の場合は昇るこゝ 10mm 毎に 0.4°C を減ず。この補正は蒸溜開始直前に行ふこゝ必要なり。

#### 〔B〕 蒸發殘渣測定法

トリクロールエチレン 100 モルを豫め秤量せる白金皿或は硝子皿に入れ湯煎上にて乾燥する迄蒸發し、この蒸發殘渣を乾燥器中で 98~100°C で 30 分間乾燥しデシケーター中で冷却し秤量する。蒸發殘渣は試料 100 g 中の g 數で表はす。

#### 〔C〕 酸度測定法

トリクロールエチレン 50 モルを有栓分別漏斗に移し之れに亘く沸騰せしめ冷却せる蒸溜水 50 モルを加へ激しく振盪したる後靜置し二層に分離せしめたる後下層を第 2 の分別漏斗に移し水層を有栓の受器に移す。再び水を加へ振盪を繰り返しその度毎に水層は上記受器に移すものとす。

以上の如くして集めたる水層をメチルレッド (水 1 L に 0.5 g のメチルレッドを溶解せるもの) を指示薬としてその 0.2 モルを添加し N/100 苛性曹達にて滴定する。此の滴定値は補正するこゝ必要なり。即ち蒸溜水は一般にメチルレッドに對してアルカリ性を示すからこの同一の水 150 モルを對照試験として滴定し前の滴定値より減するものとす。而して酸價はトリクロールエチレン 100 g に對する苛性曹達 g 數には表はす。

$$1 \text{ モル N/100NaOH} = 0.000365 \text{gHCl}$$

