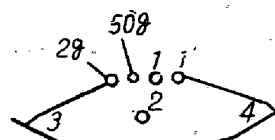
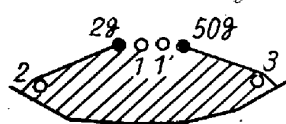


を選び、各位置における採取箇所は断面図に示した 1, 2, 3, 4, 5, 6 の 6ヶ所より、インクリメントの大きさ 10g で採取した。亦 1 よりは相隣れる部分より、インクリメントの大きさ 2g 及び 50g で採取した。採取機によつた場合第 1 図についていえば、1 なる箇所より 3m 間隔に、しかも、インクリメントの大きさ 2~3g であつてゐるのであるから、論議の対象となるのは



第 3 圖



第 4 圖

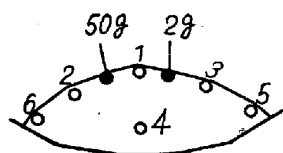
- i) インクリメントの大きさは 2g でよいか。
  - ii) 採取箇所は 1 からのみでよいか。
- の 2 点である。

試験結果は全部個々に分析を行つた。測定は同一人が同時に 2 回行つた繰返しの誤差のみが分る様に行い、再現精度については求めていない。

先づインクリメントの大きさについて言えば同一分からとつた 2g, 10g, 50g の申ばらつきについて言えば 2g でとつたものが一番大きく、50g でとつたものが一番小さくて常識から考えられる通りの結果を示したが、この差がもしインクリメントの大きさに基くバイアスとすれば問題であるが、20 ヶの個々の測定値を示すとは限らない。それでインクリメントの量をかえることによつて生ずるバイアスの有無を調査したが、インクリメント間のバイアスは有意性がみとめられなかつた。これについて結果のみを要約すると。

- i) ベルトの長さの方向の変動が可成り大きい。
- ii) 分散分析で求めた誤差変動が予想以上に大きい。
- iii) 結果としてはインクリメントの大きさによるバイアスや採取位置によるバイアスはあまり問題にする必要はないようだが、未だ疑問の余地がある。

次に前回と殆んど同じ方法をとつたが採取箇所を減じ第 2 図の如き方法をとつた。即ち 10g では 1, 1', 2, 3, 4 の 5ヶ所より採取、尚 1, 1' と相隣れる箇所より 2g



第 2 圖

及び 50g でとつた。これを I, II, III, W, V より A, B, C, D にとつて行つた。これについての結果のみを要約すると、極偏値が求められただけでも、インクリメントの大きさや採取個所に依るバイアスはあまり気にする必要はないと思われる。しかしあまりすつきりした結論は得られないので更にもう一度調査してみた。第 1 図、第 2 図に準じて行つたが採取ヶ所は第 3 図の如く 1, 1'

2, 3, の 4ヶ所とし、インクリメントの大きさ 10g でとつた外 1, 1' に隣接する部分より 2g 及び 50g でとつた。尚第 4 図に示す各部を採取した後、斜線の部分全部 (約 600g) をサンプルとしてとり、縮分して測定した。縮分は 3mm で 2 回、1.5mm で 1 回、40 メッシュで篩分して、これより 50g を分析試料とした。そして採取ヶ所及びインクリメントの大きさ別に平均値及び標準偏差を計算した。そして前 2 回の試験結果と合せて考察する事により、自動試料採取機により、装入炭のサンプリングを行つてもよいという見当をつけ得た。

以上の結果より高精度でサンプリングする事が出来、ばらつきの範囲を小さくし得て日常の作業に大いに貢献しているが、この採取機の主なる長所は

- i) 製作費及び維持費が非常にすくなくすむ。
- ii) 好みに応じてインクリメントの大きさを変え得る。
- iii) 輸送している限り、連続的に試料を採取しうる。
- iv) コンベヤーが水平であろうが傾斜していようが、取りつけ得る。

然し水分に対しては受器が密閉式でないから、損失を生じ、精確をきしがたいが、ブランクテストによりチェックする必要がある。

### (49) 石炭コークス灰分迅速分析法について

(A Rapid Method for the Determination of Ash in Coal and Coke)

日本鋼管川崎製鐵所検査部 佐藤 武彦  
○I 宮津 隆

#### I. 要 旨

現在各国の灰分定量規格は何れも試料を空气中に於て 750~800°C に加熱し、灰化したとき残留する無機物の

量を求め、試料に対する百分率をもつて灰分とするものである。分析所要時間は炭種銘柄等により異なるが、少くとも 2~4 時間を要するので従来灰分迅速分析法について多くの研究結果が報告されている。これらの内、主なるものをあげれば次の通りである。

- a) 比重測定法
- b) 湿比重測定法
- c) 比重別沈下物重量測定法
- d) 熱伝導度測定法
- e) スペクトル分析法
- f) X線分析法
- g) 高温灰化法
- h) 酸素気流中灰化法

(a)~(f) は間接法で、(e) (f) を除き比較的簡易な装置で測定できる特長を有し分析所要時間概して短い。これらの方法は多数の検量曲線を備えない限り一般的に適用できない欠点があり、又その精度も常に検量曲線を作製する際の直接灰化法自体の精度以下になることは避けられない。(g) (h) は直接法で時間的には間接法より不利であるが、未知試料をも直に分析することができ精度も標準法と大差ないようである。当所では酸素気流中灰化法を試験することとし、次の 3 方法を追試した。

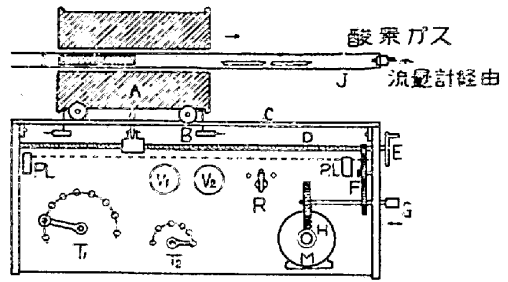
- i) マッフル炉を使用する富士製鉄 KK の方法
- ii) 管状炉を使用する R. Belcher 等の方法
- iii) メッケルバーナーを使用する L. Pozzeto の方法

その結果多数試料を一時に分析できる点で富士製鉄の方法が最もすぐれているが、一方之等に共通した難点は揮発分爆発の問題であることを知った。即ち夕張其他高揮発分炭では急激に発生した揮発分が酸素と混合して爆発することが屢々あるので、揮発分発生時に酸素を止めるか試料を極めて徐々に加熱するか何れかの方法を選ぶ必要がある。何れにせよ 3~5 分間相当綿密な手加減を必要とするのでこの操作を機械化することを企て、第 1 図に示す可動管状電気炉を試作し好結果を得たので之について報告する。

## II. 灰分迅速分析装置

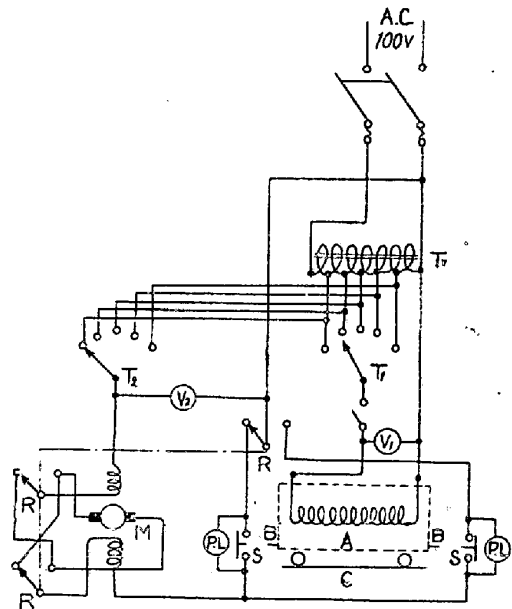
a) 炉体…全長 330mm, 長径 260mm, 短径 200mm の楕円型断面を有する開閉式管状電気炉、透明石英燃焼管 2 本同時に加熱し 4~6 試料を同時に灰化することができる。

b) 炉体駆動機構…1/8HP シリウスモーター及減速装置により炉体を駆動する。炉速はモーター変速レバー及



- A: 2KW 管状炉
- B: 駐退装置
- C: レール
- D: 運転軸(角弁)
- E: 手動ハンドル
- F: 伝動ギヤ
- G: 手動クラッチ
- H: ウォームギヤ
- I: 巻銅綫
- J: 石英管
- M: 1/8HP シリウスモーター
- R: 逆転レバー
- T: 炉温調節タプ
- T<sub>2</sub>: 炉体電圧計
- V<sub>1</sub>: 炉体電圧計
- V<sub>2</sub>: モーター電圧計

第 1 圖 灰分迅速分析装置



第 2 圖 結線圖

トランスにより 0~60mm/分 に調節可能。尚炉体が移動して停止スイッチを押すとモーター回路が開いて自動停止する。試料灰化後逆転レバーを廻すと回路が閉じ炉体は逆行する。

## III. 操作及所要時間

操 作	所要時間
a) 炉温を約 750°C に升温……………	約 20 分
b) 炉速を適當 (通常 30mm/分) に調節	} 2
c) 0.5g の試料をボートに秤取	
d) ボートを燃焼管に挿入	} …… 1
e) 酸素を 100cc/分の割合に送入	
f) 逆転レバーを前進に廻す	
g) 炉体発進後 10~15 分たつた時炉を開き試料灰化を確めた後逆転レバーを後	

進に廻す.....10~15

- b) ポート抽出, 冷却後秤量 }..... 10
- i) 灰分を算出 }

総計 23~28 分 (除炉昇温時間)

IV. 實 験 結 果

第 1 表 JES 法との比較

試料銘柄	JES 法灰分	迅速法灰分	偏差	備考
高爐用 コークス	12.26	12.15	-0.11	
試験爐 コークス	12.54	12.37	-0.17	
權現洗粉	22.00	21.58	-0.42	無煙炭
矢岳炭	24.10	23.84	-0.26	瀝青炭
印度炭	16.54	16.57	+0.03	//
平田山炭	26.21	25.63	-0.58	//
米國炭	6.16	6.17	+0.01	//
夕張特粉	7.05	6.63	-0.42	//
大夕張洗粉	8.41	8.31	-0.10	//
印 原炭	14.37	14.36	-0.01	
度 洗炭	13.87	13.92	+0.05	
炭 硬炭 1 號	54.87	54.86	-0.01	
炭 硬炭 2 號	38.03	37.23	-0.80	
炭 硬炭 3 號	30.96	30.93	-0.03	
炭 微粉	11.31	11.04	-0.27	
平田山炭	30.23	30.16	-0.07	
炭 洗炭	20.48	20.53	+0.05	
炭 硬炭 1 號	64.43	64.52	+0.09	
炭 硬炭 2 號	44.81	44.37	-0.44	
炭 硬炭 3 號	70.50	71.04	+0.54	
炭 微粉	24.57	24.74	+0.17	
古河好間炭	10.88	9.74	-1.10	褐炭
常盤炭	27.58	26.90	-0.68	//

V. 分析精度及正確度

a) 精 度

本迅速法の同一人同時 2 回併行分析時の再現の再現精度を推定すると

$$n=43, \bar{R}/d_2 = \sigma M = 0.116$$

管理限度  $D_4\bar{R} = 0.431$  となる。供試料灰分は 6~70% に及んでいるから分析精度は JES 法に劣らないと云えよう。

b) 正確度

第 1 表について褐炭を除き迅速法と JES 法の分析値の差の有意性の検定を行うと、

$$F'_{n-1} = (\bar{d}-m)^2 n / \sigma_e^2$$

であるから  $m=0$  と仮定し  $n=21$ ,  $\bar{d} = -0.13$ ,  $\sigma_e^2 = 0.0847$  を代入すれば  $F'_{20} = 4.19$  となり有意の差は認められない。

IV. 總 括

a) 酸素気流中灰化法は分析時間短縮には極めて有効

ではあるが若干灰分の分解を起す傾向があるので、褐炭、瀝青炭については更に検討の余地がある。一般の瀝青炭については充分適用し得る。

b) 当所で試作した灰分迅速分析装置は揮発分追出操作を完全に機械化したため、高揮発分炭を確実に分析できる特長を有するが、一時に 4~6 試料しか灰化できない点が欠点である。

c) 同装置による分析最適条件は次の通り

- 炉速 ..... 30mm/分
- 炉温 { 石 炭 ... 750°C
- { コークス ... 800°C
- 酸素流量 ..... 100cc/分

(50) コークスの反応性に就て (On Reactivity of Coke)

九州大學工學部冶金學教室 工博 谷 村 照 明  
工 〇 大 守 明

この研究の目的はコークスの反応性を左右する因子が何であるかを知り、反応性の本質を明かにせんとするものである。

I 反応性の試験法

コークスを 10~28mesh と <150mesh の二種類に篩別し、乾燥し、磁性ポートに入れ電気炉中でそれに CO<sub>2</sub> ガスを送つた。反応したガスをヘンベル分析器で分析して Bähr の式即ち CO/CO+2CO<sub>2</sub> × 100% により反応性を表わした。実験に用いたコークスの分析値及び各温度に於ける反応性を第 1 表に示した。表に見る如く 700°C, 800°C 及び 900°C ではコークス別の反応性の差があまりよく出ないが、1000°C では差が大きく示されている。従来反応性の測定温度は 900°C 附近で行われていたが、実際の使用状態の温度に近くもあり且コークス間に差の大きく現われることから 1000°C を測定温度とすることがよいと考える。

II. コークスの反応性と諸性質との關係

コークスの反応性と種々の性質との關係を実験して以下の如き結果を得た。

a) 比重, 気孔率との關係

コークスの比重と気孔率を 6~10mesh と <150mesh の試料を用いて測定した。気孔率の大きい事が直ちに反応性の良い事を意味しないことは既に云われているが、本実験でも第 1 図の (a) に示す如くこの兩者の間には