

撫順小叢書之四

煤之分析 及其試驗法

秦廣忱譯

撫順礦務局編譯委員會編印

煤之分析及其試驗法

序

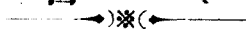
勿庸贅述，煤之分析及其試驗方法，乃決定煤在工業方面各種用途之極要關鍵。

東北工業基礎，悉爲帝國主義日本所遺留。在今日建設『工業的民主新東北』之偉大前提下，對個中有關若干規格與文獻撰譯一事，自屬完全必要。

譯者有鑑及此，不揣文筆非陋，敢就教於諸大家之前，藉收拋磚引玉之効。

—— 一九四九勞動節，於撫礦研究所 ——

目 次



第 一 章	總 則
第 二 章	試料採取方法
第 三 章	濕分測定方法
第 四 章	分析方法 分析試料調製方法 水分定量法 灰分定量法 揮發分定量法 固定炭素定量法 炭與氫之定量法 硫黃定量法 氮素定量法
第 五 章	發熱量測定方法
第 六 章	雜 則
第 七 章	附 錄
	附 錄 一、 煤之分類法
	〃 二、 灰中磷之定量法
	〃 三、 焦炭之比重及氣孔率試驗法
	〃 四、 根據分析結果對發熱量之計算法
	〃 五、 焦炭粘結力測定法
	〃 六、 選煤試驗法
	〃 七、 燃料比
	〃 八、 分析成分之一般

第一章 總 則

第一條 本規格適用於煤之分析及其試驗。其他亞煤，焦子，及工業用煉煤等之分析及試驗亦得準此。

第二章 試料採取方法

第二條 供分析及發熱量測定用之試料，先依第三條採其大量，次依第四條粉碎縮分。至水分測定用之試料則依第五條採取之。

第三條 大量試料每一原煤應為一筒。並須按其狀態及品質，均勻而確實使其該原煤之各號小量試料一致。但必要時，當事者亦得按原煤之數量，狀態，及煤質等，分為數單位，每一單位採大量試料一筒。

一、小量試料之數，根據煤質之良否。如灰分不滿15%時，則為10~30筒。15%以上時，則為20~50筒。但原煤之量不足100噸，煤質良好，且試料採取容易，認為在前記之數目以下亦可獲得充分代表該原煤之試料時，得適宜加減之。

二、小量試料之量，塊煤或塊矽煤為7~10斤公，小塊煤或粉煤為2~5公斤。但原煤之量不足100噸，煤質良好，且試料採取容易，並認為於上記數目以下亦得代表其原煤時，得適宜加減之。

備考：

1. 採取大量試料時，須善為觀察原煤之狀況，並週

應注意試料之與原煤塊粉比率是否一致。

2. 試料與原煤依船舶，駁舟，貨車等運搬之際，或在其他運煤機搬運中者，應選適當之場所及時間採取之。
3. 對貯煤場，或堆積如山及車載或船載之煤，應注意勿位於表面採取其試料。
4. 對卸車後立即粉碎之塊煤原煤，其試料應通過粉碎機後再行採取。
5. 採取之試料應積於不能混入異物之場所，並即刻縮分。如至縮分尚需較長時間，應注意勿直接曝於日光或雨雪等之下。
6. 採取試料用之器具，可按少量試料之量適宜使用之。

第四條 大量試料得依其次各項縮分之：

- 一. 大量試料之量於200公斤以上時，先依交互 shovel 法縮分（參閱附圖1），迨至100公斤之後，則用圓錐四分法（參閱附圖2）。次再依二分器更行縮分之。
- 二. 大量試料於不滿200公斤之場合，可即以圓錐四分法或二分器縮分。惟當縮分之際，應依適當方法，將所混入之塊先行粉碎至次列最大寸法以下，並充分混合，使其均一。

必須縮分之大量試料量 (kg)	混入塊之最大寸法 (mm)
500 以上	26
200 以上	20
100 以上	13
20 以上	10
5 以上	4.7

試料縮分至5公斤時，則依封印或其他方法放入試料容器中。務期採取之公允與正確。並須將採取之日時，採取者之姓名，及試料之號碼等，添記於附籤之上，而送往分析或發熱量測定之場所，以備調製。

備考：

1. 試料縮分之際，須注意勿使混入異物，或有所損失等。
2. 圓錐四分法中，堆積圓錐之際，常應使其由頂點落下，並須將圓錐更調其堆積場所3~4次。
3. 圓錐四分法中，迨試料之量縮分至50公斤以下時應於適當之布上（縱橫2米緻密者）反轉混合數次後，方可更行縮分之。
4. 二分器對試料之粒不滿10mm者用一號。10mm~13mm者用二號。
5. 交互shovel法或圓錐四分法，亦可用適當之試料採取機代之。
6. 試料容器為約可裝5公斤之布製者，其口或得緊緊，或附有金屬製之蓋等。

第五條 供濕分測定用之試料，每原煤為一筒。原煤秤量之際，按其濕潤之程度由5~10處均勻而正確於每處採小量試料約3公斤，合而為一筒。次按其各項處理。但採取需經長時間，或於採取中大氣之濕度變動甚劇之場合，則可將原煤分數單位，每一單位採取一筒。

- 一. 如於試料採取之現場，或於其附近行以濕分之測定時，則每小量試料可即刻秤量（秤量精度至5瓦），合而不經粉碎縮分亦再為測定試料。
- 二. 於遠隔之地行濕分測定時，各小量試料勿需秤量，應將其全部集於濕分無其變化之容器中後，依粉率機迅速粉碎縮分（參照第四條）。約成5公斤

刀即秤重之（秤量精度至5瓦）。次置於適當之容器中，並附記其重量，而送往濕分測定之場所。但由甚為濕潤之原煤所採取之試料，對其十分明顯之不能施以粉碎篩分者，可就每小量試料秤量（秤量精度至5瓦），置於適當之容器內，附記試料之重量而送往之。

- 三、於現場不能秤量試料時，可將試料放入不使濕分有甚變化之容器內，送進行濕分測定之場所。

第三章 濕分測定方法

第六條 濕分測定方法如次：

一、要旨

於室溫中將試料靜置於恒濕器內，迨其濕度平衡時，其減量對試料之百分比即為濕分。

二、操作

試料（於採取現場未行粉碎之試料，應粉碎適當之大小）依乾燥裝置（40°C以下），乾燥至不感濕潤之程度後，將其秤量（秤量精度至5瓦）。其減量對試料之百分比為第一次濕分（以A設之）。

第一次濕分測定之後，將試料依第四條之方法全部粉碎至4.7mm以下，取約1公斤，置重量已知之乾燥皿中，通以適當之空氣，於35°C以下乾燥2~6小時。次放入置有食鹽飽和溶液之恒濕器內，靜置一夜，再行秤量（秤量精度至1瓦）。求其重量差之百分比，是為第二次濕分（以B設之）。試料之濕分則依次式算出：

$$A + \frac{(100-A) \times B}{100} = \text{濕分}\%$$

備考：

1. 第二次濕分 (B) 之測定如重量增加時，則第二次濕分 (B) 之符號爲負。
2. 第二次濕分 (B) 得不用乾燥裝置，於恆濕器中靜置達重量一定後稱量亦可。
3. 急需時，可將試料縮分至10mm以下，取約1公斤，於35~40°C乾燥之，迨濕分之差至每小時不滿0.5%爲止。求其總減量對試料量之百分比，即爲濕分。但此種場合，須附記其要旨。

第七條 原煤之濕分得依其次各項算出之：

- 一. 合小量試料之全部而爲測定用試料時，則試料之濕分即爲原煤之濕分。
- 二. 如原煤分數單位，採其單位試料時。則各試料之濕分乘各試料所代表原煤量之總和，再以原煤總量除之，其值即爲原煤之濕分。

第四章 分析方法

第八條 分析試料之調製法 次：

供調製爲分析試料之試料，於充分混合之後，依圓錐四分法或二分器行以一次之縮分。次粉碎至 2.4mm 以下。反復縮分約成120瓦，則更行粉碎至 0.25mm 以下(60 mesh)。取其一部或全部置於分析試料容器內，開口放入置有食鹽飽和溶液之恆濕器中靜置之。使其濕度平衡，即爲分析試料。

供調製爲分析試料之試料如濕潤之際，則依室內乾燥，或依乾燥裝置(40°C以下)，乾燥至不感濕潤之程度後，再依前項處理之。

備考：

1. 分析試料須於分析試料容器中密蓋貯藏。但有長時間貯藏之必要時，得於恆濕器中適宜貯藏之。
2. 試料連續使用之場合，如試料容器內之濕度有變化之虞，可將容器緩為加蓋，於恆濕器中保存之。
3. 經過長時間貯藏之試料，欲再行使用之際，應更置於恆濕器內使其濕度平衡。

第九條 水分之定量法如次：

一. 要旨

將試料以 105 ~ 110 °C 加熱一小時後，求其減量對試料之百分比。即為水分。

二. 操作

將試料以於重量已知之有蓋容器中秤量。次置乾燥裝置中。除其蓋，以 105 ~ 110 °C 加熱一小時後。覆蓋，放入置有氯化鈣或濃硫酸之 Desiccator 中。迨冷卻與室溫一致時乃即刻秤量。求其減量依次式算出其水分。

$$\frac{\text{減量 (g)} \times 100}{\text{試料 (g)}} = \text{水分 \%}$$

本操作同一人須反復二次。其結果之差如超過下列之值，須更行反復，其二次結果之差，在下列之值以下時。則二次結果之平均值，即為所要之值。

水分	差
5 % 未滿	0.20 %
5 % 以上	0.30 %

第十條 灰分之定量法如次：

一. 要旨

試料於空氣中加熱約 750 °C，灰化後，求其殘存

無機物之量對試料之百分比。即為灰分之量。

二. 操作

將試料約1瓦於重量已知之容器內秤量。放入電爐或煤氣爐中，使空氣流通，徐徐加熱。迨揮發物大部除去之後，依750°C (±25°C) 加熱灰化。並以白金線攪拌，且注意勿使飛散。迨至完全認不出黑點時為止。次放入置有氯化鈣或濃硫酸之 Desicca tor 中冷卻至與室溫相等，乃立刻秤量。其灰量可依次式算出：

$$\frac{\text{灰量 (g)} \times 100}{\text{試料 (g)}} = \text{灰分\%}$$

本操作同一人須反復二次。其結果之差如超過下列之值時，則須更行反復。迨二次結果之差在次值以下時，即依二次結果之平均值為所要之值。

灰 分	差
15 % 以下	0.30 %
15 % 以上	0.50 %

備考：

灰之色調得附記之。

第十一條 揮發分之定量法如次：

一. 要旨

將試料於950°C加熱7分鐘後，求其減量。並計算對試料之百分比，減去水分。即為揮發分。

二. 操作

試料約1g於重量已知之白金坩堝內秤量後，加蓋，置於有950°C (±20°C) 之堅型管狀電爐中，加熱7分鐘。並即刻放入置有氯化鈣或濃硫酸之 Desicca tor 內。迨冷卻與室溫相等，加蓋秤量。

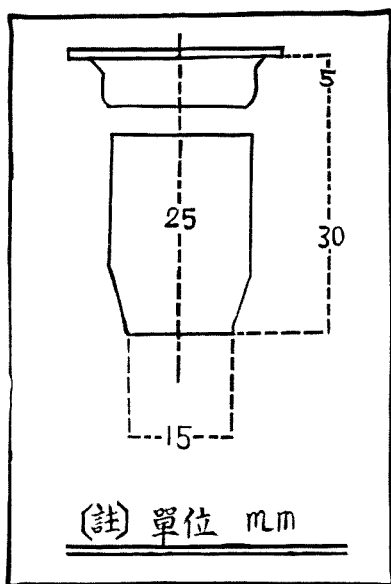
，求其減量，依次式算出揮發分：

$$\frac{\text{減量 (g)} \times 100}{\text{試料 (g)}} - \text{水分 \%} = \text{揮發分 \%}$$

關於測定加熱減量 ($= \frac{\text{減量 (g)} \times 100}{\text{試料 (g)}}$) 之操作，同一人須反復二次。其結果之差如超過 0.5 % 時，則須更行反復之。其二次結果之差在 0.5 % 以下之場合，其二次結果之平均值即爲所要之值。

備考：

- 一、白金坩堝如下圖所示。容量約 10cc，付蓋共重約 12g。蓋與坩堝並須密合之。



- 二、殘存於坩堝中之焦子形狀得記錄之。

第十二條 固定炭素對試料之百分比則依次式算出：

$$100 - (\text{水分}\% + \text{灰分}\% + \text{揮發分}\%) = \text{固定炭素}\%$$

第十三條 炭及氮之定量法如次：

一. 要旨

試料依乾式燃燒法直接於氮氣氣流中加熱。求炭與氮之量對試料量減水分量之百分比。即爲炭與氮之量。

二. 裝置 (參照附圖五四)

(一) 空氣及氮氣 (Gas) 之清淨裝置。

本裝置系將清淨時於容器中之空氣及氮氣 (Gas) 而順次連結裝有苛性鉀 (30%) 溶液之瓶 (a, a')，硫酸 (比重1.84) 瓶 (b, b')。與充有弗達石灰及氧化鈣管 (c, c') 之複式清淨裝置。並得依三叉管 (d) 任意調換其氣流。

(二) 燃燒裝置

燃燒管 (e, f, g) 爲電爐或適當之煤氣爐，得將燃燒管加熱至 800°C 以上。對試料，氧化銅，鉻酸銨之加熱溫度並得分別單獨調節之。燃燒管 (h) 爲內徑15~20mm，長1m之玻璃製或石英玻璃製者。將其各物遞諸漏斗順次挿入管中。兩端加以付有玻璃管之膠皮管，或延其一端，而連結吸收裝置。

1. 銅網管：將銅網以銅絲爲芯捲之，長約10mm。將其一端以便曳出。並豫行氧化。
2. 燃燒舟：金製或白金製者。
3. 銅網管或石綿管：將銅網捲或石綿塞，約以20mm之長，輕打之。

4. 氧化銅：將粒狀，小棒狀或片狀等之氧化銅，預行赤熱，其裝填長度為300~400mm。
5. 銅網捲：填至適宜之長度。
6. 鉻酸鉛：將粒狀之鉻酸鉛，裝填至約10mm之長度。
7. 銅網捲或石棉塞：填充至適當之長度。

(三) 吸收裝置

本裝置為使燃燒爐所出之煤氣吸收；而順次連結水分吸收管(K)。碳酸氣吸收管(L)。充有曹達石灰及氯化鈣之保護管(m)。及裝有氯化鈣之管(N)。最後則尚備有為吸引全裝置所發生燃燒煤氣之吸氣裝置(O)。

水分吸收管為U字管。填充粒狀之氯化鈣。碳酸Gas吸收管為附有氯化鈣支管之加里球(Potash Bulb)。內充含有少量過錳酸鉀之苛性鉀溶液(30%)約10cc。

三. 操作

裝置之各連結部分完全氣密後，則加熱其燃燒管，氧化銅 $800 \sim 850^{\circ}\text{C}$ (桃紅色)。鉻酸鉛 $600 \sim 650^{\circ}\text{C}$ (暗赤色)。道通空氣約30分鐘後，將 CO_2 吸收管及水分吸收管之重量稱量，須行數次，使其差不滿0.5mg。

次以試料0.1~0.3g，置燃燒舟中，放入有塞之稱量管內稱量之。

再次於通以經過Gas 清淨裝置之空氣中。氧化銅 $800 \sim 850^{\circ}\text{C}$ (桃紅色)，鉻酸鉛 $600 \sim 650^{\circ}\text{C}$ (暗

赤色)，豫行加熱。並將兩吸收管稱量，連結燃燒管。次將裝有試料之燃燒舟迅速插入於燃燒管之前方。略反間隔，填入銅網捲，而將燃燒管連結於Gas清淨裝置。

全裝置如此連結之後，送入空氣 (Gas)，觀查鹼液洗滌瓶及炭酸氣吸收管之氣泡而依吸氣裝置，調節空氣之送量。並將置於燃燒舟後方之銅網捲熱之。

次將燃燒舟由後方徐徐加熱，先使水分揮散。留意揮發物燃燒之程度，而使其熱逐漸向燃燒舟之前方進行。致使試料完全燃燒之。

集於燃燒管先端之水分，應注意保溫，全部送入水分吸收管中。

試料燃燒後，暫時通以氫氣，後將溫度下降，再通空氣約30分鐘。次取出兩吸收管，其兩端應善為密閉，並以潔布拭之。

求兩吸收管之增量依次式算出其炭與氫之量。

$$\frac{\text{炭酸Gas吸收管之增量 (g)}}{\text{試料 (g)}} \times \frac{3 \times 100}{11} \times \frac{100}{100 - \text{水分}\%} = \text{炭}\%$$

$$\frac{\text{水分吸收管增量 (g)} - (\text{試料 g} \times \frac{\text{水分}\%}{100})}{\text{試料 (g)}} \times \frac{100}{9} \times \frac{100}{100 - \text{水分}\%} = \text{氫}\%$$

本操作同一人須反復二次，其結果之差超過次值時，則應更行反復之。二次結果之差在次值以下之場合。其平均値即為所要之值。

炭	0.10%
氫	0.10%

備考。

1. 於含有特別多量灰分之試料，得按必要將篩孔開爲 $0.15 \sim 0.07\text{mm}$ 。此場合其水分應就此試料另行定量之。
2. 空氣或氣 (Gas) 有含可燃性不純物之虞時，應豫行除却。
3. 充填於水分吸收管中之氯化鈣，可使用通常含有氧化鈣並曾以乾燥之 CO_2 施和，更以空氣將過剩之 CO_2 除却者。
4. 碳酸氣吸收管之蒲里球 (Potash ball)，得依填有曹達石灰及氯化鈣之U字管代用之。
5. 秤量水分及碳酸氣吸收管之際，並應秤量保護管，以使其重量無何變化。

第十四條 全硫黃之定量法如次：

一. 要旨

試料依Eschka法處理，而將硫黃定量。其對試料之百分比即爲全硫黃。

Eschka法得用par式硫黃Bomb法代之。

二. 操作

(一) Eschka法：

試料約1g置容器中秤量，加Eschka合劑（氧化鎂2.曹達石灰1.）3g。充分混合後更以Eschka合劑U字管覆其表面。次放入電爐中，依低溫徐徐加熱30~50分鐘。溫度逐漸增高，於 $800 \sim 850^\circ\text{C}$ 使試料完全燃燒之。冷卻後將內容物以溫水洗落，全容約成100CC。次加飽和鹽水 $10 \sim 20\text{CC}$ 。時時攪拌，煮沸15~30分鐘後，將澄清液濾過於Beaer

中。並將殘渣以溫水充分洗滌，迨無硫酸 I^{on} 反應時爲止。

濾液及洗液合爲250~300CC。以鹽酸(1:1)中和。更加過剩量約1CC。煮沸之。驅逐其遊離溴素。次將即在沸騰之氯化鋇溶液(10%)約10CC，徐徐注入。並煮沸15~20分鐘。次於沸水上加熱二小時或靜置一夜。而將硫酸鋇之沈澱濾過，並依溫水洗滌，直至濾液無硫酸 I^{on} 反應時爲止。

將此沈澱物以約 100°C 乾燥。更使充分與空氣接觸灼熱後，放入置有氯化鈣或濃硫酸之Desiccator中，冷卻後稱量之。求其硫酸鋇之量，依次算出全硫黃之量。

$$\frac{(\text{本分析硫酸鋇g} - \text{空試驗硫酸鋇g}) \times 13.74}{\text{試}} = \text{全硫黃}\%$$

本分析須施以空試驗。

(二) Parr式硫黃Bomb法：

於Parr式硫黃Bomb中，取粉狀氯酸鉀約1g，試料約0.5，以玻璃棒充分攪拌。更加過氧化錳約10，覆蓋振盪。使充分混合。

次加附有點火線之木栓，氣密後，置冷卻槽內於流水冷卻中通電點火。迨更行冷卻之後，去其蓋，以熱水將附着物洗落於Beaker中。次將Bomb亦置於Beaker內，加玻璃皿(Water glass)覆之。用溫水50~75cc，使內含物完全溶解。

次將Bomb於依溫水洗滌中取出。徐徐加鹽酸(1:1)約40cc。完全中和。更加過剩之

量約1cc，經數分間煮沸後，濾過之。以下準前項處理。求其硫酸鈣之量而算出全硫黃之量。

本分析須施以空試驗。

前各項之操作，同一人須反覆二次，其結果之差超過次值時，則更行反復之。二次結果之差在次值以下，則其平均值即為所要之值。

全硫黃	差 %
1 % 未滿	0.05 %
1%以上2%未滿	0.10 %
2 % 以上	0.20 %

備考：

1. Eschka法之容器，應使用白金製皿（徑約50mm，深約25mm）或同底之磁製皿（徑約60mm，容量約35cc）。
2. 依parr式硫黃Bomb法處理無烟煤時，則除氯酸鉀外尚須加純安息香酸約0.3g。在加木蓋之際更須以少量之純安息香酸置此混合物上部之後，而行點火。
3. Parr式硫黃Bomb法中，如溶解Bomb內含物之溶液因有鏽存在而着色時，可加Alcohol約5cc，使煮沸分解後，再徐徐加以鹽酸（1：1）約40cc。
4. 當採錄分析結果之際，須附記其分析方法。

第十五條 不燃燒性硫黃之定量法如次：

一、要旨

將灰中之硫黃定量之，其對試料量減水分量之百

分比，即爲不燃燒性硫黃。

二. 操作

試料於空氣中加熱約750°C灰化後，將其灰約0.5 g於Beaker中稱量，加鹽酸(1:1) 10 cc，水10 cc，覆以錶面皿(Watchglass)，靜靜煮沸10~20分鐘後，濾過之。並以溫水充分洗滌，使濾液約成150 cc，以下則準第十四條處理。由次式定出不燃燒性硫黃之量。

$$\frac{\text{硫酸根 (g)}}{\text{稱量之灰分 (g)} \times (100 - \text{水分}\%)} \times 0.1374 \times \text{灰}\% \times 100 = \text{不燃燒性硫黃}$$

本操作須同一人反復二次，結果之差超過次值時，更行反復。

二次結果之差在次值以下之場合，則其二次結果之平均值，即爲所要之值。

不燃燒性硫黃	差
1%未滿	0.05 %
1%以上2%未滿	0.10 %
2%以上	0.20 %

第十六條 燃燒性硫黃對試料之百分比則依次式算出之。

$$\text{全硫黃}\% \times \frac{100}{100 - \text{水分}\%} - \text{不燃燒性硫黃} = \text{燃燒性硫黃}\%$$

第十七條 氮之定量法如次：

一. 要旨

將試料以Kjeldahl法處理。而定氮素之量。其對試料量減水分量之百分比即爲氮素之量。

二. 操作

試料約1g裝於Jeldahl Flask中秤量。加硫酸（比重1.84）約30cc。硫酸鉀7~10g。水銀0.6~0.8g。徐徐加熱，使溫度增高。造成淡黃色之後，尚須加熱二小時，至幾乎無色時為止。冷卻後加水200cc。此際發熱則更行冷卻。次加硫化鉀溶液（4%）25cc。使水銀沈澱。並按其必要可移入500cc之蒸溜Flask中。

再次加苛性鈉溶液（50%）80~100cc。投以粒狀亞鉛1~2g。立刻與元素定量裝置連結。

溜出口之先端，須豫行侵入 $\frac{n}{10}$ -硫酸20 $\frac{1}{2}$ cc及加有

Cochineal溶液3滴之容量500cc受器之液中。

將Flask靜靜振盪後，徐徐煮沸。使溶液蒸溜

$\frac{1}{2}$ 以上，則阿母尼亞悉被 $\frac{n}{10}$ -硫酸所吸收。次

將此液於室溫冷卻，以 $\frac{n}{10}$ -Ammonia水滴定。★

$\frac{n}{10}$ 硫酸之消費量，依次試算出其元素之量。

$$\left(\frac{\text{本分析 } \frac{n}{10} \text{ 硫酸之消費量 (cc)}}{\text{空試驗 } \frac{n}{10} \text{ 硫酸之消費量 (cc)}} \right) \times \left(\frac{\text{相當於 } \frac{n}{10} \text{ 硫酸之元素量 (g)}}{\text{1cc}} \right) \times$$

$$\frac{100}{\text{試料 (g)}} \times \frac{100}{100 - \text{水分}\%} = \text{元素}\%$$

本分析需採純蔗糖約1g，施以空試驗。

本操作同一人須反覆二次，其結果之差超過0.1%時，則更行反覆之。二次結果之差在0.1%以下之場合，則二次結果之平均值，即為所要之值。

備考：

1. $\frac{n}{10}$ 硫酸之調製：

取硫酸（比重1.84）約2.8cc，依水稀釋為1L，作成硫酸鈣之沈澱，以重量法檢定之。

2. $\frac{1}{10}$ 阿母尼亞水之調製：

阿母尼亞水（比重0.99）約6.7cc，依水稀釋成爲1L。

3. Cochinchonin 溶液之調製

Methyl Alcohol 20cc，加水使成100cc。投以粉末狀之Cochinchonin 約1g，微熱數分間濾過之。

4. 試料分解困難時，冷卻後應加少量結晶之過錳酸鉀，並更行加熱，使試料完全分解。

5. 無煙煤則試料應粉碎至以指頭不感黏狀之程度。惟此場合有吸收水分之處，故需注意。

第十八條 氮對試料之百分比則依次式算出之：

$$100 - (C\% + H\% + \text{燃燒性硫黃}\% + N\% + \text{灰分}\%) \times \frac{100}{100 - \text{水分}\%} = \text{氮}\%$$

第五章 發熱量測定方法

第十九條 發熱量測定則使用依第八條所調製之試料。

第二十條 發熱量之測定方法如次：

一. 要項

依非漸熱式或漸熱式 bomb 熱量計所測定者，需施以一定之補正。其對試料1g之校正數，即爲發熱量。

二. 操作

(一) 非漸熱式 bomb 熱量計之場合：

試料約1g於白金製，石英玻璃製或素瓷製之皿中稱量，懸掛於 bomb 蓋上，使點火用鎚

線與試料相接觸。如使用包紙時，其上部以點火線貫穿，兩端連結於點火用電極。將蓋氣密完全，次向 bomb 內徐徐送入氧氣，使達約 25 kg/cm^2 。檢查 bomb 之氣密後，放入內筒中。加清水約 2 kg （秤量精度至 1 g ）。並使內筒水之溫度較室溫約低 1°C ，用外槽之場合使其較水溫約低 2° 。次將 Beckmann 溫度計或具 0.01°C 刻度之標準溫度計，及攪拌機分別就於所定之位置。次接點火用電極於 $10 \sim 15 \text{ V}$ 之電源。內筒加蓋後，使攪拌機開始運轉。其速度以 10 分鐘內筒溫度之上昇不超過 0.005°C 為限。

迨 2~3 分鐘後，溫度計之溫度上昇比率達一定時，依擴大鏡閱讀其每分溫度之示度，並記錄之。至第五分鐘則關閉電路，通電流在 2 秒以內，使試料點火。閱其每分溫度計之示度，亦記錄之。迨繼至溫度計之溫度降下比率一定後，更於 5 分鐘內閱讀其每分溫度計之示度，復記錄之。其發熱量依次式算出：

$$\left\{ \left[\left(\text{上昇溫度} + \text{輻射及傳導熱之補正} \right) \times \left(\text{內筒水量 (g)} + \text{水當量 (g)} \right) \right] - \text{包紙之燃燒熱} \right\} \times \frac{1}{\text{試料 (g)}} = \text{發熱量 (cal)}$$

(二) 斷熱式 bomb 熱量計（燃研式斷熱熱量計）之場合：

與前項同樣將試料秤量，放入 bomb 內。檢查 bomb 之氣密後，插入水筒中。加清水約 2 kg （秤量精度至 1 g ）。使內筒水之溫度

較外槽水之溫度爲高。

次放入攪拌機，並將點火線連結於置內筒之中間筒蓋上之電極後，加蓋。次插入內筒及外筒所用之Beckmann溫度計或其0.01°C刻度之標準溫度計。並將點火用電極接於10~15V之電源。使內筒及外筒之攪拌機開始轉動。內筒用攪拌機，須調節成每分鐘以120次之比率上下運動。次依外槽所附之兩個Switch，使內筒與外筒溫度之差在±0.3°C以內。每1分鐘對內筒用溫度計之示度閱讀三次。迨其一定時，則將試料點火。此際須先將兩筒Switch同時關閉。6秒後，再開點火用Switch，而向bomb內送電，使試料燃燒。至內筒之溫度達其全上昇溫度 $\frac{2}{3}$ 時，斷絕外槽之送電而依原樣靜置之。內筒之溫度上昇休止後，則閱讀其每分鐘溫度計之示度，如三次得同一之溫度時測定即告終了。以下準非斷熱式bomb熱量計之項處理，而算出其發熱量。

前述各項同一人須反復二次。其結果之差超過50cal時，則更行反復。依其差在50cal(加里)以下之平均值，而爲所要之值。

三. 水等量之測定

將純安息香酸秤量1~1.2g。行以完全與發熱量測定時之同一操作，而依次式算出其水等量。發熱量測定如係使用素瓷皿時，則本操作應將安息香酸置於白金皿中，再載入素瓷皿行之。

$\frac{\text{純安息香酸發熱量} \times \text{安息香酸}(g)}{\text{上昇溫度} + \text{輻射及傳導熱之補正}} - \text{內筒水量}(g) \rightarrow \text{水等量}(g)$

本測定同一人須反復五次。各次結果之差超過水量(g)與水等量(g)之和的0.3%時，則須更行反復之。其差在0.3%以下，依其五次之平均值，即為所要之值。

四. 補正

對發熱量之計算每行四次之補正：

(一) 輻射及傳導熱之補正如次式；但依斷熱式(Comb)熱量計之場合，本補正則屬不必要。

$$NV + \frac{V' - V}{T - t'} \left\{ \sum_{1}^{n-1} (t) + \frac{1}{2} (T_0 + T_n) - NT \right\}$$

N 燃燒期(由點火至溫度降下之比率開始一定)之時間(Min)

V 燃燒前期每分鐘之平均降下溫度(°C)

V' 燃燒後期每分鐘之平均降下溫度(°C)

T 燃燒前期之平均溫度(°C)

t' 燃燒後期之平均溫度(°C)

$\sum_{1}^{n-1} (t)$ 燃燒期中除却最初及最後所讀記溫度之總合(°C)

T₀ 燃燒期最初之閱讀溫度(°C)

T_n 燃燒期最後之閱讀溫度(°C)

(二) 包紙之燃燒熱：依包紙每1g所豫行測定之發熱量，乘本試驗所使用之量。

備考：

1. 發熱量依對試料量減水分量1g之cal數表示之。但此際須附記其要旨。
2. 試料如為無煙煤時，則須特別使成微粉，而使用

- 之。
3. 壓縮氧氣須用不含氫氣或其他可燃性之不純物者。
 4. 點火用鎢線，爲徑約0.1mm，長約100mm。
 5. Bomb須爲耐酸金屬製者。
 6. 輻射及傳導熱之補正，得依正確度相等之他式算之。
 7. 當採錄測定之結果時，須附記其測定方法。

第 六 章 雜 則

- 第廿一條** 本規格之秤量精度，除特別規定者外，均至0.1mg。
- 第廿二條** 依本規格所分析之結果，錄至小數點後二位。至發熱量測定之結果則錄至四捨五入之整數第一位。
- 第廿三條** 本規格之分析結果，按其必要，得依對試料量減水分量及灰分量之百分比表示之。惟此場合須附記其要旨。
- 第廿四條** 本規格之分析結果，依分析項目，得行濕分或全水分（濕分加水分）之補正，而就其原煤結果換算表示之。此際應附其要旨。
- 第廿五條** 當採錄分析及試驗結果之際，按其必要，得將其次項記明。如年月日，地址，分析及試驗之責任者等：
1. 試料——產地名，井名，層名，塊粉之別，到達時之狀況等。
 2. 試料採取方法
 3. 試料採取時之天候
 4. 試料調製法
 5. 分析及試驗結果——濕分、水分、灰分、揮發分、固定炭素、全硫黃、不燃燒性硫黃、燃燒性硫黃、炭、氫、氧、氮、發熱量、灰之色調、焦子性狀。

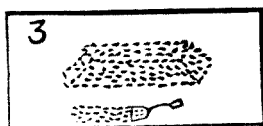
附圖第1. 交互Shovel法



將所採取之試料於清潔而堅硬之「面」上，依其量粉碎成必要之大小，作成圓錐。

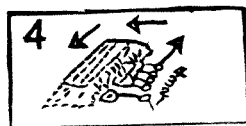


依(1)之試料更作一圓錐。

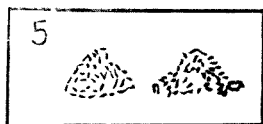


甲. 取一Shovel於圓錐，薄長撒布之。

乙. 順次重疊而成長形之山堆。



由長形山堆之側面，沿其周圍逐畝取之，每畝交互作成(5)之圓錐二箇



依此二山堆中之其一為試料，他堆則捨之。



將減半之試料粉碎之，更作一圓錐，反復由(1)至(5)之操作。

附圖第2. 圓錐四分法



依試料之量約粉碎(縮分)
成100kg, 作成圓錐。



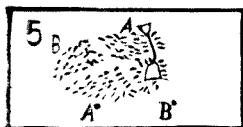
以(1)之試料更作一圓錐。



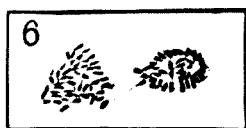
將圓錐平扁四分之。



四分後之試料

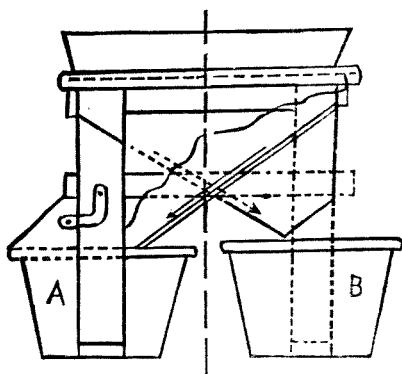
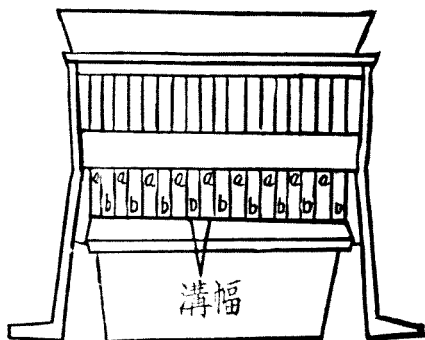


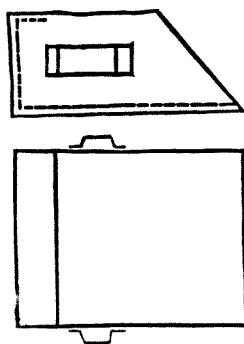
取對角之AA'。
捨對角之BB'。



將減半之試料更反復予
以(1)乃至(5)之操作。

附圖 3. 二分器





- a 溝向A容器之
側面開口。
- b 溝向B容器之
側面開口。

	溝 幅	溝 數
一 號	約 20 mm	16
二 號	約 20 mm	16

第七 章 附 錄

附 錄 一： 煤之分類法

(一) 根據生成年代之分類

新生代	{	第四紀	冲積世	土煤		
			洪積世	//	褐煤	
	{	第三紀	鮮新世	褐煤		
			中新世	//		
			漸新世	//		
			始新世	//		
中生代	{	白堊紀		褐煤	瀝青煤	
		侏羅紀		瀝青煤		
		三疊紀		//		
古生代	{	二疊紀		瀝青煤	無煙煤	
		石炭紀		//	//	
		泥盆紀		無煙煤		
		志留利亞紀		//		

(二) 根據炭化程度之分類

A. 工業分析方面

1. Seyler法

揮發物 (%)	煤種
8—10	無煙煤及半無煙煤
10—14	自然煤與1/4瀝青煤
14—20	半瀝青煤
20—40	瀝青煤
40以上	褐煤

2. Frnzer法

煤種	Fuel Radio
褐煤	1 以下

瀝青煤	1—5
半瀝青煤	5—7
半無煙煤	7—10
無煙煤	19—20

B. 原素分析方面

1. Campbell分類法

(此乃美國地質調查所採用之方法，以炭與氫之比而分類者)

種 類	C/H	種 類	C/H
無 煙 煤	30—26	瀝青煤(2)	17—14.4
半無煙煤	26—23	(3)	14.4—12.5
半瀝青煤	23—20	(4)	12.5—11.2
瀝青煤(1)	20—17	褐 煤	11.2—9.3

2. Dunlop分類法

(依純炭中氧與氫之和對總炭素之比即Dunlop R d₁為據點而作如次之分類)

種 類	C : (H + O)
木 材 (Wood)	1
褐 煤 (Lignite)	2.3
瀝青煤 (Bituminous Coal)	5.6
無煙煤 (Anthracite)	19.0

C. 除此而外，其他尚有依物理的觀察之分類，地質學上之分類，煤質構成成分之分類，再生Hanic酸量之分類，及依煤之用途而分類與選煤及交易市場上之分類等。姑略之。

附錄二：灰中磷之定量法

A. 操作

將低溫燃燒所得3瓦試料之灰分，置 Beaker 中，依水潤之，加水 (R. G. I.) 約 30cc，於沙浴上加熱分解，次將 Beaker 內容物移入磁製皿中，於湯煎之上蒸發乾固後，依稀鹽酸濕潤，更行乾固之。利用空氣浴以 $110^{\circ}-115^{\circ}\text{C}$ 加熱 2 小時，迨冷卻之後，則投以少量之稀鹽酸 (1:1)，熱後，用溫水稀釋，於繼續加熱中濾過之，以除却其矽酸。次依溫水充分洗滌，並對其濾液應先以阿母尼亞使成鹼性，其次更依硝酸使成酸性，於再度加熱之後，放冷至 $60^{\circ}\sim 65^{\circ}\text{C}$ ，同時徐徐注以同溫度之硝酸性鉍酸阿母溶液 3cc，振盪 2—5 分鐘後，靜置一晝夜 (或於 60°C 之溫浴中，放置一小時以上，並時々振盪之)。

將沈澱之磷鉍酸阿母用 0.1% 坭塊以濾紙纖維濾過，並以硝酸 0.1% 溶液 10—20cc 洗滌，其洗滌程度至濾液 5—10cc 以 P. conduct. 可指示藥加 $\frac{1}{25}\text{N}$ 苛性鈉溶液一滴即強為變色時為止。再次將所得之沈澱物及濾紙纖維移入 Beaker 中，加 $\frac{1}{25}\text{N}$ 苛性鈉 Acc. 內中一部分，用為洗滌坭塊) 迨黃色之沈澱物悉被溶解後則依 $\frac{1}{25}\text{N}$ 硝酸溶液滴定，其量為 Bcc。

$$\frac{0.000054 (V-10)}{3g} = \text{灰中之磷量。}$$

B. 所用試藥

鹽酸	比重 1.19
稀鹽酸	鹽酸 1 : 水 1 (或) 鹽酸 1 : 水 20

硫 酸	比重1.84
稀 硫 酸	硫酸1：水1 (或) 硫酸1：水4
硝 酸	比重1.40
稀 硝 酸	硝酸1：水1
阿母尼亞水	比重0.90
稀阿母尼亞水	比重0.95
酒 精	80%

鉍酸安母溶液

鉍酸安母	40g
水	300 cc
阿母尼亞水	80 cc
稀硝酸	600 cc

苛性鈉規定液 ($\frac{N}{10}$)

苛性鈉	4.5g
氫氧化鉍	0.1g—0.2g
水	1,000 cc

(本規定液之強度須依 $\frac{N}{10}$ 硫酸規定液檢之)

Phenolphthalin指示藥

Phenolphthalin	18%
酒 精 (80%)	100 cc

硫酸規定液 ($\frac{N}{10}$)

硫 酸	2.8 cc
水	1000 cc

(本規定液須依硫酸鉍之重量法檢定之)

附錄三： 焦炭之比重及氣孔率試驗法

1. 要旨

試料於水中煮沸後，水中重量設A。次由水中提出含水重量設B。乾燥後，其於空氣中之重量設C。乾燥重量C與水中重量A之差除乾燥重量C所得之商謂之真比重。含水重量B與水中重量A之差，除乾燥重量C所得之商謂之表比重。又含水重量B與水中重量A之差，除含水重量與乾燥重量C之差，其商並以100乘之是謂氣孔率。

2. 操作

將大約角20mm，長20mm之焦炭片(由中央採取之)放入500cc之Beaker中，用蒸溜水煮沸3—4小時，則焦炭中之空氣悉被逐出。冷却後，水溫保持在15°C左右，移入100cc之Beaker內，乃置橫跨天秤皿之木製橋上，並將試料吊於天秤皿上部之鈎間(使約為Beaker水中之中央)，先稱其水中之重量以A設之，此際天秤皿須完全靜止，且不得觸及橋與Beaker尤其試料更不能觸及Beaker之側壁。

次將焦炭由水中緩々提出，去其水滴，置重量已知之秤量瓶內秤量之設B，

更次則將試料脫離天秤，輕拭外部之水氣，盛入蒸餾皿內，於空氣浴中以105—110°C乾燥4小時後，置Desiccator中冷却秤量之，設C。

$$\text{真比重} = \frac{C}{C - A}$$

$$\text{表比重} = \frac{C}{B - A}$$

$$\text{氣孔率} = \frac{B - C}{B - A} \times 100$$

(本操作須就三個試料行之，以其結果之平均值爲所要之值)

3. 備考：

試料原則上應於中央採取，否則需附記其趣旨。

附錄四：根據分析結果對發熱量之計算法

發熱量之計算法頗多，茲爲節省篇幅起見。僅就依工業分析而計算者略誌一二，藉供參考。

1. G. W. Linn 氏公式

$$K = 80 [100 - (A + W)] - C \times 6 \times W$$

2. Lenople 氏公式

$$K = 87.4 [100 - (A + W)]$$

3. 佐倉氏公式 (撒渣拉實驗式)

$$K = V \cdot F \left(1 - \frac{A + W}{100}\right)$$

式中K爲原煤之發熱量(依cal表示之)A、W爲原煤中之灰分與水分(%), C、V、F爲係數。

附錄五：焦炭粘結力測定法

1. Cumprison法

煤(40 mesh以下)，矽砂(40-50 mesh)，依1:7 1:8……之順序逐次增加，於白金坩堝內以1000°C，灼熱7分鐘，其最後得耐500g重耐之矽砂量(以煤爲單位)即爲該煤之粘結度

C = 煤重

$$S = \text{矽砂量} \quad \left[A = \frac{S}{C} \right]$$

A = 粘結度

2. Dunn法

Dunn法與Cumprison法相同，惟依無煙煤代替可增加粘結之矽砂(其粒法，爲試料0.5mm無煙

煤0.5—1.0mm)

3. 其他尚有Stummert及Grounds與K. B. S.等法，姑略之。

附錄六：選煤試驗法

選煤試驗以比重液洗煤試驗及篩分試驗兩種行之，茲申述如次：

A. 比重液洗煤試驗

1. 要旨

依各種比重液施以浮沈試驗，將試料分成數種比重部分，測定其各種比重部分之收率及灰分含有率，而製出洗煤曲線。

2. 比重液

本試驗中所使用之比重液為依氯化鋅或四氯化炭及揮發油等於15%而調製成有1.35, 1.45, 1.50, 1.60, 1.70之比重者。

3. 操作法

取試料2kg，投於1.35之比重液3000cc中，充分攪拌後暫時放置，使試料之浮游部分與沈下部分分離，次將浮游之部分濾過稱量，並予以乾燥。是為比重1.35以下之部分。記錄其收率後，而測定其灰分之含有率。更次則將1.35比重液之沈下部分由其比重液中濾過脫離，乾燥後投於1.45之比重液中，其操作與前者相同。如此就各種比重液順次處理後，則試料遂分為數種比重部分，對其各部收率與灰分之關係以圖示之，是謂洗煤曲線。

4. 備考

A. 比重液洗煤試驗須就25 μm以下之試料行之

，但按其必要亦得以25—50mm之試料試驗之。

B. 使用氯化鋅溶液之場合，應充分水洗後，再行乾燥秤量。

B. 篩分試驗

1. 要旨

將試料篩分之，而測定其各種粒度之收率及灰分。

2. 篩之種類

圓孔篩—50mm, 25mm, 12mm (或10mm), 6mm (或5mm)

Tylen篩—5孔, 12孔, 20孔, 42孔, 60孔, 80孔, 100孔,

3. 結果之採錄

篩分試驗之結果與比重液洗煤試驗之結果相同，對其收率和灰分含有率之關係，亦以圖示之。

附錄七：燃料比Fuel Ratio

煤之燃料比即可燃質之比較的關係數字，對鑑別煤之種類及性質具有極重要之意義，堪謂判斷煤質上之有力資料，其算法如下：

$$\text{燃料比} = \frac{\text{固定炭素}}{\text{揮發分}}$$

附錄八：分析成分之一般

	工業分析 %				原素分析 %				
	水分	揮發分	固定炭	灰分	C	H	O	N	S
樹木	47.0	41.5	20	0.5	49.50	6.25	43.15	1.10	—
土煤	55.70	26.14	11.17	5.99	21.03	8.33	62.81	1.10	0.54
同(水分除外)	—	60.37	25.80	13.33	48.57	4.69	28.89	2.54	1.4
褐煤	34.55	35.38	22.91	7.20	42.20	6.60	42.13	0.57	1.10
同(純炭)	—	60.69	39.22	—	72.79	4.74	19.60	0.98	1.89
瀝青煤	3.24	27.13	62.52	7.11	78.00	5.24	7.47	1.23	0.95
同(純炭)	—	30.26	69.74	—	87.00	5.39	5.18	1.37	1.06
無煙煤	2.80	1.16	83.21	7.83	84.36	1.89	4.40	0.51	0.89
同(純炭)	—	1.29	98.71	—	94.39	1.77	2.13	0.71	1.00

概略之如次：

	水分	氣乾水分	固定素炭	炭	矽	氧及其他
樹	30—60	12—20	20	50	6	44
土	60—80	20—25	30	60	6	34
褐	15—30	7—20	40	70	5	25
瀝	2—3	1—2	70	80	5	15
無	2—3	1—2	90	90	3	7

— 炭 —



撫順小叢書之四

煤之分析
及其試驗法

秦廣忱譯

編：撫順編譯委員會
印：撫順礦務局印刷所

撫 1949.7. 初800