

Kodak Gray Scale



© Kodak, 2007 TM: Kodak

A 1 2 3 4 5 6 M 8 9 10 11 12 13 14 15 B 17 18 19



inches 1 2 3 4 5 6 7 8
cm 1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12 13 14 15 16 17 18 19

Kodak Color Control Patches

© Kodak, 2007 TM: Kodak



0 1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12 13 14 15 16 17 18 19 20

石炭分析及試驗方法

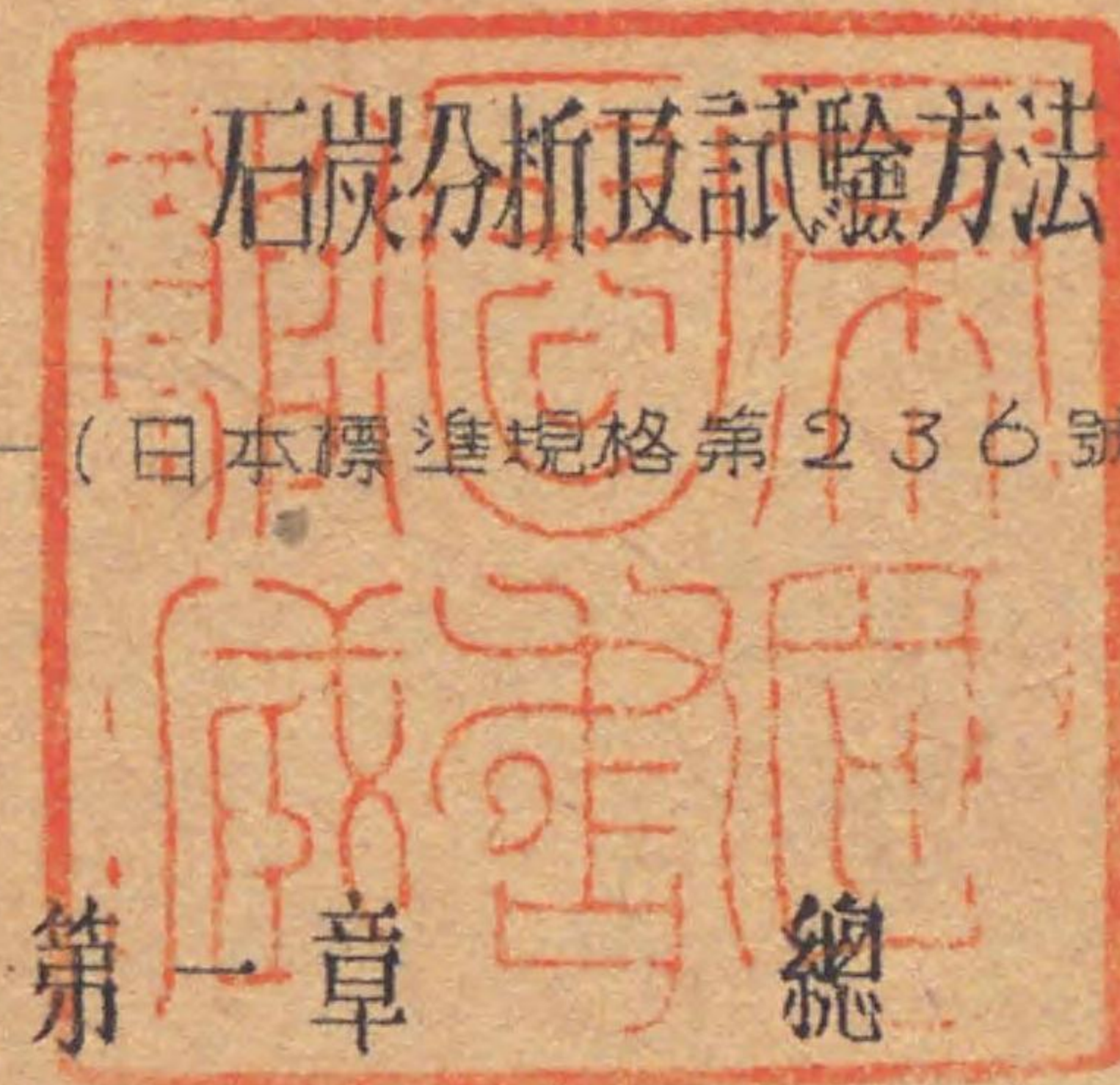
(日本標準規格第236號)

燃 料 局



Y994

J9386



—(日本標準規格第236號)—

第一章 總則

第一條 本規格は石炭の分析及試験に之を適用す 亜炭
「コークス」及工業用煉炭の分析及試験に之を準用
することを得

第二章 試料採取方法

第二條 分析及発熱量測定の用に供する試料は第三條に
依り先づ大口試料を採取し之を第四條に依り粉碎縮
小するものとす
水分測定の用に供する試料は第五條に依り採取する
ものとす

第三條 大口試料は原炭毎に1箇とし原炭の状態及炭質
を考慮し其の各所より平均に且規則正しく次の各号
に依り採取したる小口試料の全部を合したるものと
す。但し原炭の量及状態並に炭質に依り當事者間に
於て必要と認めたるときは原炭を数單位に分ち1單
位毎に1箇の大口試料を採取することを得。

一、小口試料の数は炭質の良否に應じ灰分15%未満



I種

W



1200900219825

の場合は10箇乃至30箇、15%以上の場合は20箇乃至50箇とす。但し原炭の量100吨未満の場合炭質良好且試料採取容易にして前記の量以下にて十分原炭を代表し得べき試料を得るものと認めたるときは適宜之を減ずることを得。

二、小口試料の量は塊炭又は切込炭に在りては7kg乃至10kgとし小塊炭又は粉炭に在りては3kg乃至5kgとす。但し原炭の量100吨未満の場合炭質良好且試料採取容易にして前記の量以下にて十分原炭を代表し得べき試料を得るものと認めたるときは適宜之を減ずることを得。

備考

1. 大口試料採取に當りては原炭の状況を能く観察し試料が原炭と塊炭の割合に於て一致せるを否やに付周到なる注意を拂ふことを要す。
2. 試料は原炭が船舶、解舟、貨車等に依り運搬せらるゝ場合に於ては荷卸又積込の際に、其の他の運搬機に依り運搬せらるゝものに在りては適當なる場所及時期に之を採取するものとす。
3. 貯炭槽、山積、貨車積又は船積等の原炭に在りては其の表面のみより試料を採取せざる様注意することを要す。
4. 塊炭にして荷卸後直に粉碎する原炭に在り

ては粉碎機を通過せる後試料を採取するを可とす。

5. 採取せる試料は異物の混入せざる場所に集め直に縮分するを要す。若縮分迄に長時間を要するときは之を日光、雨雪等に直接曝さざる様注意することを要す。
6. 試料採取用器具は小口試料の量に應じ適當なるものを使用するものとす。

第四條 大口試料は次の各号に依り之を縮分するものとす

- 一、大口試料の量が200kg以上の場合に在りては先づ交互「シヨベル」法（附圖第一参照）に依り之を縮分して約100kgと爲したる後円錐四分法（附圖第二参照）又は二分器（附圖第三参照）に依り縮分するものとす。
- 二、大口試料の量が200kg未満の場合に在りては之を直に円錐四分法又は二分器により縮分するものとす。縮分を爲すに當りては適當なる方法に依り次に示す混入塊の最大寸法以下に豫め粉碎し能く混和して均一ならしむるものとす。

縮分すべき大口試料量 kg	混入塊・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

縮分したる試料が約5kgとなりたる時之を試料容器に入れ封印。其の他の方法に依り採取試料の公正を期し尙採取の日時、採取者氏名及試料番号を記したる附箋を添付し分析又は発熱量測定を行ふ場所へ送付し試料調製に供するものとす

備考

1. 試料の粉碎縮分に當りては損失を生じ又は異物の混入せざる様注意することを要す
2. 円錐四分法に於て円錐を積上ぐる際には常に其の頂點より落下せしめ円錐は2回乃至3回場所を変へて積更へることを要す。円錐を平にするには其の頂點を垂直に押下ぐる様注意するものとす
3. 円錐四分法に於て縮分せる試料の量約50kg以下となりたる時は適當なる布(縦、横約2mにして密なるもの)上に數回反轉混合したる後縮分するを可とす。
4. 二分器は試料粒の大小10mm未満のものに對しては一号を、10mm乃至13mmのものに對しては二号を使用す
5. 交互「シヨベル」法又ハ円錐四分法の代りに適當なる試料採取機を使用することを得
6. 試料容器は約5kgを入れ得る布製にして其の口を緊縮し得るもの又は蓋附金屬製のもの

とす

第五條 湿分測定の用に供する試料は原炭毎に1箇とし原炭秤量に際し其の湿润の程度に應じ5箇所乃至10箇所より平均に且規則正しく1箇所毎に約3kgの小口試料を採取し之を合して1箇と爲し次の各号に依り處理す。但し採取が長時間に互り或は採取中大氣の湿度が變動甚しき場合に在りては原炭を數單位に分ち1單位毎に1箇の試料を採取するものとす。

- 一、試料採取の現場又は其の附近に於て湿分の測定を行ふ場合には小口試料採取毎に直に秤量(秤量の精度は5g迄とす)して之を合し粉碎縮分を行ふことなく測定用試料となす
- 二、遠隔の地に於て湿分測定を行ふ場合は小口試料毎に秤量することなく其の全部を湿分の変化せざる様適當の容器内に集めたる後粉碎機を用ひ迅速に粉碎縮分(第四條参照)して約5kgと爲し直に秤量(秤量の精度は5g迄とす)し適當の容器に入れ試料の重量を附記して之を湿分測定を行ふ場所へ送付す。但し湿润甚しき原炭より採取せる試料にして粉碎縮分を行ひ得ざる爭明なるものに在りては小口試料毎に秤量(秤量の精度は5g迄とす)し適當の容器に入れ試料の重量を附記して之を送付す。
- 三、現場に於て試料を秤量し得ざる場合に在りては

試料を其の湿分の変化せざる様適當の 容器に入れ
湿分測定を行ふ場所へ送付す。

第三章 湿分測定方法

第六條 湿分測定方法は次の通とす

一 要 旨

試料を空湿に於て恒湿器中に静置し其の湿度と
平衡したるとき秤量し其の減量の試料に對する百
分率を求め之を湿分とす。

二 操 作

試料(試料採取の現場に於て粉碎を行はざる試
料は適當の大きに粉碎す)を乾燥装置(40°C以下)
に依り湿潤を感ぜざる程度に乾燥したる後之を秤
量(秤量の精度は5g迄とす)し其の減量の試料
に對する百分率を求め之を第一次湿分(A)とす
第一次湿分を測定したる後試料全部を第四條の方
法に依り約4.7mm以下に粉碎縮分し其の約1kgを
採り文を重量既知の乾燥皿に入れ約15mmの薄層
と爲して秤量(原粉の精度は1g迄とす)したる
後之を乾燥装置中にて適宜に空氣を通じつゝ、35°C
以下に2時間乃至6時間乾燥す
次に之を食塩飽和溶液を入れたる恒湿器中に一夜
静置したる後秤量(秤量の精度は1g迄とす)し

其の重量差の百分率を求め之を第二次湿分(B)とす
試料の湿分は次式により算出す

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

備 考

1. 第二次湿分(B)の測定に於て重量の増加せる
場合は第二次湿分(B)の符号を負とす
2. 第二次湿分の測定に於ては乾燥装置を用ゐ
ず恒湿器中に重量一定となる迄静置したる後
秤量することを得
3. 急を要する場合は試料を10mm以下に粉碎
縮分して其の約1kgを採り文を35°C乃至40°C
に於て乾燥し湿分差が一時間に付0.5%未満と
なる迄乾燥を継続し總減量の試料に對する百
分率を求め之を湿分と爲すことを得。但し此
の場合に於ては其の旨附記することを得

第七條 原炭の湿分は次の各号に依り算出するものとす

- 一 小口試料の全部を合して測定試料に供したる場
合は試料の湿分を以て原炭の湿分とす
- 二 原炭を数單位に分ち1單位毎に試料を採取した
る場合は各試料の代表する炭量にそれぞれの試料
の湿分を乗じたるものの總和を原炭の總量にて除
したる値を以て原炭の湿分とす。

第四章 分析方法

第八條 分析試料調製方法は次の通とす

分析試料調製に供する試料は能く混合したる後円錐四分法又は二分器に依り1回の縮分を行ひ次に2.4mm以下に粉碎して縮分を繰返し約120gと爲し更に之を粉碎して0.25mm以下と爲し其の一部又は全部を分析試料容器に採り開栓のまま、食塩飽和溶液を入れたる恒湿器中に静置し其の温度と平衡せしめたるものを分析試料と爲す

分析試料調製に供する試料が湿潤せる場合には室内乾燥又は乾燥装置(40°C以下)に依り湿潤を感ぜざる程度に乾燥したる後前項の處理を爲すものとす。

備考

1. 分析試料は分析試料容器中に密栓して貯蔵するものとす。但し長時間貯蔵する必要なき場合は之を恒湿器中に適宜に貯蔵することを得。
2. 試料を連続使用する際試料容器内の湿度変化する虞ある場合は容器に緩く栓を施し恒湿器中に保存するものとす。
3. 長時間貯蔵せる試料を再び使用する場合には更に恒湿器中に入れ其の湿度に平衡せしむるものとす。

第九條 水分の定量法は次の通とす

一 要旨

試料を105°C乃至110°Cにて1時間加熱したるとき減量を求め試料に対する百分率を以て水分とす

二 操作

試料約1gを重量既知の蓋付容器に秤量し乾燥装置に入れ蓋を除きて105°C乃至110°Cにて1時間加熱したる後蓋を爲し塩化「カルシウム」又は濃硫酸を入れたる「デシケーター」中にて室温迄冷却し直に秤量し減量を求め次式に依り水分を算出す

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

本操作は同一人に於て2回繰返し其の結果の差が次の値を超過するときは更に之を繰返し2回の結果の差が次の値以下となれる場合に其の2回の結果の平均値を以て所要の値とす

水分	差
5% 未満	0.20%
5% 以上	0.30%

第十條 灰分の定量法は次の通とす

一 要旨

試料を空気中に於て約750°Cにて加熱し灰化したるとき残留せる無機物の量を求め試料に対する百

分率を以て灰分とす

二. 操 作

試料約 1g を重量既知の容器に秤量し電気炉又は「ガス」炉に入れ空気を流通せしめつゝ、徐々に加熱して揮発物の大部分を除きたる後 750°C (±25°C) にて加熱して灰化し飛散せざる様注意しつゝ、白金線にて掻き混ぜ全く黒点を認めざる程度に至らしめ塩化「カルシウム」又は濃硫酸を入れたる「デシケーター」中にて室温迄冷却し直に秤量し灰量を求め次式に依り灰分を算出す

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

本操作は同一人に於て 2 回繰返し其の結果の差が次の値を超過するときは更に之を繰返し 2 回の結果の差が次の値以下となれる場合に其の 2 回の結果の平均値を以て所要の値とす

灰 分	差
15 % 未満	0.30 %
15 % 以上	0.50 %

備 考

灰の色調は之を記録するを可とす

第十一條 揮発分の定量法は次の通とす

一 要 旨

試料を約 950°C にて 7 分間加熱したるときの減

量を求め試料に對する百分率を計算し之より水分を減じたるものを以て揮発分とす

二. 操 作

試料約 1g を重量既知の白金るつぼに秤量したる後蓋を爲し 950°C (±20°C) に保ちたる 堅型管状電気炉に入れ 7 分間加熱し直に之を塩化「カルシウム」又は濃硫酸を入れたる「デシケーター」中にて室温迄冷却し蓋を爲したるまゝ、秤量し減量を求め次式に依り揮発分を算出す

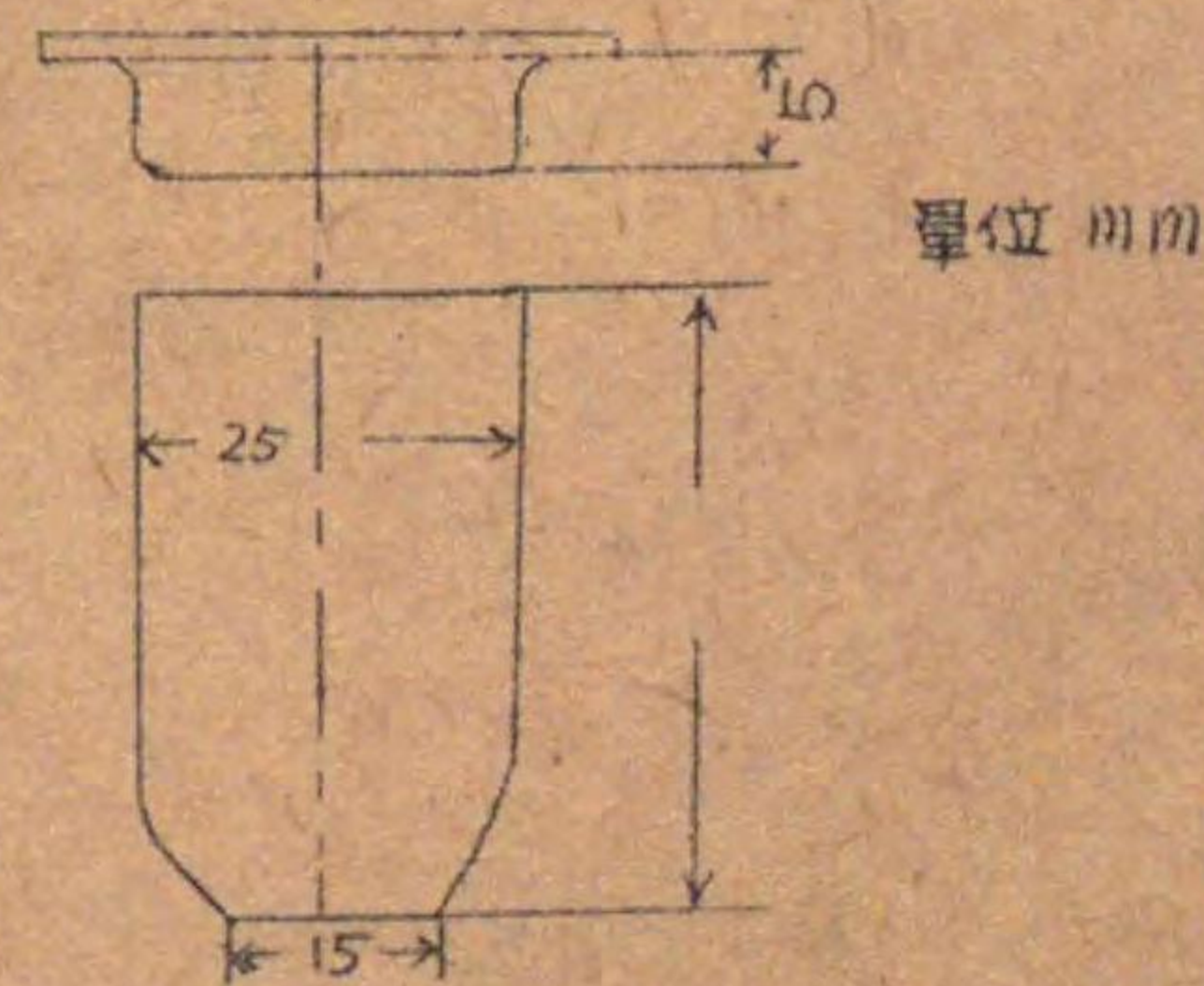
$$\frac{\text{減量 (g)} \times 100}{\text{試料 (g)}} - \text{水分 (\%)} = \text{揮発分 \%}$$

加熱減量 (= $\frac{\text{減量 (g)} \times 100}{\text{試料 (g)}}$) の測定に關する操作は同一人に於て 2 回繰返し其の結果の差が 0.5% を超過するときは更に之を繰返し 2 回の結果の差が、0.5% 以下となれる場合は其の 2 回の結果の平均値を以て所要の値とす

備・考

1. 白金るつぼは下圖に示す通とし容量約 10cc.

落とし蓋共重量約 12g にして落とし蓋はるつぼに密合するものとす



2. 燃焼管中に残留せる「コークス」の性状は之を記録するを可とす

第十二條 固定炭素の試料に對する百分率は次式に依り之を算出す

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

第十三條 炭素及水素の定量法は次の通とす

一、要 旨

試料を乾式燃焼法に依り直接に酸素の気流中に於て加熱し炭素及水素量を求め試料の量より水分の量を減じたるものに對する百分率を以て炭素及水素とす

二、特 置 (附圖第4参照)

(一) 空氣及酸素「ガス」清淨裝置

本裝置は空氣及酸素「ガス」容器に貯へたる酸素「ガス」を清淨する爲苛性「カリ」溶液(30%)を入れたる瓶(a.a)、硫酸(比重1.84)を入れたる瓶(b.b)、「ソーダ」石灰及塩化「カルシウム」を填めたる管(c.c)を順次連結したる複式清淨裝置にして三又管(d)にて氣流を任意に切換へ得るものとす

(二) 燃焼裝置

燃焼炉(e.f.g)は電氣炉又は適當の「ガス」炉にして燃焼管を 800°C 以上に加熱し得るものにして試料、酸化銅、「クロム」酸鉛の加熱溫度

をそれぞれ單獨に調節し得るものとす
燃焼管(h)は内徑15mm乃至20mm、長1m「ガラス」製又は石英「ガラス」製にして管中には次の諸物質を操作に従ひ順次挿入し其の両端に「ガラス」管付「ゴム」栓を爲すか或は一端を引延して吸收裝置に連絡するものとす

1. 銅網卷 銅線を芯として銅網を巻き其の長を約100mmとし一端を曲げ引出すに便ならしめ豫め酸化したるものとす
2. 燃焼「ボート」磁製又は白金製とす
3. 銅網卷又は石綿栓 銅網卷又は石綿栓を約20mmの長に軽く填めるものとす
4. 酸化銅 粒狀、小棒狀、片狀等の酸化銅を豫め赤熱し300mm乃至400mmの長に填めるものとす
5. 銅網卷 適宜の長に填めるものとす
6. 「クロム」酸鉛、粒狀「クロム」酸鉛を約100mmの長に填めるものとす
7. 銅網卷又は石綿栓 適宜の長に填めるものとす

(三) 吸收裝置

本裝置は燃焼炉より出る「ガス」を吸收せしむる爲水分吸收管(k)、炭酸「ガス」吸收管(l)、「ソーダ」石灰及塩化「カルシウム」を填めたる保護管(m)

塩化「カルシウム」を入れたる管 (H) を順次連絡し最後に全装置より燃焼「ガス」を吸収する為吸気装置 (O) を備ふるものとす

水分吸収管はJ字管に粒状塩化「カルシウム」を詰めたるものとす

炭酸「ガス」吸収管は塩化「カルシウム」入枝管付「カリ」球に少量の鹽「マンガン」酸「カリ」を加へたる苛性「カリ」溶液 (30%) 約 10 cc を入れたるものとす

三 操 作

装置の各接続部を完全に気密と爲したる後燃焼管を熱し酸化銅を 800°C 乃至 850°C (櫻紅色)、「クロム」酸塩を 600°C 乃至 650°C (暗赤色) と爲し約 30 分間空気を通じたる後炭酸「ガス」吸収管及水分吸収管の重量を秤量す。本秤量は数回之を行ひ其の差 0.5mg 未滿ならしむ

次に試料 0.1g 乃至 0.3g を燃焼「ボート」に入れ之を共栓付秤量管中に収め秤量す。

次に「ガス」清淨装置を通じたる空気を通じつゝ、酸化銅を 800°C 乃至 850°C (櫻紅色)、「クロム」酸鉛を 600°C 乃至 650°C (暗赤色) に豫熱し置き両吸収管を秤量し之を燃焼管に連結し試料を入れたる燃焼「ボート」を燃焼管の前方に迅速に挿入し次に稍間隔を置きて銅網巻を置きて銅焼管を「ガス」清淨装

置に連絡す。

斯くして全装置を連結したる後酸素「ガス」を送入し硫酸洗滌瓶及炭酸「ガス」吸着管の気泡を観察し吸気装置を以て酸素「ガス」の送分量を調節し先づ燃焼「ボート」の後方に置きたる銅網巻を加熱す次に燃焼「ボート」を其の後方より徐々に加熱して先づ水分を揮発せしめ揮発物の燃焼程度に注意しつゝ次第に燃焼「ボート」の前方に加熱を進め遂に試料を完全に燃焼せしむ。

燃焼管の先端に集まれる水分は注意して温め全部水分吸収管に送る。試料燃焼後暫時酸素「ガス」を通じたる後温度を下げ約 30 分間空気を通じ両吸収管を取外し其の両端を気密となし清淨なる布にマ拭ひ室温に放冷し吸収管内部の気圧と外気圧とを平衡せしめたる後秤量し兩吸収管の増量を求め次式により炭素及水素を算出す。

$$\frac{\text{炭酸「ガス」吸収管ノ増量 (g)}}{\text{試 料 (g)}} \times \frac{3 \times 100}{11} \times \frac{100}{100 - \text{水分}(\%)}$$

= 炭素 %

$$\frac{\text{水分吸収管ノ増量 (g)} - \left\{ \text{試料 (g)} \times \frac{\text{水分}(\%)}{100} \right\}}{\text{試 料 (g)}}$$

$$\times \frac{100}{9} \times \frac{100}{100 - \text{水分}(\%)} = \text{水素 \%}$$

本操作は同一人に於て 2 回繰返し其の結果の差が

次の値を超過するときは更に之を繰返し2回の結果の差が次の値以下となれる場合に其の2回の結果の平均値を以て所要の値とす

炭	素	0.20%
水	素	0.10%

備考

1. 時に灰分を分量に含む試料に在りては必要に應じ試料の大きさを篩目の開き0.15 mm 乃至0.075 mm の篩下と爲すことを得 此の場合に於ては水分は此の試料に付別に定量するものとす
2. 空気又は酸素「ガス」中に可燃性不純物を含有する虞ある場合は豫め之を除去するものとす
3. 水分吸収管に填める塩化「カルシウム」は通常酸化「カルシウム」を含有するを以て乾燥せる炭酸「ガス」にて飽和し更に空気を以て過剰の炭酸「ガス」を除去したるものを使用するものとす
4. 炭酸「ガス」吸収管は「カリ」球の代りに「ソーダ」石灰塩化「カルシウム」を詰めたるU字管を使用することを得
5. 水分及炭酸「ガス」吸収管を秤量する際保護管を秤量し其の重量に変化なきことを要す

第十四條 全硫黄の定量法は次の通とす

一、要 旨

試料を「エシユカ」法に依り處理して硫黄を定量

し試料に対する百分率を以て全硫黄とす

「エシユカ」法の代りに「パール」式硫黄「ポンプ」法に依ることを得

二、操 作

- (一) エシユカ法 試料約1g を容器に秤量し「エシユカ」合剤(「マグネシヤ」2、「ソーダ」灰1) 3g を加へ能く混合したる後更に「エシユカ」合剤1g にて表面を均等に覆ひ電気炉内に於て揮発物が急激に揮発せざる様注意しつつ、低温度にて30分乃至50分間徐々に加熱し温度を次第に高め試料を完全に燃焼す
- 冷却後内容物を温湯にて「ピーカー」に洗ひ落とし全容を約100 ccと爲し飽和「ブロム」水10 cc 乃至20 cc を加へ時々攪拌しつつ15分乃至30分間煮沸したる後清澄液を「ピーカー」に濾過し残渣を温湯にて能く洗滌し残渣に硫酸「イオン」の反應なきに至らしむ
- 濾液及洗液を合し之を250°C乃至300°Cと爲し塩酸(H)にて中和し更に其の過剰約1 ccを加へ煮沸して游離「ブロム」を駆逐し直に沸騰せる塩化「バリウム」溶液(10%)約10 ccを徐々に注加し15分乃至20分間煮沸し2時間以上湯煎上にて加熱するか或は一夜静置したる後硫酸「バリウム」の沈澱を濾過し温湯にて洗滌し濾液に塩

素「イオン」の反獲なきに至らしむ
 坩堝は之を約 100°C にて乾燥し更に十分空気に
 接触せしめつゝ、灼熱したる後塩化「カルシウム」
 又は硫酸を入れたる「デシケーター」中にて冷
 却後秤量し硫酸「バリウム」の量を求め次式に
 依り全硫黄を算出す。

$$\frac{\{ \text{本分析、硫酸「バリウム」(g)} - \text{空実験、硫酸「バリウム」(g)} \} \times 13.74}{\text{試料 (g)}}$$

= 全硫黄 %

本分析には空実験を行ふことを要す。

(二) パール式硫黄ポンプ法「パール」式硫黄「ポンプ」

に粉状塩素酸「カリ」約 1 g を採り之に試料約
 0.5 g を秤量し「ガラス」棒にて能く混合し更に
 過酸化「ソーダー」約 10 g を入れ仮蓋を爲し振
 盪して能く混合す

次に点火線を附したる本蓋を爲し気密と爲した
 る後冷却槽中に収め流水にて冷却しつゝ、電流を
 通じて点火す。冷却後蓋を去り其の附着物を熱
 湯にて「ビーカー」に洗ひ落とし「ポンプ」を

「ビーカー」中に入れ時計皿にて覆ひ温湯 50 cc 乃
 至 75 cc にて内容物を完全に溶解す。

次に「ポンプ」を温湯にて洗滌しつゝ、取出し塩
 酸(1:1)約 40 cc を徐々に加へて完全に中和し更
 に其の過剰約 1 cc を加へ数分間煮沸したる後冷

過す

以下前号に準じて処理し硫酸「バリウム」の量
 を求めて全硫黄を算出す

本分析には空実験を行ふことを要す

前各号の操作は同一人に於て 2 回繰返し其の結果
 の差が次の値を超過するときは更に之を繰返し 2
 回の結果の差が次の値以下となる場合に其の 2
 回の結果の平均値を以て所要の値とす

全硫黄	差
1% 未満	0.05 %
1% 以上 2% 未満	0.10 %
2% 以上	0.20 %

備考

1. 「エシエカ」法に於ける容器は白金製皿(径
 約 50 mm, 深 25 mm) 又は丸底磁製皿(径約 60 mm
 容量約 35 cc) を使用す
2. 「パール」式硫黄「ポンプ」法に依り無煙
 炭を処理する場合には塩素酸「カリ」の外純
 安息香酸約 0.3 g を加へ本蓋を爲す際更に少量
 の純安息香酸を混合物の上部に置きたる後点
 火するものとす
3. 「パール」式硫黄「ポンプ」法に於て「ポンプ」
 の内容物を溶解したる溶液が「マンガン」の

存在の爲に着色せるときは「アルコール」約 5 cc を加へ煮沸分解せる後塩酸(1:1)約 40 cc を徐々に加ふるものとす

4. 分析結果の採録に當りては其の分析方法を附記することを要す

第十五條 不燃焼性硫黄の定量法は次の通とす

一、要 旨

灰中の硫黄を定量し試料の量より水分の量を減じたるものに對する百分率を以て不燃焼性硫黄とす

二、操 作

試料を空气中に於て約 750°C にて加熱し灰化したる灰約 0.5 g を「ビーカー」に秤量し塩酸(1:1)10 cc 及水 10 cc を加へ時計皿にて覆ひ 15 分乃至 20 分間靜に煮沸したる後濾過し湯湯にて能く洗滌し濾液を約 150 cc と爲す。以下第十四條に準じて処理し次式に依り不燃焼性硫黄を定量す

$$\frac{\text{硫酸「バリウム」(g)}}{\text{秤量セル灰分(g)} \times \{100 - \text{水分}(\%)\}} \times 0.1374 \times \text{灰}(\%) \times 100 = \text{不燃焼性硫黄} \%$$

本操作は同一人に於て 2 回繰返し其の結果の差が次の値を超過するときには更に之を繰返し 2 回の結果の差が次の値以下となれる場合に其の 2 回の結果の平均値を以て所要の値とす

不燃焼性硫黄	差
1% 未満	0.03%
1% 以上 2% 未満	0.10%
2% 以上	0.20%

第十六條 燃焼性硫黄の試料に對する百分率は次式に依り之を算出す

$$\text{全硫黄}(\%) \times \frac{100}{100 - \text{水分}(\%)} - \text{不燃焼性硫黄}(\%) = \text{燃焼性硫黄} \%$$

第十七條 窒素の定量法は次の通とす

一、要 旨

試料を「ケールダール」法に依り処理して窒素を定量し試料の量より水分の量を減じたるものに對する百分率を以て窒素とす。

二、操 作

試料約 1 g を容量 500 cc の「ケールダール・フラスコ」に秤量し硫酸(比重 1.84)約 30 cc、硫酸「カリ」7 kg 乃至 10 g 及水銀 0.6 g 乃至 0.8 g を加へ徐々に加熱して次第に温度を高め溶液が淡青色となりたる後尚 2 時間加熱し殆ど無色となるに至らしめ冷却後水 200 cc を加ふ。若此の際発熱せば之を冷却す。次に硫化「カリ」溶液(4%) 25 cc を加へ水銀を沈澱せしめ必要に應じ之を容量 500 cc の蒸溜「フラスコに移す」

次に苛性「ソーダ」溶液 (50%) 80 cc 乃至
を加へ之に粒状亜鉛 1 g 乃至 2 g を投入し直に窒
素蒸溜装置に連結す

溜出口の先端は豫め $\frac{N}{10}$ 硫酸 20 cc 反「コチニール」
溶液 3 滴を入れたる容量 500 cc の受器の液中に浸
す。

「フラスコ」を靜に振盪したる後徐々に煮沸せし
めて溶液の約 $\frac{1}{2}$ 以上を蒸溜し「アンモニア」を悉
く $\frac{N}{10}$ 硫酸に吸収せしむ。此の溶液を室温に冷却し
 $\frac{N}{10}$ 「アンモニア」水にて滴定し $\frac{N}{10}$ 硫酸消費量を求
め次式に依り窒素を算出す

$$\left\{ \left\{ \begin{array}{l} \text{本分析 } \frac{N}{10} \text{ 硫酸} \\ \text{消費量 (cc)} \end{array} \right\} - \left\{ \begin{array}{l} \text{空実験 } \frac{N}{10} \text{ 硫酸} \\ \text{消費量 (cc)} \end{array} \right\} \right\} \times \left\{ \begin{array}{l} \frac{N}{10} \text{ 硫酸 } 1 \text{ cc} = \text{相当} \\ \text{スル窒素 (g)} \end{array} \right\}$$
$$\times \frac{100}{\text{試料 (g)}} \times \frac{100}{100 - \text{水分 (\%)}} = \text{窒素 \%}$$

本分析には純蔗糖約 1 g を採り空実験を行ふこと
を要す

本操作は同人に於て 2 回繰返し其の結果の差が 0.1%
を超過するときは更に之を繰返し 2 回の結果の差
が 0.1% 以下となれる場合には其の 2 回の結果の
平均値を以て所要の値とす

備考

1 $\frac{N}{10}$ 硫酸の調製

硫酸 (比重 1.84) 約 2.8 cc を水にて稀釈し 1「リッ

トル」 と爲し硫酸「バリウム」の沈澱を作り重
量法にて検定す

2. $\frac{N}{10}$ 「アンモニア」水の調製

「アンモニア」水 (比重 0.90) 約 6.7 cc を水に
て稀釈し 1「リットル」と爲し使用の都度 $\frac{N}{10}$
硫酸を用ひ容量法にて検定す

3 「コチニール」溶液の調製

「メチルアルコール」 20 cc に水を加へて 100 cc
と爲し粉末「コチニール」約 1 g を加へ数分間
微熱し濾過したるものとす

4. 試料の分解し難きときは冷却後少量の結晶過
「マンガン」酸「カリ」を加へ更に加熱し試料を完
全に分解す

5. 無煙炭に在りては試料を指頭にて粒状を感ぜ
ざる程度の微粉と爲すを可とす。此の場合に於
ては水分吸収の虞あるを以て注意するを要す

第十八條 酸素の試料に對する百分率は次式に依り之を
算出す

$$100 - \left\{ \text{炭素 (\%)} + \text{水素 (\%)} + \text{燃焼性硫黄 (\%)} + \text{窒素 (\%)} + \text{灰分 (\%)} \times \frac{100}{100 - \text{水分 (\%)}} \right\}$$
$$= \text{酸素 (\%)}$$

第五章 發熱量測定方法

第十九條 發熱量の測定には第八條に依り調製したる試

料を使用す

第二十條 発熱量の測定法は次の通とす

一 要 旨

非断熱式又は断熱式「ポンプ」熱量計に依り測定したるものに一定の補正を爲し試料 1 g に對する「カロリー」数を以て発熱量とす

二 操 作

(一) 非断熱式「ポンプ」熱量計に依る場合 試料約 1 g を白金製、石英「ガラス」製又は素焼製の皿に秤量し之を「ポンプ」の蓋に懸吊し点火用「ニッケル」線を試料に触れしめ包紙を使用したるときは其の上端を点火線にて貫き其の両端を点火用電極に接続したる後蓋を完全に密閉し「ポンプ」内に圧縮酸素を徐々に送入し約 25 kg/cm² に達せしむ「ポンプ」の気密を検したる後之を内筒中に收め清水約 2 kg (秤量の精度は 1 g 迄とす) を加ふ。内筒の水の温度は室内温度より約 1°C 低からしめ外槽を用ふる場合は其の水の温度より約 2°C 低からしむ次に「ベツクマン」温度計若は 0.01°C 目盛を有する標準温度計及攪拌機をそれぞれ所定の位置に置き点火用電極を電圧 10「ヴォルト」乃至 15「ヴォルト」の電源に接続し内筒の蓋を爲して攪拌機を運轉せしむ 但し其の速さは 10 分間に内筒

温度に 0.005 C の上昇を来さざる程度たらしむるものとす

2 分乃至 5 分の後温度計の温度上昇の割合が一定となりたるとき擴大鏡にて毎分温度計の示度を読み之を記録し 5 分目に電路を内じ 2 秒以内電流を通じて試料に点火し毎分温度計の示度を読み之を記録し温度計の温度降下割合が一定となりたる後も引続き更に 5 分間毎分温度計の示度を読み之を記録す。発熱量は次式により算出す。

$$\left\{ \left(\text{上昇温度} + \text{輻射及傳導に依ル熱ノ補正} \right) \times \text{内筒水量} (g) + \text{水当量} (g) \right\} - \text{包紙燃焼熱} \times \frac{1}{\text{試料} (g)} = \text{発熱量「カロリー」}$$

(二) 断熱式「ポンプ」熱量計 (燃研式熱量計) に依る場合 前号と同様に試料を秤量し之を「ポンプ」内に取付け「ポンプ」の気密を検したる後水筒中に挿入し清水約 22 kg (秤量の精度は 1g 迄とす) を加へ内筒の水の温度を外槽の水の温度より高からしむ

次に攪拌機を入れ点火線を入筒を入れる中間筒の蓋の電極に連結したる後其の蓋を爲し内筒及外筒用「ベツクマン」温度計若は 0.01°C の目盛を有する標準温度計を挿入し点火用電極を電圧 10「ヴォルト」乃至 15「ヴォルト」の電源に接続し

内筒及外筒の攪拌機を運轉せしめ内筒用攪拌機が毎分約 120 回の割合にて上下運動を爲す如く調節す

次に外槽に附したる 2 箇の「スイッチ」に依り内外筒との温度差を $\pm 0.3^{\circ}\text{C}$ 以内ならしめ 1 分毎に 3 回内筒用温度計の示度を読み其の一定となるに至り試料に点火す。此の場合先づ 2 箇の「スイッチ」を同時に閉ぢり秒の後点火用「スイッチ」を閉ぢ「ポンプ」内に送電して試料を燃焼せしめ内筒の温度が其の全上昇温度の約 $\frac{2}{3}$ に至りたる時外槽の送電を断ち其のまま、静置し内筒の温度上昇が止りたる後毎分温度計の示度を読み 3 回同一温度を得たる時測定を終了す。以下非断熱式「ポンプ」熱量計による場合に準じて處理し発熱量を算出す

前各号の試験は同一人に於て 回繰返し其の結果の差が 50「カロリー」を超過するときは更に之を繰返し其の差が 50「カロリー」以下となれるもの二回の平均値を以て所要の値とす

三、水當量測定

純安息香酸 1 g 乃至 12 g を秤量し発熱量測定の場合と全く同一に操作し次式に依り水當量を算出す。発熱量測定に於ては素焼皿を使用したる場合本測定に於ては安息香酸を白金皿に採り素

焼皿に載せ操作するものとす

$$\frac{\text{安息香酸} / \text{発熱量} \times \text{安息香酸} (g)}{\text{上昇温度} + \text{輻射及傳導} = \text{依ル熱} / \text{補正}} - \text{内筒水量} (g) = \text{水當量} g$$

本測定は同一人に於て 5 回繰返し各回の結果の差が内筒の水量 (g) と水當量 (g) との和の 0.3% を超過したるときは更に之を繰返し其の差が 0.3% 以下となれるもの 5 回の平均値を以て所要の値とす。

安息香酸は発熱量を明記せるものを使用することとを要す。

四、補正

発熱量の計算には次の補正を行ふものとす

(一) 輻射及傳導に依る熱の補正は次式に依る。但し断熱式「ポンプ」熱量計に依る場合は本補正を要せず

$$nV + \frac{V' - V}{t' - t} \left\{ \sum_{i=1}^{n-1} (t_i) + \frac{1}{2}(t_0 + t_n) - nt \right\}$$

- n 燃焼期(点火より温度降下の割合が一定となり始むる迄の時間(分))
- V 燃焼前期に於ける毎分の平均降下温度($^{\circ}\text{C}$)
- V' 燃焼後期に於ける毎分の平均降下温度($^{\circ}\text{C}$)
- t 燃焼前期に於ける平均温度($^{\circ}\text{C}$)
- t' 燃焼後期に於ける平均温度($^{\circ}\text{C}$)
- $\sum_{i=1}^{n-1} (t_i)$ 燃焼期中最初及最後を除きたる読み

取温度の總和 (°C)

し。 燃焼期最初の温度読み (°C)

た。 燃焼期最後の温度読み (°C)

(二) 包紙の燃焼熱 包紙 1g に付豫め測定したる
量に本試験に使用せるものの量を乗ず。

備 考

1. 発熱量は試料の量より水を減じたるもの 1g
に対する「カロリー」数を以て示すことを得
但し此の場合に於ては其の旨附記することを要
す
2. 試料が無煙炭の場合は特に微粉と爲したるも
のを使用す 完全燃焼せざる虞ある試料は圧縮
して錠と爲すか或は約 50mm 角の発熱量既知の
雁皮紙等にて包むを便とす
3. 圧縮酸素は水素其の他の可燃性不純物を含有
せざるものを使用するものとする
4. 点火用「ニッケル」線は径約 0.1mm、長約
100mm のものとする
5. 「ポンプ」は耐酸金属製のものとする
6. 輻射及傳導に依る熱の補正は正確度同等の他
の式に依ることを得
7. 測定結果の採録に當りては其の測定方法を附
記することを要す

第六章 雜 則

第二十一條 本規格に於ける秤量の精度は特に規定する
ものの外總て 0.1mg 迄とす

第二十二條 本規格に依る 結果は小数第二位迄を採
録し発熱量測定結果は整数第一位を四捨五入して採
録するものとする

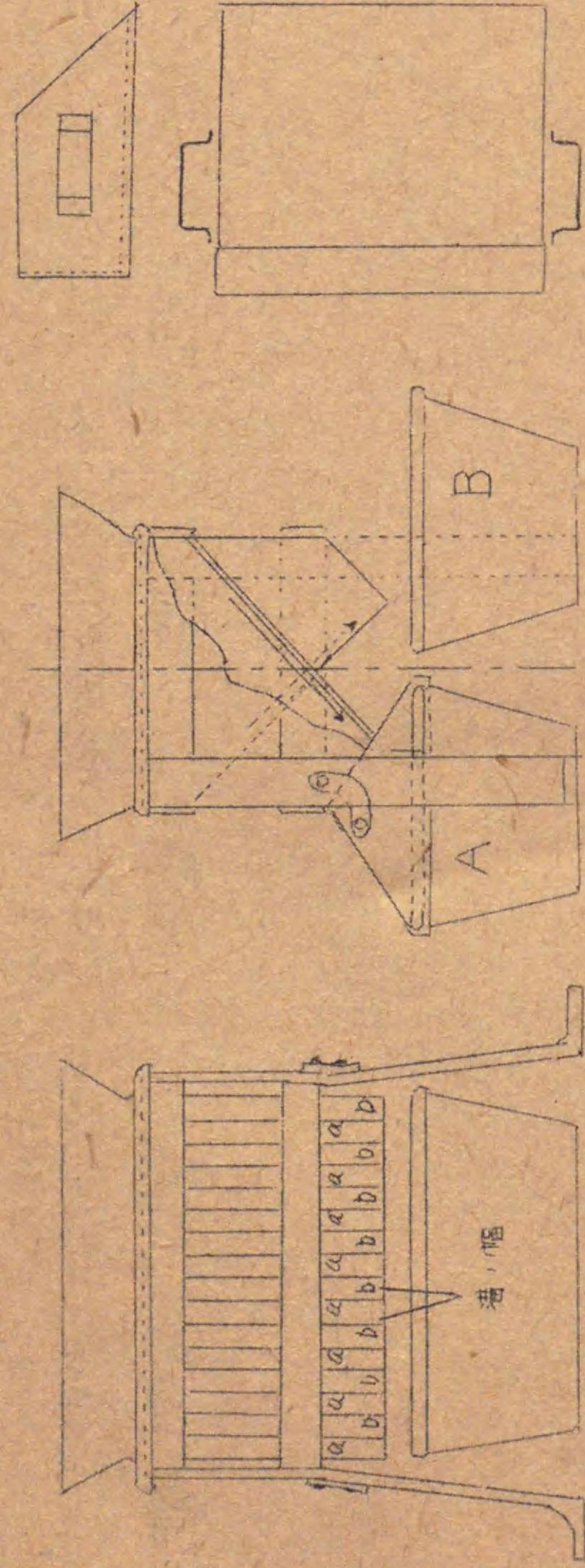
第二十三條 本規格の分析結果は必要に應じ試料の量よ
り水分及灰分の量を減じたるものに対する百分率を
以て示すことを得 此の場合に於ては其の旨附記す
ることを要す

第二十四條 本規格の分析結果は分析項目に應じ湿分或
は水分(湿分及水分)の補正を爲し原炭に付ての結果
に換算し之を表示することを得 此の場合に於て
は其の旨附記することを要す

第二十五條 分析及試験結果を採録するに當りては必要
に應じ次の諸項目、之を行ひたる年月日 之を行ひ
たる場所名 分析及試験責任者氏名を記入するもの
とする

試 料 産地名、坑名、層名、銘柄等
塊物の別
到着時の状況
試料採取方法
試料採取時の天候

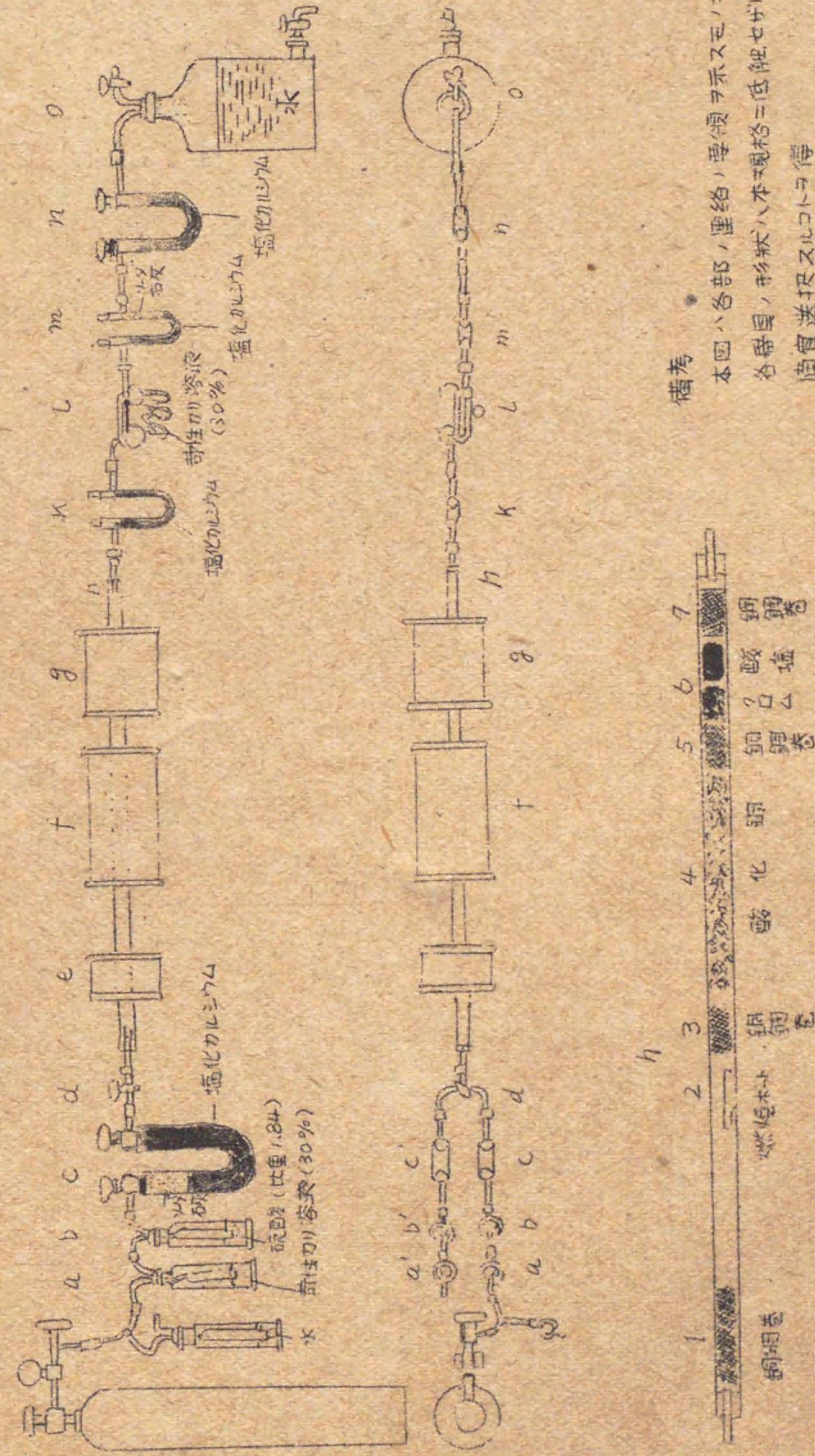
附圖第3 二分器



a 通ハA容密側ニ開口ス
b 通ハB容密側ニ開口ス

一 号	清、幅、溝、数
一 号	約 20 mm 16
二 号	約 30 mm 16

附圖第4 炭素及水素定量装置



備考
本圖ハ各部ノ連絡ノ要領ヲ示スモノニシテ
各器具ノ形状ハ本規格ニ依ルベシガレバ
適宜変更スルコトヲ得

昭和 16 年 11 月 20 日 印刷
昭和 16 年 11 月 25 日 發行

(非 賣 品)

編輯兼
發行人 兵庫縣武庫郡瓦木村甲子園口二〇〇
藤 原 利 市

印刷人 大阪市北區東野田町九丁目十六
ぐろりあ工房
丹 羽 善 次
電話堀川⑤一三九二番

發行所 東京市麴町區內幸町一ノ一
商 工 省 燃 料 局

Y994-J9386



1200900219825



Y994-J9386