

北海道工業開発試験所年報

—昭和 39 年 度—

工 業 技 術 院

北 海 道 工 業 開 発 試 験 所

北海道工業開発試験所

昭和 39 年 度

目 次

1. 総 説	1
1.1. 組 織	1
1.2. 土地および建物	2
1.3. 試験研究施設, 設備の整備状況	2
1.4. 会 計	4
1.4.1. 39年度費目別支出概要	4
1.4.2. 才入徴収	5
1.5. 職 員	5
1.5.1. 職能, 学歴別職員	5
1.5.2. 等級別職員	5
2. 業 務	6
2.1. 試験研究業務	6
2.1.1. 特別研究	6
2.1.2. 経常研究	6
2.1.3. 受託研究	10
2.2. 試験研究成果の公表等	11
2.2.1. 試験研究果の発表	11
2.2.2. 業中所有権の出願	12
2.2.3. 依頼試験分析, 技術相談および指導	12
2.3. そ の 他	12
2.3.1. 広報, 図書	12
2.3.2. 見 学	12
2.3.3. 工業技術協議会等	13

北海道工業開発試験所

所 名	所 在 地	電 話 番 号	所 属 部 課
北海道工業開発試験所	札幌市東月寒41の2	札幌 (86) 0151~0156	第1部, 第2部, 第3部, 企画課, 庶務課

1. 総 説

当所は北海道における資源の開発および有効利用に関する工業化技術の確立をはかるとともに分析に関する近代設備を整備し、北海道における諸産業の振興に寄与するため、昭和35年度に工業技術院所属の北海道における唯一の国立研究機関として新設されたものである。

昭和35年に新設以来試験所としての庁舎等施設の建設研究設備の整備を実施中であり、昭和38年度をもって当所の第1期建設期間を終了し、引続き北海道第2期総合開発計画と併行して昭和40年度から5カ年（予定）をもって第2期拡充期間とし機構、設備の整備拡充を期する計画である。

研究業務としては、石炭の利用合理化の一環として道炭から無煙燃料の製造研究を特別研究として実施し着々その成果をあげつつあり、又工業標準化研究として、建築用プラスチック製品に関する耐候性試験方法および工業標準原案作成のための基礎研究を行なっている。經常研究については、石炭の加工利用、副産タールの有効利用、道産鉱産物の選鉱・精錬、煤煙防止にからむ石炭の無煙性の問題、道内分析セスターとしての分析機器の整備並びに分析の迅速化の研究、化学装置の工程設計、単位操作、自動制御部門、更に化学装置の設計、試作ならびに材料に関する試験研究および依頼による材料試験部門が加わり、工業化試験の基礎研究部門としての体制を整え総力を挙げて研究を推進している。

1.1. 組 織

(39年度末現在)

所 長 雨宮登三	第 1 部 伊集院兼正	第 1 課 長谷川義久	石炭の化学的処理に関する試験研究
		第 2 課 田中 俊	石炭の処理により得た物質の利用に関する試験研究
		第 3 課 山口 義明	金属、非金属鉱産物の選鉱精錬等に関する試験研究
	第 2 部 松前 鼎一	第 1 課 浜田 智夫	化学分析に関する試験研究並びに依頼による試験、分析
		第 2 課 佐藤 俊夫	機器分析に関する試験研究並びに依頼による試験分析
		第 3 課 池畑 昭	工業用廃水の処理に関する試験研究並びに依頼による試験分析
	第 3 部 (兼)雨宮登三	第 1 課 山口 弘	化学装置の単位操作に関する試験研究
		第 2 課 三井 茂夫	化学装置の自動制御に関する試験研究
		第 3 課 荒木 富安	化学装置の工程設計に関する試験研究
		第 4 課 (兼)荒木富安	化学装置の設計、試作並びに材料に関する試験研究及び依頼による材料試験
	企 画 課 安孫子義雄	試験研究の企画、調整並びに調査、広報、特許、図書等に関する業務	
	庶 務 課 渡辺 俊介	庶務、人事、経理、用度、物品、管財、厚生等に関する業務	

1.2. 土地および建物

所 属	土 地		建 物			
	区 分	面積(m ²)	区 分	様 式	棟 数	面積(m ²)
北海道工業開発試験所	国 有	59,819	国 有	鉄筋コンクリート2階建(研究庁舎)	1	4,010
				鉄筋コンクリート2階建(研究庁舎)	1	698
				鉄筋コンクリート平屋建(事務庁舎)	1	233
				鉄骨造一部2階建(実験工場)	2	673
				鉄骨造平屋建(実験工場)	1	297
				鉄筋コンクリート平屋建(研究庁舎)	1	109
				鉄筋コンクリート平屋建(車庫)	1	67
				コンクリートブロック造平屋建(石炭庫)	1	26
				コンクリートブロック造平屋建(宿舎)	17	1,883 (41戸)
				木造雑屋建(物置)	41	201
計		59,819			67	8,197

1.3. 試験研究施設・設備の整備状況

名 称	諸 元	関連研究題目
鋼板製石炭乾留炉	レトルト材質, 鋼板製, 直径8', 処理量 500 kg/日, 加熱方式はサイクロン焙道方式, 内外併熱も可能	無煙燃料製造研究
低温タール精製用減圧蒸溜装置	泡鐘式1段7ヶ, 処理量2.5t/day SUS-27φ 330×7000H×20段, 段間隔280mm 真空度100Hg	低温タールの利用研究
低温実験室	最低温度 -30°C, 広さ20m ² , 前室5m ² 冷凍機 20HP	材料試験
燃焼実験室	広さ26m ² , 最高50°C恒温を保つ,	燃焼器の試作
中圧空気源設備	日鋼スルザー無給油ラビリンス式 容量50m ³ /h, 吐出し圧力7.0kg/cm ² , 電動機11kw	化学装置関係
抵抗加熱式高真空電気炉	島津デグサ Gy 45/150型, 最高温度 2200°C 真空度 10 ⁻⁵ 1mmHg (ガス雰囲気も可)	鉍石の焼純, 焼結, 熔解用
高温金属顕微鏡	オリンパス万能金属顕微鏡PMF, 高温真空炉HMB Ⅲトムバック管付, 高温用反射対物レンズ×11,045, 真空加熱排気装置付	金属の加工利用研究
全自動式カウンターカレント装置	三田村理研工業(株)555CCD, 全自動ロボット 駆動機構, パイレックス製平衡抽出管(上下相各 10ml用)	タール酸の分離精製用
ユニバーサルレオメーター (粘弾性試験装置)	島津(UR-1H型), 測定温度0~250°C(±0.3°C) 回転数 5~500 r.p.m 測定粘度 0.06~3,600 Poise	低温タールの利用研究
横流式混和凝集沈澱処理装置	処理水量 600ℓ/h (1) 接触酸化装置 (2) 急速攪拌装置 (3) 緩速攪拌装置 (4) 薬品洗でん装置 (5) 動力急速砂濾過装置 のユニットよりなる。	マンガン水及び泥炭水の処理研究
蒸気圧降下式分子量測定装置	メクロラボ社 301A型, 電気回路ホイーストンブリッ ジ回路(0.01Ωの精度で測定可能)	工業用廃水の処理研究

名 称	諸 元	関連研究題目
	測定時間2～3分, 精度, 測定誤差1%以内, 再現性 $\pm 0.02\Omega$, 測定溶液量8g/ml	
オゾン発生機	日本オゾン(株)0-1-2型, 発生量0.5～1g/h	〃
チゼリウス電気泳動装置	日立製HTB-2型, Uセル $2 \times 15 \times 50$ mm, 試料量 約2ml, 電極槽緩衝液量約300ml シユリーレンレンズ径70mm, 焦点距離400mm	〃
分光光電光度計	測定波長域195～700m μ , 光源紫外水素放電管可視タ ングステンランプ, 分散子, 回析格子, 格子定数1440 /mm, プレーズ波長200m μ , 波長精度0.5m μ 以下	〃
自動計量機	久保田鉄工(株)製HA型差動平衡式台秤, 秤量100kg 最小目盛10gr, 載寸法700×700(mm), 重量指示型 式ダイヤル指示, 印字操作, 自動印字式設定時間60秒 印字型式, 連続テープ印字式,	半成コークス燃焼器 の試作に関する研究
電子管平衡式万能試験機	島津REH-50型, 秤量50屯, 引張, 圧縮, 抗折, 曲 げ試験可能, 自動負荷制御装置付属	材料試験
X線探傷機	東芝工業用携帯式X線装置EX-185-3型, 出力X線 管電圧50～185KVP 連続可度, X線管電流1～5mA 連続可変	〃
超音波探傷機	三菱電機製FD-502型, 標準周波数1, 2, 3, 5, 10 メガサイクル, 測定法1～2探触子多重反射法, 超音 波減衰測定装置, 音速測定装置付属	〃
歪 計	携帯用静歪指示計 共和SLW-Z10FA型 静的歪測定器 〃 SM-60AT型 動的歪測定器 〃 DPM-6AT型 差動変圧型変位計 新光電機製MI-3W-11型 電磁オシログラフ 共和ラビューダ-RMV-0253C型 シンクロスコープ 日立V-112型	化学装置関係
硬 度 計	ビッカース硬度計 明石製AVK型 電動ロックウエル硬度計 明石ORK型 微小硬度計 島津M型	材料試験
高温高压腐蝕試験機	佐竹化学製, 容量0.4ℓ, 最高使用圧力300kg/cm ² 最高使用温度400°C, 材質SUS32	〃
自動記録式比熱示差熱分析装 置	測定温度範囲, 室温～1,100°C, 温度制御方式PID 方式, 精度1000°C $\pm 50\mu$ V, 測温方式電位差計方式, 精度 $\pm 1\mu$ V, ガスフロー及びガス抜き用測定容器付	タールの利用研究
温度測定装置	1) 可変レンジ12点記録計, 大倉電機製25SB7-1R12 点, 5～100mV, 連続可変, 0シフト ± 100 mV 2) 可動コイル記録計, 富士電機製VDS-612型 3) 電子恒温空気槽 田尻機械製ECD-216 温度範囲 -20°C $\sim \pm 60^\circ$ C 4) 電子管検流計 東亜電波AD-6 0 $\sim \pm 30\mu$ V $\sim \pm 30$ mV, 6レンジ, 出力 ± 7 VDC 5) 振動容量電位差計 武田理研 TP-84B型 レンジ 0 $\sim \pm 1\sim 30$ mV ~ 30 V, 0 $\sim \pm 1 \times 10^{-15} \sim 3 \times 10^{-5}$ A, 出力10mV/10 Ω , 入力インピーダンスDPEN 10^{-12} $\sim 10^8\Omega$	化学装置関係
圧力測定装置	1) 油圧分銅式基準圧力計, 東京航空計器TDT-3 圧 力1.5 ~ 500 kg/cm ² , 精度 $\pm 0.2\%$ 2) ピストン精密圧力計, 富士電機PPI 圧力7 ~ 32 kg/cm ² , 7kg/cm ² 幅, 精度 $\pm 0.5\%$ 3) マイクロ圧力計, 東京航空計器 精度 $\pm 1\%$ 4) 空気圧式圧力発信器, 富士電機PDF-2-V レンジ 0 $\sim 120 \sim 305$ mHgAbs, 精度 $\pm 0.5\%$	化学装置関係

名 称	諸 元	関連研究題目
	5) 空気圧式差圧発信器 北辰電機 B-199B レンジ 0~300~1500mmAg, 精度±0.5% 6) 空気圧式記録調節計, 横河電機 54型 記録計+V-220調節器, 目盛 0~100%, 精度±0.5%	
流量測定装置	1) 湿式基準ガスメーター, 金門製作所 20灯, 1目盛 1ℓ 2) オーバル基準メーター, オーバル LA-108k-11-1105, 流量 10~30m³/h, 3) 温度圧力補正付流量計, 富士電機, 発信器 MMF 0~200mA, 差圧 0~36~144mmAq., 可変レンジ 4) 電磁流量計 富士電機 E-FTEM 流速 1~10m/sec 可変レンジ	化学装置関係
計数値記録計	1) ユニバーサルカウンタ, タケダ理研 TR-4145 最高周波数 330kc, ゲート時間 0.1, 1, 10sec 2) ストロボ 日本電子測器 ST-12 レンジ 1~10,000cpc, 発光管 Ne 及び Xe 3) マルチメーター タケダ理研 TR-6225 4) 超低周波発振器 NF回路設計ブロック FG-102, レンジ 1/1000~1000Cps, トリガー出力 leg f 出力付 5) プログラム発振器, 大倉電気 B型 時間 1H~8D, 波形任意, 出力 100mv 6) 演算記録計, 理化電気コンピューティングレコーダ 7) 可変レンジ記録計 大倉電気 25SB7-IR(H), レンジ 5~100mV 可変, ペン速度 0.7sec/f.s. 8) 汎用記録計 東亜電波 EPR-2T 入力 ±5mV~±100V 14レンジ, チャート幅 150mm チャート速度 20mm/H~180mm/min, ペン速度 0.3sec/f.s.	化学装置関係
ホ ブ 盤	最大切削径 120mm以上, 長 1200以上 切削モジュール 0.2~2.0mp, 使用ホブ最大径 32mm φ 以上	試 作 用
万能フライス盤	豊田工機(株) ZIC型, テーブル作業面積 1200×300 mm, ヘッド前後自動送り速度 12.5~500mm/min ヘッド上下自動送り速度 6.25~250mm/min, 自動送り速度変換数 9	〃
精 密 旋 盤	池貝鉄工(株) A-20型, オシ Copp 固定レバー押軸送り ネジ間の減速装置(1/5減速)を切換えることができる。	〃

1.4. 会 計

1.4.1. 39年度費目別支出概要

科 目	金 額	科 目	金 額
(項) 北海道工業開発試験所	102,371,198	庁 費	39,907,982
職 員 俸 給	32,473,400	光 熱 水 料	2,991,048
扶 養 手 当	778,896	(項) 工 業 技 術 院	1,536,920
暫 定 手 当	1,877,432	各 所 修 繕	1,499,920
職 員 諸 手 当	6,509,681	庁 費	2,000
職 員 特 別 手 当	12,054,673	鉦工業技術図書購入 費	35,000
超 過 勤 務 手 当	2,856,000	(項) 鉦工業技術振興費	46,548,980
常 勤 職 員 給 与	420,156	職 員 旅 費	145,570
非 常 勤 職 員 手 当	249,320	試験所特別研究費	733,625
職 員 旅 費	2,094,520	試験所研究設備整備 費	45,600,975
赴 任 旅 費	158,090	光 熱 水 料	1,980

科 目	金 額	科 目	金 額
試験所受託研究費	66,830	委員等旅費	205,700
(項) 北海道開発計画費	6,213,852	庁 費	5,579,462
諸 謝 金	20,000		
職 員 旅 費	408,690	総 計	156,670,950

1.4.2. 才入徴収

科 目	金 額 (円)	科 目	金 額 (円)
国有財産利用収入	766,501	不用物品売却代	483,598
国有財産貸付収入	766,501	雑 入	464
公務員宿舍貸付料	733,206	延 滞 金	464
建物及物件貸付料	33,295	受託調査試験及役務収入	91,010
諸 収 入	946,113	受託調査及試験収入	91,010
弁償及返納金	371,041		
弁償及違約金	371,041		
物品売却収入	483,598	合 計	1,712,614

1.5. 職 員

1.5.1. 職能・学歴別職員

(昭和39年度末現在)

組織	職能 学歴	研 究 従 事 者										事務 従事者	技能 従事者	合 計
		化 学	応化 用学	機 械	電 気	鉦 山	金 属	薬 学	建 築	農 化	物 理	計		
所 長		1										1		1
第 1 部			17			5	1	1				24		24
第 2 部		9	8	1				1		1	1	21		21
第 3 部			7	10	3	1					3	24	4	28
企画課			2			1	1		1			5	2	7
庶務課													19	10
合 計		10	34	11	3	7	2	2	1	1	4	75	21	110

1.5.3. 等級別職員

(昭和39年度末現在)

組織 \ 等級			研 究 職					行 政 職 (1)							行 政 職 (2)				計		
			1	2	3	4	5	計	3	4	5	6	7	8	計	3	4	5		計	
所 第 第 第 企 庶	1 2 3 画 務	長 部 部 部 課 課	1					1													1
			1	4	10	6	3	24													24
			2	2	12	1	4	21													21
				3	12	1	8	24									1	3		4	28
				1	2	1	1	5					2	2							7
									1		5		6	7	19	5	4	1	10	29	
合 計			4	10	36	9	16	75	1		5		8	7	21	6	7	1	14	110	

2. 業 務

2.1. 試験研究業務

2.1.1. 特別研究

〔研究題目〕 新乾留法による道炭の利用合理化に関する研究

〔研究担当者〕 第1部、伊集院兼正、荒木富安、長谷川義久、西野 浩、森田幹雄、武田詔平、下川勝義、広沢邦男、田中 俊、木村哲夫、福田隆至、小谷川毅、広木栄三、山本光義、中田善徳

第3部、荒木富安、三井茂夫、山口 弘、高崎英雄、田崎米四郎、新川一彦、弓山 翠、窪田 大、井戸川清、出口 明、藤岡丈夫、中田二男、田村 勇、児玉英征、本間専治、斎藤喜代志、富田稔、西崎寛樹、田中重信、安達富雄、西脇昭雄、西村興男、三浦建一、三浦正勝、加藤清、西川泰則

〔1〕 固体無煙燃料の製造研究

〔研究内容〕 前回までの連続操業試験により現有乾留炉(5t/日)の乾留条件と無煙燃料性状との関係についてある程度の成果が得られたので、今年度も奔別特小塊(粒度10~25mm)を原炭とし、予熱槽、ガス循環、物質収支等についての試験に主力を注ぎ、又乾留炉内での棚つり現象を起さない600~700°Cの低温、適当と考えられる残留揮発分15~25%程度の品位の製品を得るための滞留時間(排出機回転数)等を主眼に2カ月に亘る長期運転を計画し実施した。しかし耐火煉瓦レトルトの目地切れによるガス漏洩が甚しく、所期の目的を満足し得る結果が得られず、併せて保安上の危険性等を考慮の上、運転の続行は無理と判断したので操業を中止した。

その後、計画を変更し、現在までの操業経験で得た知見により新たな構想を取り入れた鋼板製小型試験炉を試作し、試験を続行することに決定、炉の建設を行なった。この炉はレトルト材質が鋼板製で直径8", 処理量500kg/日、加熱方式はサイクロン焙道方式で内外併熱も可能である。現在この炉を使用し、前の炉で試験し得なかった、乾留条件と半成コークス性状、物質収支と熱精算、ガス循環の予備試験等について試験を実施している。

〔2〕 低温タールの利用研究

〔研究内容〕 昭和39年4月及び10月の2回にわたって、脱水塔及び常圧塔の連続運転を行なった。原料タールは静置加温脱水後2~8%の水分を含んでいるため、これを常圧塔にかける以前に、シャープレス型超遠心分離機

および脱水塔による脱水試験の比較を行ない、処理量と脱水率との関係およびタール中の水粒子径の分布関係を求めた後、脱水タール中の最大水粒子径等の相関関係を求めた。更に得られた脱水タールについての蒸留性格式を求め、富士鉄タール、宇部タール及び内幌タールの性格式との比較を行なったところ、ほぼ宇部タールに類似した結果が得られた。常圧塔については物質収支、熱収支等を検討し、併せて原料供給段及び温度、サイドカット段、過熱水蒸気量、温度についての相関関係を調べ、それ等の留出油に与える影響等についての検討を行なった。本年1月より減圧塔関係の工事に入り、減圧塔の整備を終了した。

〔研究題目〕 建築材料の耐候性試験に関する研究

〔研究担当者〕 鈴木智、窪田大、西村興男

〔研究内容〕 前年度に引き続いて、天然ばくろ試験を実施したほか、次項の試験研究を行なった。

(1) ばくろ試験片の観察測定

前年度と同一の項目について、6月、9月、12月、3月の測定及び各種継続観測を行なった。

(2) 紫外線照射量の測定

前年度まで実施していた南面45°の紫外線照射量の積算値測定のほか、水平面の紫外線量積算値、及び南面45°の経時変化量の測定を開始した。

(3) ウエザーメーターによる促進劣化試験

天然ばくろと同一の試料について、ウエザーメーターにより促進劣化試験を行ない、機械的特性等の変化について検討を加えているほか、促進劣化試験法の工業標準原案に検討を加えた。

(4) 天然ばくろデータの評価検討

天然ばくろ後1年間に得られたデータについて評価検討を加え、その結果を報告した。

2.1.2. 経 常 研 究

〔研究題目〕 小型試験炉による乾留条件の研究

〔研究担当者〕 長谷川義久、下川勝義、広沢邦男

〔研究内容〕 奔別小塊を使用し、10kg処理レトルトで一定炉温における乾留を行ない、乾留時間を変え、それぞれの条件におけるコークス収率を求め、堅型乾留炉の操業における管理係数となしうるデーターを求めた。その結果500°C、600°Cの乾留温度範囲では、単位時間当りの蒸発量(Md)が或る収率範囲で一定と見なせるので、管理係数とすることが出来得るが、高温になるとMdは一定と見なせなくなる。しかし単位時間当りのコークス生成量($Mc = \gamma mc / \theta$ ここで γ = コークス収率、

mc=石炭装入量, θ =乾留時間)は広い収率範囲で, それぞれの乾留温度において $\gamma mc/\theta = k\gamma + b$ なる関係が成立し, $k=f(T)$ なる形で管理係数として使用しうることが明らかとなった。

〔研究題目〕 石炭の気相酸化による酸化炭の研究

〔研究担当者〕 西野浩, 武田詔平

〔研究内容〕 粘結性の異なる4種の北海道炭(三菱美唄赤平, 歌志内, 夕張)につき, 空気による流動酸化を行ない, 得られた酸化炭につき, 膨脹性, 揮発分, 着火点の変化を調べた。酸化条件は150~250°C, 反応時間は0~180分の範囲で行なった。その結果, 主として粘結性粉炭の流動乾留に際し難点と考えられる粘着による流動化阻害の解決に対する基礎的な知見を得ることが出来た。なお比較のため, 酸素, 窒素気流中での変化も検討した。

〔研究題目〕 石炭の分解抽出による無煙燃料の研究

〔研究担当者〕 長谷川義久, 森田幹雄

〔研究内容〕 石炭中の有煙成分を抽出により減少させ, 抽出残渣を無煙燃料とする目的でピリジン, エチレンジアミン, タール留分等の溶剤で抽出を行ない, 残渣中の揮発分をパラメータとして検討した。この結果, 低温(石炭分解温度以下)では, 抽出率が10~20%でも残渣中の揮発分量は変化しないが, 逆に増す傾向があり, 高温(分解温度以上)では, 残渣中の揮発分は減少する傾向があることが明らかとなった。石炭分解温度付近でタール留分を用い, 石炭中の揮発分を除去する最適条件を検討すると共に, 残渣の暖房用燃料としての適否を検討している。

〔研究題目〕 タールの脱水法の研究

〔研究担当者〕 田中俊, 福田隆至, 中田善徳

〔研究内容〕 前年度に引き続いて, 連続可変超音波発生装置(出力0~500W)を用い, 周波数, 出力, 照射時間の脱水におよぼす影響について検討した。その結果, 陽極電流が160~200mAで, 試料中の全水分(30%)の半分の15%(脱水率50%)は分離するが, 200~300mAではむしろ分散効果が現われ, 殆んど分離しない。したがって出力(陽極電流)が大きくなると共に脱水率は低下する, 又20~30kcの範囲では, 周波数の脱水におよぼす効果, および同一周波数における照射時間の影響はあまりわからなかった。連続可変超音波発生装置(出力0~300W)を用い, 高い周波数によりタール中の水粒子の凝集を試みた。その結果, 試料温度が30°C, 40°Cで出力が低い場合, 凝集効果と周波数の関係は400kc近辺に極大値をもつ。出力が高くなるにつれて, この傾

向は緩慢になる。現在の凝集効果の判定方法に問題があるので更に検討する。含水タール中のフリーカーボンの挙動については, 色が不透明なこと, 粘性が大きいことなどのため, 測定が非常に困難で出来なかった。

〔研究題目〕 タール酸類の回収および高沸点留分の利用研究

〔研究担当者〕 田中俊, 木村哲夫, 広木栄三

〔研究内容〕 前年度に引き続いて, NaOH 溶液によりタール油よりタール酸を抽出し, それを精密蒸溜塔により適当温度幅に分割し, 又安水のイオン交換樹脂処理も前年に引き続いて行なった。安水処理は, 陰イオン交換樹脂を用いて安水中のタール酸分の吸着, 回収を試みたが, 樹脂に対する安水の処理量が想像以上に少なく, 又樹脂の再生にも難点のある事が判明した。ガスクロマトグラフィーと赤外吸収スペクトルを併用して, 成分分離及び検索を検討中である。

〔研究題目〕 特殊材料製造を目的とするピッチの改質研究

〔研究担当者〕 田中俊, 小谷川毅, 山本光義

〔研究内容〕 ピッチの溶剤抽出による分別を行なった後これらのフラクションについて分子量を測定し, 分子量分布を求めた。各種の条件でのゆるやかな酸化, 加熱処理後の試料について流動特性の解析を試みたところ, $\log \eta - (^\circ\text{C})$ 関係は直線となり, 酸化条件が一層過激になるにつれて, 単に直線が平行移動するのみである事がわかった。更にR I及びN.M.R.を用いて, 各種プロトンの分布状態を観察したところ, 芳香核プロトン及びフェナントレンの4, 5位のようなプロトンが非常に少なく, 側鎖のアルキル基の2-プロトンが非常に大きく, 次いで2-以外のプロトンが多いという事が判った。

〔研究題目〕 鉄鉱石の処理に関する研究

〔研究担当者〕 山口義明, 中島朗, 佐山惣吾, 関口逸馬, 鈴木良和, 佐藤享司, 木村年行, 植田芳信

〔研究内容〕 知床産褐鉄鉱を製鉄原料として利用する場合の処理法に関する研究であり, その性状試験を行なった。すなわち知床鉱山, 海別鉱山, 宇登呂鉱山産の6個の試料について, 化学分析, 発光分析, 示差熱分析, 酸化焙焼試験, 比重測定, 比表面積測定, X線回析試験等により鉄石の諸性状を明らかにした。又これら鉄石の粉碎試験を行ない仕事指数 W_i を求めた。この地域の褐鉄鉱々床は褐鉄鉱単独で存在するものと, 鉄明ばん石を随伴するものがあり, このことが化学分析, 示差熱分析, 焙焼試験産物のX線回析試験等の結果に示されている。したがって褐鉄鉱を処理する場合鉄明ばん石の取扱いが

問題と考えられる。

〔研究題目〕 砂鉄の磁気凝集の研究

〔研究担当者〕 山口義明, 佐山惣吾, 鈴木良和

〔研究内容〕 砂鉄の回収性について実験を行なった。これまでの実験により, 砂鉄(マグネタイト)は磁選機によって回収されたあとにも強い残留磁気を持ち大きな凝集体をつくっているため, その中かなりの量の非磁性体(珪酸塩鉱物)が抱き込まれている。従来行なわれている海浜より砂鉄を回収する方法は湿式磁選を数回行ない着磁と非着磁を分離し, 精鉱の品位を高めているが, 凝集体中に抱き込まれた非磁着物は精鉱中に入るため精鉱中にも5%内外の非磁性体が混入し, 鉄の品位を低くしている。今回行なった実験は磁選の後に消磁器を設け, 繰返し磁選を行なうことにより抱き込まれている非磁性物が凝集体よりはき出されるため磁選の効率が非常に向上することが明らかになった。

〔研究題目〕 選炭廃水処理の研究

〔研究担当者〕 山口義明, 関口逸馬, 木村年行, 植田芳信

〔研究内容〕 選炭廃水中に懸濁する鉱物組成について, 顕微鏡, 示差熱分析, 浮沈試験, X線回析試験等によりその組成を明らかにするとともに, 水中における攪拌試験を行ない, 岩石の崩壊量と鉱物の関係を検討し, 岩種によってそれらの崩壊が異なることを確認した。ついて岩石の水中攪拌による溶出物の化学分析と崩壊防止のための予備的試験を行なった。

〔研究題目〕 固体無煙燃料の工業分析法に関する研究

〔研究担当者〕 浜田智夫, 石橋一二, 野田良男, 山田勝利

〔研究内容〕 煤煙発生性測定装置について測定条件を統計的方法により検討した。すなわち, 試料量, 粒度, 送風量等について検討して標準試料量5gr, 粒度2.00~2.38mm, 送風量25ℓ/minを適当と認めた。この条件における煤煙発生量, 熱天秤による一次タール量並びに脱水素法による脂環性を数種の道内炭および乾留炭について測定した。揮発分, 一次タール量および脂環C等と煤煙発生量との関係を検討した結果, 一次タール量が最もよい直線性を示した。ただしC75以下の低石炭化度炭では特異な傾向を示したので一次タールに関して量のみでなく質の検討が必要であると推測した。

〔研究題目〕 金属キレートの溶媒抽出に関する研究

〔研究担当者〕 松前鼎一, 伊藤三郎, 加藤若子, 尾野悦子

〔研究内容〕 前年度の研究について更に温度を変化させ

た場合の平衡定数の変化について研究を行ない, 20~40℃における各平衡定数, およびこれら反応にともなう熱力学的データを求めた。更にキレート試薬8-Hydroxy quinaldine について同様の研究を行なった。次に8-Hydroxy quinaldine について得られたデータをもとにして, 相手金属イオンにケンガンを選び, マンガン-8-Hydroxy quinaldine キレートの生成, および水相-有機相間の分配の平衡定数と, これら反応にともなう熱力学的量を測定した。

〔研究題目〕 新乾留法により生成するタール成分の分離分析法に関する研究

〔1〕 タール成分分布の迅速分析法に関する研究

〔研究担当者〕 佐藤俊夫, 神力就子, 三上康子

〔研究内容〕 N.M.R.による石炭タールの化学構造(芳香族環平均縮合度, 側鎖の平均の長さ, フェノール性OHの含量など)の解析上, 基本的に重要な外部標準法によるN.M.R.の積分強度の信頼性について検討し, ナフタレン標準溶液を用い, 試料のスピニングを止め, 磁場掃引速度を2~5c/sに上げることにより, 約1%の誤差内で有機物中の水素含量を測定できることを見出した。

〔2〕 タール高沸点微量成分の分析法に関する研究

〔研究担当者〕 佐藤俊夫, 大越純雄, 日野雅夫

〔研究内容〕 前年度においてタールアンスラセン油までの高沸点留分に含有される1%程度の微量成分を確実に同定するため, 約0.1mgのガスクロマトグラフィー分離成分を効果的に分取し, その赤外吸収スペクトルを測定する方法を確立した。本年度は本法を更に精密な分析法に発展させるため, 0.1~1mg程度の試料を注入し, 従来よりはるかに分離能のよい高性能カラムの開発につとめると共に, このカラムにより分離された0.01mg程度の微量分離成分を効果的に分取する方法, 及びその赤外吸収スペクトルを測定するための微少KBr錠剤法について検討し, 従来法では著しく困難であったジメチルナフタレン異性体の同定に適用した。

〔3〕 ガスクロマトグラフィーによる元素分析法の研究

〔研究担当者〕 佐藤俊夫, 大越純雄, 高橋富樹

〔研究内容〕 固体試料を迅速に酸化分解するための試料導入及び蒸発機構について研究し, さらに, ハロゲン, 硫黄など, 炭素, 水素以外の酸化分解生成物を分離除去する方法を研究した。これらの結果を総合して, Cu-Cr或はZn-Cr系混合酸化物及びAg粒を充填した試料導入機構付酸化分解炉を設計試作して, 最終的に本法の分析精度を検討しつつある。又, C/H/Nの同時定量法につい

ても予備実験を開始し、ある程度見通しを得た。

〔研究題目〕 道産資源の工業分析法の迅速化に関する研究

〔1〕 蛍光X線分析法による石炭および含有成分の工業分析法の研究

〔研究担当者〕 佐藤俊夫、高橋義人、矢部勝昌

〔研究内容〕 分析精度を左右するマトリックス効果を検討するため、酸化鉄、酸化カルシウム、アルミナ、石英粉末を混合し、ステアリン酸を結合剤として成型することにより標準試料を作製することを試みたが、標準試料自体についての測定バラツキが非常に大きいことがわかった。これは粉末の均一混合の困難性に基因するものと推定されるが、今のところ良い解決法がない。内部標準物質として、 V_2O_5 を試料に一定量混合する方法についても検討したが、酸化鉄、酸化カルシウムについては比較的再現性が良いが、アルミナ、シリカについてはバラツキが大きいことがわかった。

〔2〕 元素の原子価状態のX線分光学的研究

〔研究内容〕 市販装置の一部を改造してラインフォーカス型とし、NaCl 分光結晶を用いて、従来測定不能であった硫黄 $K\beta$ 線の微細構造を測定出来るようになった。その結果、硫黄の蛍光X線の波長が原子価により系統的に変化すること、及び硫酸塩及び亜硫酸塩の硫黄の $K\beta$ 線は相対強度が、それぞれ2:1及び4:1の二つのピークに分裂することが明らかになった。 $K\beta$ と $K\alpha$ の相対強度比は化学結合状態を決定する上に重要な情報を与えることを予想し、測定したが、測定方法自体を更に検討する必要のあることを知った。

〔研究題目〕 発光分光分析法による粉末試料の分析法の研究

〔研究担当者〕 池畑昭、藤垣省吾

〔研究内容〕 水晶分光器の如き低分解能の分光器を用い弧光電光法で粉末試料の迅速定量を行なう場合、試料がFe およびSi が多量に含まれていると発光させた場合、これ等のスペクトルのために他成分の検出定量が非常に困難となるので、1. 粉末試料に対する前処理法、2. 回転電極法に対する溶液発光（イ、発光条件、ロ、内部標準元素、ハ、分光緩衝剤）等の検討を目標とした。前処理法として硝酸と弗化水素酸で脱珪を行ない、残存溶液について回転電極法によるAl, Ca, Mg等の同時定量のための発光条件、内部標準元素の選択、分光緩衝剤等について検討した。その結果1) 前記脱珪法の効果は蛍光X線による検討によりほとんど完全であること、2) 内部標準元素はAlに対してGa, Ca, Mgに対してはBeが

適当であること、3) 分光緩衝剤としてはNaClが適当であること等を明らかにした。分析結果の再現性についてはなお検討中である。

〔研究題目〕 泥炭水の処理技術に関する研究

〔研究担当者〕 熊谷裕男、中川孝一

〔研究内容〕 泥炭水中の有機酸類、第2鉄コロイドを酸化法及び凝集法によって除去するため、処理水量600l/hr(max)の各種処理装置（強制酸化装置、急速攪拌装置、緩速攪拌装置、薬品沈澱装置、急速戸過装置）を設計、試作し現在試運中である。泥炭水中の有機酸類、第2鉄コロイドの特性について究明中である。すなわち、石狩平野当別地区の泥炭土壌よりフミン酸を抽出して、フミン酸の色度測定法を検討している。更に凝集反応試験器を用いて酸化剤($KMnO_4$)、凝集剤（硫酸バンド）による酸化、凝集の実験を行なっている。

〔研究題目〕 鉱山廃水中のマンガン処理に関する研究

〔研究担当者〕 池畑昭、清水珠子、石崎紘三

〔研究内容〕 (1) 水中のマンガン、還元性有機物質の性状に関する研究

河川中に溶存するマンガニオン及び共存する還元性有機物質（フミン、リグニン類、ドメスティックウェイスト等）の界面化学的性状を解明し、それらの凝集法を検討し、更にその効果を知るパラメーターとしてゼータ電位を用いることが種々検討の結果最良の方法であるとの知見を得、その測定法について検討した結果、粒度の微細な有機物コロイド（フミン類、S.P. 廃水等）にはチゼリウス電気泳動装置を用い、粒度の大きなマンガニオン、鉄、アルミニウムコロイドについては、ミクロスコープ型電気泳動装置（現在試作中）を用いることが有効であることがわかり、目下各々について測定中である。将来、水質管理、凝集処理の監視にゼータ電位測定器を計装させることも考えられ検討中である。

(2) 水中のマンガン及び還元性有機物質の酸化に関する研究

現在の河川の汚染状態から見て、単一成分の酸化法を検討するのは無意味で、共存する他汚染物質にも共通して作用する酸化法を考える必要がある。その意味でオゾンは天然に得られる酸化剤中弗素に次いで強い酸化力を有し、理論的には河川中の還元性汚濁物質は酸化分解し得るはずである。又原料が空気より得られること、分解後の残留毒性が少いこと（塩素ガスとの相違点）等の利点があり、欧米では既に実用化されつつある。以上の点からオゾン分解装置を試作し、現在上記物質に対する酸化分解能を測定中であり、その有効性が立証されつつあ

る。

〔研究題目〕 無煙燃料乾留炉の設計に関する研究

〔研究担当者〕 山口弘, 新川一彦, 弓山翠, 藤岡丈夫, 出口明, 本間専治

〔研究内容〕 炉の構造は内外併熱式で, 外熱はサイクロン焙道により円周方向温度差を少なくし, 内熱は廃ガス又は空気等を混入し, 炉底よりのガス吹き込みによる内部伝熱の上昇をはかっている。レトルトは鋼板製で耐火モルタル内張りである。現在まで焼きむらのないコーライト生産には, 乾留温度は $500^{\circ}\text{C} \sim 600^{\circ}\text{C}$ の低温乾留にて揮発分20~25%が最適と考えられる。粘結炭は棚つり現象があり, 移動層のみでは操業が難である。レトルト底部よりの O_2 量の多い廃ガスまたは空気の吹き込みは充填層では自然発火を起すので, 蓄熱を防止する対策がなければならない。なお別に, 来年度よりの粉炭乾留の予備試験として, スクリュー型加圧機によるコーライト成型を行なったが, 適当な作業条件では成型可能であることを認めた。

〔研究題目〕 無煙燃料製造装置の自動化に関する研究

〔研究担当者〕 三井茂夫, 中田二男, 田村勇, 児玉英征, 田崎米四郎, 高崎英雄

〔研究内容〕 (1), 工場用揮発分測定器の試作

無煙燃料の残留揮発分を工場において迅速に知ること, は, 工程管理上も必要である。本器は歪計を用いる方式で揮発分を直示(試料の重量も秤量しないで)させうる。なおこのような測定法の結果は工業分析の結果と一般には一致しないが, その理由を併せて検討した。

(2) プロセスガスクロマトグラフィーの研究

プロセスガスクロマトグラフィーは既に市販されており, 新規なものではないが, 乾留工業向きの簡便型を開発しようとした。指示方式として波高値打点型(特許出願予定)によりある程度見込みが達せられた。

(3) 乾留炉における乾留状況の解析

熱天秤の測定結果から, 電子計算機によるシュミレーション化して, 乾留状況を推定し研究結果を理論体形化しようとするもので, 良い一致を得ている。

(4), その他タール工場操業にあたって, 蒸溜塔レベル計等を試作, 試験した。

〔研究題目〕 低温タールの蒸溜に関する研究

〔研究担当者〕 富田稔, 田中重信, 西崎寛樹, 西脇昭雄, 安達富雄, 三浦正勝

〔研究内容〕 基礎的な資料を得る必要性から, 低温タールを精密分溜により各溜分に分離し, その各溜分について, 標準沸点, 蒸気圧, 密度, 平均分子量, 比熱, 蒸発

潜熱等の測定及び気液平衡関係の測定を行なっている。現在までのところ, これらの予備測定を検討した結果, 石油系及び高温タール系溜分のいずれとも異なった傾向を示すことを確認した。また, 石油, タールの様な無限成分系の蒸溜について, 経験的な方法の他に, 積分法と言われた理論的な方法の展開も検討している。又, 処理量10l/hrの泡鐘塔式連続蒸溜塔を製作して, 理論の検討, 段効率の推定, 運転条件の検討等を行なうために, その設計を行ない発注した。他の特別研究によって得られた, 低温タール蒸溜塔の運転結果を解析して2, 3の運転条件を選定するための相関図を求めた。

〔研究題目〕 半成コークス燃焼器の試作に関する研究

〔研究担当者〕 荒木富安, 井戸川清, 斎藤喜代志

〔研究内容〕 固体無煙燃料の製造研究によって試製された半成コークスの特性を考慮し, それに適応した高効率家庭用燃焼器具を試作することを目的とし, 次の各項について検討しようとした。(1)燃焼試験方法の確立。(2)燃焼機構造, 燃焼室その他材質等について検討し, 半成コークス燃焼に適応した燃焼器具を試作する。上記2項目に関して39年4月以降, 実験準備を進めつつあったが, 実験室の改造工事が40年1月9日漸く竣工したにすぎ, 本格的燃焼実験を実施するにいたらなかった。現在試験装置の整備を了え, 予備実験に入った。

〔研究題目〕 装置材料に関する研究

〔研究担当者〕 鈴木智, 窪田大, 西村興男

〔研究内容〕 低温乾溜装置, タール蒸溜装置等における腐蝕について, 各種材料の腐蝕機構, 性状及び強度, 変化等に検討を加え, 最適機材を求める資料を得るべく, 次の研究を行なった。(1)腐蝕試験装置について種々検討を加え, オートクレープ式腐蝕試験装置を設計した。(2)試験材料としてステンレス鋼ほか5種, 腐蝕液として, タールほか4種を用いてピーカーテストを行い, 重量, 強度, 腐蝕性状等の変化について検討を加えている。

2.1.3. 受託研究

〔研究題目〕 ガスクロマトグラフィによる有機迅速元素分析法の研究(株)島津製作所受託

〔研究担当者〕 第2部 佐藤俊夫

〔研究内容〕 酸素をキャリアーガスとし, 微量反応管とガスクロマトグラフを直結するC, H分析法について研究した。その結果 i) 試料0.5~2.5mgをアルミ箔についで反応管に投入する操作のみで, 後は自動的に H_2O と CO_2 のクロマトグラムを得る機構を考案検討し成功した。反応に用いた酸化剤は自動的に再生されるので,

相当長期間（少くも3カ月間）取りかえる必要はない。

ii) 分離用充てん剤の経時変化について検討した結果、従来液相として用いてきた PEG の代りに、高真空用グリースを採用した。iii) 蔗糖を標準物質として検量線を求め、馬尿酸、ニコチン酸、O—ヨード安息香酸、P—

ブロム安息香酸、アセトアニリドなどの試料についてC及びH含量を求めた。測定精度はHについては高々0.4%（通常0.1%くらい）、Cについては約1%である。

iv) 分析時間は試料投入後10分以内

2.2. 試験研究成果の公表等

2.2.1. 試験研究成果の発表

題 目	発 表 者 氏 名	口 頭		論 文	
		発 表 会 名	発 表 年 月	掲 載 誌 名	巻 号
ガスクロマトグラフィーにおける微量分離成分の分取とその赤外吸収スペクトル測定	日野雅夫 大越純夫 佐藤俊夫	日本化学会 第17回年会	39. 4. 2		
重選用砂鉄重質の磁気性質について 干渉計型ガス自動警報器に関する研究 (電源電圧の安定化による精度の向上)	佐山惣吾 中田二男 資源貫一 中野千代田	選炭部会	39. 4. 20	採鉱と保安	
カントバック分析試料の焼結について	鈴木良和 佐山惣吾 山口逸馬	金属学会道支部	39. 6. 5		
選炭ずりの水中における崩壊と溶出物質の予備的実験について	関山口口 富田口口 西田口口	北海道鉱山学会	39. 6. 14		
移動層型石炭乾溜炉の解析	田崎稔樹 中谷信弘 鍋重浩	化学工学協会	39. 7. 21		
高圧示差熱分析装置の試作と石炭水素化分解反応の熱的研究	西野浩			北海道大学工学部研究報告	第 35 号
硫黄の特性線の化学シフトと線相対強度	高橋義人 矢部勝夫 佐藤俊夫	日本化学会 日本分析化学会	39. 9. 4		
N. M. R. による分子中水素含量の測定	三上康子 神佐俊夫 佐藤三郎	日本化学会 日本分析化学会	39. 9. 4		
8-Hydroxy quinaldin の分配	伊藤三郎 加藤三郎 尾野悦三	日本化学会 日本分析化学会	39. 9. 4		
1-(2-pyridylazo)-2-naphthol の抽出	尾野悦三	日本分析化学会	39. 9. 28		
石炭浮選動力学に関する2,3の実験について	関山口口 山口口口	室蘭工業大学鉱山技術研究会	39.10. 9		
高分解能NMRによる水素含量の測定精度	佐藤俊夫 三神上康 神佐俊夫	日本化学会, 薬学会, 分析化学会NMR討論会	39.11. 3		
石炭の煤煙発生性に関する研究 (第1報)	石橋一智 浜田二夫	燃料協会 第10回化学関係学協会連合秋季研究発表会	39.11.15		
低温タールピッチの改質 (第1報)	小谷川毅 田中俊夫 三井茂夫	タール工業研究会 計測, 自動制御学会	39.11. 1	計測と制御	40年2月号
北海道工業開発試験所計装研究室 (研究室紹介)				コールタール	
低温タールピッチの改質	田中俊夫 小谷川毅				
Mn-8-Hydroxy quinaldaldade の分配	伊藤三郎 加藤三郎	日本分析化学会 北海道支部	40. 2. 5		

題 目	発 表 者 氏 名	口 頭		論 文	
		発 表 会 名	発 表 月 年	掲 載 誌 名	巻 号
表面微細構造の電子顕微鏡的研究 (その1) 表面処理剤による岩粉等の表面構造の変化	鈴木 智男 西村 興男	電子顕微鏡学会 北海道支部	40. 2. 6		
電子顕微鏡とその利用(防爆岩粉の表面観察を例として)	鈴木 智		40. 3. 8		
知床産褐鉄鉱の性状に関する実験について	関口 逸馬 山口 義明	日本鉱業会	40. 3. 31		

2.2.2. 工業所有権の出願

出 願 番 号	出 願 年 月 日	発 明 の 名 称	発 明 者
特 39—068847	39. 12. 9	重液選別に於て重質イルメナイトを使用する選別法	佐 山 惣 吾
特 40—016698	40. 3. 24	プロセスガスクロマトグラフにおける記録装置	中 田 二 男

2.2.3. 依頼試験分析・技術指導および技術相談

依頼による試験・分析業務は28年12月より受付を開始し、39年度実績は件数58件であり、逐次増加の傾向にある。又技術指導業務は企画課が窓口となり、文書、面談、電話により一般からの相談に応ずるとともに、当所関連研究事項については、直接研究担当部課において技術指導を行ない、道内鉱工業技術の向上に貢献している。

	件 数	金 額
化 学 分 析	2 件	2,400円
機 器 分 析	34件	39,500円
燃 料 分 析	22件	11,700円
合 計	58件	53,600円

2.3.2. 見 学

月	件 数	人 員	見 学 者
38年4月	1 件	5 名	太平洋炭礦(株)技術職員
5 月	1 件	90 名	琴似工業高校学生
6 月	7 件	210 名	北見短大, 北大工学部, 北海道工業技術分科会員, 化学連合部会員, 仙台, 札幌通産局長外, 北海道経営者協会, 札幌工業高校
7 月	3 件	3 名	東工試, 防衛大学, 東大
3 月	3 件	3 名	計量研, 工技院
9 月	7 件	53 名	資源技術試験所, 太平洋炭礦(株)保安関係者, 王子製紙, 機械試験所
10 月	8 件	165 名	琴似工業高校 P.T.A, 富士製鉄(株)室蘭製鉄所, 室蘭工業大学化学工学科学学生, 佐賀県庁職員, 科学技術庁

2.3. その 他

2.3.1. 広報・図書

(1) 出 版 物

北海道工業開発試験所年報 年1回

(2) 図 書

	購 入	寄 贈
外 国 図 書	625冊	
内 国 図 書	1,049冊	20冊
外 国 雑 誌	85種	
内 国 雑 誌	51種	85種

月	件数	人員	見 学 者
11 月	3 件	45 名	旭川工業高校工業化学科学生, 工業技術院, 防衛庁
12 月	2 件	5 名	石炭技術研究所, 科学技術庁
40年1月	1 件	5 名	厚生省公害関係者
2 月	1 件	10 名	北海道ボイラー協会
3 月	4 件	105 名	月寒地区青少年防犯協議会, 計量研究所

2.3.3. 工業技術協議会等

(1) 地方産業技術部会北海道工業技術分科会

工業技術協議会に北海道工業技術分科会（分科会長北海道大学杉野目学長）を設け、試験研究業務の推進等当初の運営に関する諸問題について調査、審議し、その意見を充分取入れ業務の円滑な運営をはかっている。

第10回北海道工業開発技術部会 39年6月5日

第11回北海道工業技術分科会 40年2月8日

（昭和39年7月組織の変更による）

(2) 特別研究推進委員会

当所特別研究として実施中の「道炭の利用合理化に関する研究」（北海道開発庁開発計画費による）イ、固体無煙燃料の製造研究。ロ、副産低温タールの利用研究に関する諸問題について調査、審議するために、所長の諮問機関として特別研究推進委員会を設けて当該研究を強力に推進している。

第5回特別研究推進委員会 40年2月8日

北海道工業開発試験所年報(昭和39年度)

昭和40年10月15日印刷

昭和40年11月1日発行

編集兼発行人 安 孫 子 義 雄

発行所 工業技術院北海道工業開発試験所

札幌市東月寒41～2

電話札幌(86)0151

印刷所 株式会社 富士弘報社
