石炭の炭化初期段階に関する研究 (XVII)

— 赤外吸収スペクトル (1) —

— 昭和 44 年 3 月 15 日 受理 —

石炭技術研究所 大沢 祥弘・杉村 秀彦
早稲田大学理工学部 藤井 修治

1. 緒 言

1945年 Cannon らが薄片法¹⁾ およびヌジオール法²⁾ を石炭の赤外吸収スペクトルの研究に適用した。その後、Schiedt³⁾ の考案した KBr 法を Gordon⁴⁾, Krevelen⁵⁾ らが石炭の赤外吸収スペクトルに用いて以来、石炭については、この方法が最も多く使われている。赤外吸収スペクトルも他の物理的な方法と同じく、これのみで石炭の構造に関し結論をみちびくのは危険である。しかし赤外吸収スペクトルによれば、化学的な方法で得られない種々の知見を求めることができる。すなわち脂肪族 CH 水素と芳香族 CH 水素との比に関する半定量的な関連を論ずることが可能であり^{6), 7)} なお最近これに核磁気共鳴の実験結果⁸⁾ を加味した研究もあり、より深く石炭の構造を解明する手段になっている。

KBr 法による石炭の赤外吸収スペクトルの研究は、1963 年以前に数多くあり^{9)~13)}、本邦炭については児島¹⁴⁾、藤井¹⁵⁾、武谷¹⁶⁾ らの研究が知られている。しかしながら KBr 法による石炭の赤外吸収スペクトルを半定量的に取扱うためには、種々検討すべき問題点が残っている。

本研究は石炭化度の異なる代表的試料についての総合的研究¹⁷⁾の一環として行なったものである。とくに KBr 法による石炭の赤外吸収スペクトルを測定する場合、粉碎時間および水分の影響、さらに複雑な高分子構造をもつ石炭試料に Lambert-Beer の法則が適用しうるか否かなどの基礎的な問題点について検討を行なった。

2. 実 験

2-1 試料炭および臭化カリ

石炭試料は主に夕張炭 (86.2% C) を用いた。試料炭の調製法および分析結果は前報¹⁸⁾を参照されたい。

錠剤用 KBr は日本分光社製のものを 200 mesh 以下に粉碎し、110°C で 1 昼夜乾燥して用いた。

2-2 KBr ペレットの調製方法およびスペクトル測定法

石炭試料および KBr の混合粉碎はメノウ乳鉢を用いて手動により行なった。P₂O₅ のデシケーター中で乾燥した石炭試料 2~4 mg を正確に秤取し、一定時間粉碎し、これに KBr 450~550mg を加え、さらに一定時間粉碎したのち、60°C で 1 昼夜減圧乾燥する。これを成型器中に入れ、油圧機を用いてわずかに圧力をかけた状態にて真空ポンプで減圧にし、十分に粉末中の空気を除去したのち、約 7 t/cm² に 10 分間保つ。できたペレットは径 13mm、厚さ 0.55mm、重量 200 ± 2 mg の円盤である。

KBr ペレットの試料濃度は基準として 0.6% としたが、Lambert-Beer の法則の検討のさいには、0.4, 0.6, 0.8% とした。

試料炭の粉碎時間は 3 分あるいは 30 分とし、KBr を加えたのち粉碎時間は、粉碎時間の検討のさいには 5~90 分、また水分の影響の検討のさいには 1 時間とした。さらに試料濃度を变化させた実験では、試料を 5 分間粉碎し、KBr を加えて 1 時間粉碎を行なった。

赤外スペクトルの測定にさいしての、KBr ペレットの乾燥は下記の通りである。減圧下 60°C で 2 昼夜、さらに常圧下 P₂O₅ のデシケーター中で、室温のもとで 1 週間の乾燥を行なった。なお試料濃度を变化させた実験では、減圧下につづいて常圧下の乾燥を 2 週間行なったのち、1 回目の赤外スペクトルを測定し、2 週間ごとに合計 3 回の測定を試みた。

赤外分光器は日立 EPI-S₂ 型で、NaCl プリズムを使用し、補償光路側には NaCl の板を挿入して、KBr ペレットによる表面反射を補償した。

なお水分の影響の検討のさいには、ペレットを空气中に放置したが、その時の室温は 32°C、室内の相対湿度は 69% である。また石炭粒子の大きさの観察にはライツ製 Panphoto-Pol 型顕微鏡 (総合倍率 450 倍) を用いた。

3. 結果および考察

3-1 粉碎方法および時間の検討

石炭の赤外吸収スペクトルのバックグラウンドは石炭

Yūbari 3 min grind
reflected light

Taiheiyo pellet 1 hr grind
transmitted light

Fig. 1 Microscopic photograph of grinding coal.

Fig. 2 The spectra of Yūbari coal of different grinding time.

の粉碎度、測定する波長、石炭の種類により異なってくる。また石炭の粉碎度は粉碎方法により著しく影響される。たとえばハイスピードの小型ボールミルを使用した場合には、Gordon⁹⁾ によれば瀝青炭では KBr とともに5時間、無煙炭では20時間以上粉碎を行わなければ、再現性のあるスペクトルが得られない。同じく Friedel¹⁰⁾ によれば、84% C の瀝青炭では 2 ~ 6 μ の光の散乱を防ぐためには、KBr と16時間以上粉碎することが必要であるとしている。一方藤井¹⁵⁾ は

メノウ乳鉢を用いて、手で2時間粉碎して本邦炭について良好な赤外吸収スペクトルを得ている。

筆者らはメノウ製の雷潰器、内容積約2 cc のステンレス製小型振盪式ボールミルなどによって、石炭試料・KBr の粉碎を試みたが期待した効果を得ることができなかった。これらの試料調製法の中では、メノウ乳鉢を用い手で混合粉碎する方法が最もよい結果をあたえることが明らかとなった。

すなわち石炭それ自身および KBr との混合物の粉碎性を検討するため、石炭を粉碎したものを反射法により、石炭と KBr をともに粉碎したペレットを透過法により、顕微鏡で観察を行なった結果は Fig. 1 に示すごとくである。なお黒くみえる部分が石炭粒子である。これによれば夕張炭は3分間の粉碎で1 μ 以下になることが明らかになったが、2次集合体の形成が認められた。夕張炭のペレットは色が黒く、透過法により観察することができなかったが、太平洋炭(77.8 % C) を KBr とともに1時間粉碎したペレットについて観察した結果、石炭粒子はほとんど2 ~ 3 μ 以下であることが明らかになった。

夕張炭について石炭のみの粉碎時間を3分間 (a シリーズ) および30分間 (b シリーズ) の2種類とし、KBr を加えたのちの粉碎時間を種々変化させて粉碎効果の検討を行なった。Fig. 2 に a シリーズについて、KBr を加えて5分間および90分間粉碎したものの赤外吸収スペクトルを示す。石炭のスペクトルは4000, 1850 cm^{-1} に吸収をもたないが、ペレットが光を散乱する場合には短波長の方がその影響が大きい

ため、両者の間に透過率の差が現われてくる。このような光の散乱による影響のため、通常石炭のスペクトルでは90分間粉碎した場合にみられるごとく、1850 cm^{-1} 近辺に透過率最高の値を示すようになる。

Fig. 3 は粉碎時間と4000, 1850 cm^{-1} における透過

Fig. 3 Relation between grinding time and transmission at 4000 cm^{-1} and 1850 cm^{-1} of Yūbari coal.

率との関係を示したものである。a, b シリーズいずれも 4000 cm^{-1} における透過率は粉碎時間の増加につれて上昇し、30分以後はゆるやかになる。1 時間では 70% 前後の透過率が得られ、石炭のスペクトルのバックグラウンドとしては満足しうるものと考えられる。a b シリーズの相関関係を検討すると両波長とも一般に後者の方が前者より透過率が大きく、石炭試料のみの粉碎時間の長い方 (b) が透過率の大きいことが認められる。

粉碎時間 90 分では 4000 cm^{-1} の透過率は、 1850 cm^{-1} のそれに比較してやや低い値を示しているに過ぎないが、粉碎時間が短くなるにしたがつて、次第にその差が大きくなる。これは上述のごとく粉碎時間が短くなると石炭粒子が大きくなり、分散度が悪くなるために光の散乱が大きくなる結果であり、これは粉碎度と光の散乱との関係で興味ある実験結果である。

石炭のスペクトルの主な吸収は Fig. 2 にみられるごとく、 $3450, 3030, 2920, 1600, 1450, 1380, 1260, 1025, 870, 820, 750\text{ cm}^{-1}$ 近辺にあり、 1600 cm^{-1} 以外の吸収の位置は粉碎時間が変化しても変わらない。また 1600 cm^{-1} の吸収の位置は粉碎時間の増加につれて短波長側にずれる傾向にある。

粉碎時間がそれぞれの波数の吸光度におよぼす影響は Fig. 4 に示すとおりである。 3450 cm^{-1} の吸収は $4000 \sim 3500\text{ cm}^{-1}$ の最高の透過率の値を、 1600 cm^{-1} 以降の吸収は 1850 cm^{-1} 近辺の最高の透過率の値をベースとし、ベースライン法によつて吸光度を求めた。また $3030, 2920, 1380\text{ cm}^{-1}$ の吸収は Friedel²⁰⁾ のベースラインを用いた。Fig. 4 の結果を要約するとつぎのとおりである。 3450 cm^{-1} 以外の吸収は $1260, 870\text{ cm}^{-1}$ のように粉碎時間の増加につれて飽和曲線の傾向を示すが、とくに $3030, 2920\text{ cm}^{-1}$ の吸収は粉碎時間の影響がすくない。それに反して 3450 cm^{-1} の吸収は粉碎

Fig. 4 Relation between grinding time and optical densities of Yūbari coal.

時間の増加につれて急激に増加する。

夕張炭についての実験結果によれば、KBr 法による石炭の赤外吸収スペクトルは KBr を加えたのち、1 時間の粉碎で 4000 cm^{-1} における透過率が 70% 前後となり、 3450 cm^{-1} 以外の吸光度は粉碎条件にかかわらず、ほぼ一定した値を測定することができる。

3-2 水分の影響

3450 cm^{-1} の吸収帯は Fig. 4 に示したごとく、粉碎時間の増加につれて急激に増加した。また同様な結果が Friedel¹⁹⁾ により報告されている。この吸収帯は石炭中の水酸基の量を赤外スペクトル法により求めるために、重要な吸収帯であるので、その原因を明らかにする必要がある。この吸収帯に影響をおよぼす主な原因の一つとして、ペレット中の水分が考えられる。ペレットを P_2O_5 上で減圧乾燥し、あるいは常圧で長時間乾燥するとこの吸収帯は減少するが、一方空气中に放置すると、時間の経過につれてこの吸収帯は増加した。また 175°C の加熱セルを使用すると、この吸収帯は消滅することが見出されており、石炭および無機の水和物などの水分含有物質を KBr と一緒に粉碎すると、この吸収帯が強く現われることが報告²¹⁾²²⁾ されている。以上の結果より水分がこの吸収帯に影響をおよぼすことは明らかである。

微量の水分をペレットに含ませるために、十分乾燥したペレットを温度 32°C 、相対湿度 60% の空气中に放置した。1 分間空气中に放置した時を吸光度の基準にとり、それ以後の放置時間と 3450 cm^{-1} の吸光度と

Fig. 5 Relation between exposed time in the air and optical density at 3450cm^{-1}

の関係は Fig. 5 に示すとおりである。まず KBr のみについて検討を行なった結果、粉碎時間 5 分のは空气中に放置しても、ほとんど吸光度を増加しないが粉碎時間 1 時間のものは空气中に放置すると、吸光度が徐々に増加し、120 分でほぼ一定値に達する。この吸光度の増加は粉碎時間 5 分のものの 12.6 倍の値を示した。

夕張炭について石炭のみの粉碎時間 30 分、KBr との粉碎時間 1 時間のものは、空气中に放置すると、はじめは吸光度が急激に増加するが、時間の経過につれて増加はゆるやかになり 120 分でほぼ一定の値になる。この時の吸光度は 5 分間放置した時の 10 倍の値を示した。

KBr 100g は飽和蒸気中에서도 0.007 g の水をとるに過ぎないと Scheringa²³⁾ が報告しているごとく、KBr それ自身は吸湿性ではないが、メノウ乳鉢で粉碎することによって吸湿性を帯びてくる。さらに石炭試料と

Fig. 6 Relation between moisture in Yubari coal pellet and optical density at 3450cm^{-1}

ともに粉碎するとそのペレットの吸湿性は増大する。したがって、KBr 法による石炭の赤外吸収スペクトルでは、 3450cm^{-1} の吸光度の測定にさいして、ペレットの乾燥および迅速な測定に留意する必要がある。

夕張炭について石炭のみの粉碎時間 3 分(a), あるいは 30 分(b), KBr との粉碎時間 1 時間のペレットを空气中に放置し、ペレットに含まれる水分と吸光度の関係を求めた結果を Fig. 6 に示す。なお 5 分間放置した時を水分および吸光度の基準とした。水分と吸光度の間には直線関係が認められ、この関係より計算すると H_2O の比吸光係数 K ($\text{l/g}\cdot\text{cm}$) は、a の場合 3.58, b の場合 3.85 になったが、これは Friedel¹⁹⁾ の求めた K の値 4.0 に近い値である。

3-3 試料濃度および比吸光係数

石炭の赤外吸収スペクトルを半定量的に論ずるには、Lambert-Beer の法則が適用されるか否かについて検討する必要がある。石炭試料について、この検討がなされた例はすくなく、Friedman ら²⁴⁾ が石炭の水酸基を三メチル珪素化合物と反応させて得た三メチルシリルエーテル化石炭の $\text{Si}-(\text{CH}_3)_2$ の吸収帯について、また武谷ら¹⁶⁾ が住吉炭をアセチル化したアセチル化石炭のアセチル基の吸収帯について Lambert-Beer の法則が適用できることを報告している。

石炭の赤外吸収スペクトルは従来、吸光度で論ぜられることが多く、他の報告値と比較する場合、ペレットの試料調製の条件を同一にすることが必要である。しかし比吸光係数を求めれば、ペレットの試料濃度、厚さおよび径には無関係な数値として論ずることができる。

すなわち

$$\text{吸光度 } \log I_0/I = KCl \quad (1)$$

$$C = m/AI \quad (2)$$

ただし、 K : 比吸光係数 ($\text{l/g}\cdot\text{cm}$), C : 濃度 (g/l)

I : ペレットの厚さ (cm), m : ペレット中の試料 (mg)

A : ペレットの面積 (cm^2)

(2)を(1)に代入し整理すると

$$\log I_0/I = K \cdot m/A \quad (3)$$

となる。(3)式より横軸に m/A (mg/cm^2) をとり縦軸に吸光度をとれば直線関係となり、その傾斜が K となる。

同一試料の 0.4, 0.6, 0.8% のペレットにつき、上記の方法を適用したところ Fig. 7, 8 のようになった。Fig. 7 には太平洋についての結果をも併記した。 3450cm^{-1} の吸収帯は夕張炭、太平洋炭の試料濃度と吸光度の間に直線関係が成立するが、いずれも原点を

Fig. 7 Relation between coal concentrations and/or m/A and optical densities.

通らない。この切片はペレットになお微量に存在する水分によるものと考えられる。またペレット中の水分は Friedel¹⁹⁾ が提唱している KBr-H₂O の型として存在しているのではないかと考えられる。夕張炭、および太平洋炭について試料濃度と 3030, 2920 cm⁻¹ の吸光度との間に直線関係が成立し、いずれも原点を通る。Fig. 8 に夕張炭の 1450, 870 cm⁻¹ の吸収帯について、Friedel のベースライン法による結果を併記したが、両者とも原点を通って試料濃度に対して直線性の成立することが判明した。その他の吸収帯についても試料濃度と吸光度との間に直線関係が成立し、La-

Fig. 8 Relation between coal concentrations and/or m/A and optical densities for Yūbari coal.

mbert-Beer の法則が適用でき上記の方法で各吸収帯の K を求めることができた。

Table 1 に夕張炭、太平洋炭の各吸収帯について求めた吸光度と K をまとめて示す。夕張炭で現われる 3030 cm⁻¹ の吸収は太平洋炭では認められなかった。

Pittsburgh vitrain²⁰⁾ (84% C) の薄片について求められている各吸収帯の K と、炭素含有量が同程度の三池炭 (84.5% C) について、Friedel のベースライン法によって吸光度を測定し、上記の方法で求めた各吸

Table 1 Optical densities and specific extinction coefficients, K (l/g·cm), for Yūbari and Taiheiyō coal.

Coal concent. %	Yūbari coal								Taiheiyō coal							
	Optical density*						K , $l/g \cdot cm$	Optical density*						K , $l/g \cdot cm$		
	0.4		0.6		0.8			0.4		0.6		0.8				
	Mean	Range	Mean	Range	Mean	Range		Mean	Range	Mean	Range	Mean	Range			
Absorption Band. cm^{-1}																
3450	0.147	0.017	0.166	0.023	0.185	0.015	0.063	0.194	0.036	0.251	0.019	0.317	0.011	0.203		
3030	0.026	0.002	0.044	0.001	0.059	0.002	0.048	—	—	—	—	—	—	—		
2920	0.300	0.007	0.437	0.009	0.592	0.010	0.489	0.288	0.008	0.406	0.018	0.527	0.013	0.446		
1600	0.280	0.007	0.398	0.015	0.546	0.016	0.442	0.391	0.010	0.569	0.005	0.749	0.020	0.593		
1450	0.351	0.013	0.520	0.004	0.703	0.008	0.580	0.385	0.007	0.565	0.004	0.729	0.015	0.615		
1380	0.025	0.003	0.038	0.002	0.053	0.000	0.043	0.017	0.001	0.026	0.002	0.034	0.002	0.028		
1260	0.187	0.007	0.272	0.002	0.385	0.013	0.312	0.314	0.005	0.456	0.013	0.595	0.010	0.500		
1025	0.110	0.005	0.158	0.004	0.212	0.005	0.176	0.192	0.011	0.265	0.017	0.334	0.004	0.288		
870	0.114	0.002	0.169	0.008	0.230	0.005	0.189	0.114	0.015	0.162	0.018	0.215	0.013	0.180		
820	0.094	0.003	0.138	0.005	0.186	0.006	0.154	0.112	0.015	0.158	0.020	0.213	0.011	0.177		
750	0.073	0.006	0.109	0.003	0.149	0.008	0.122	0.084	0.013	0.126	0.017	0.165	0.008	0.138		

* mean of three values.

Table 2 Specific extinction coefficients, $K(l/g \cdot cm)$, for Miike coal and Pittsburgh vitrain.

Absorption Band, cm^{-1}	Miike Coal	Pittsburgh vitrain
3450	0.13	0.14
3030	0.031	0.038
2920	0.42	0.17
1600	0.44	0.49
1450	0.53	0.36
1380	0.030	0.013
1260	0.31	0.26
1025	0.166	0.052
870	0.088	0.098
820	0.085	0.092
750	0.058	0.056

収帯の K を Table 2 に比較した。

両者とも炭素含有量がほぼ85%の石炭である。脂肪族 CH 水素に起因する $2920cm^{-1}$ の K を比較すると、日本炭の K の値は 0.42 であり、Pittsburgh vitrain の 0.17 に較べて非常に大きいことがわかる。これは同程度の石炭化度炭では日本炭の方が外国炭よりも脂肪族 CH 水素が多いことを示している。また脂肪族 CH 水素に関与すると考えられる $1450, 1380cm^{-1}$ の吸収についても、日本炭の方が外国炭より K の値が大きい。その他の吸収はかなりよい一致を示している。

4. 総 括

本報では KBr 法による石炭の赤外吸収スペクトルについて、粉碎時間、水分の影響、試料濃度と吸光度の直線性および比吸収係数などに関する基礎的な問題を検討した。その結果を要約するとつぎのとおりである。

(1) 顕微鏡による粉碎結果の観察によれば、石炭試料は容易に粉碎され、3分間で 1μ 以下になることが明らかになった。ただし2次集合体の形成が認められた。また石炭の KBr ペレットを顕微鏡透過法により観察した結果、石炭粒子はほとんど $2 \sim 3\mu$ 以下の大きさで KBr 中に分散していることが明らかとなった。

(2) 石炭のスペクトルは $4000, 1850cm^{-1}$ に吸収をもたないが、バックグラウンドは石炭の粉碎度に影響される。 $4000cm^{-1}$ における透過率は石炭-KBr の粉碎時間が増加するにつれて上昇し、夕張炭の場合、1時間の粉碎で70%前後の透過率が得られた。また $1850cm^{-1}$ 近辺における透過率は石炭のスペクトル中で最

高の値を示し、 $1850cm^{-1}$ と $4000cm^{-1}$ の透過率の差は粉碎時間が増加するにつれて小さくなる。

(3) 石炭のスペクトルに現われる吸収のそれぞれの吸光度は粉碎時間の増加につれてつぎのように挙動する。

i) $3450cm^{-1}$ は急激に増加する。ii) $3450cm^{-1}$ 以外は飽和曲線の傾向を示すが、とくに $3030, 2920cm^{-1}$ はあまり変化しない。iii) なお $1600cm^{-1}$ の吸収の位置は粉碎時間が増加するにつれて短波長側にずれる傾向にある。

夕張炭の場合、KBr を加えたのち1時間以上の粉碎で $3450cm^{-1}$ 以外の吸収帯の吸光度は粉碎条件に関係なくほぼ一定した値になる。

(4) 石炭中の水酸基による $3450cm^{-1}$ の吸収は水分の影響を受ける。石炭の KBr ペレットは強い吸湿性を示すので、この吸収の測定にさいして、ペレットの乾燥および迅速な測定に留意する必要がある。十分に乾燥したペレットを空气中に放置して、ペレットに水分を含有させ、水分と吸光度の関係より H_2O の比吸収係数 $K(l/g \cdot cm)$ を求めると $3.58 \sim 3.85$ になる。

(5) 成型後十分な乾燥処理を行なった試料については、石炭試料濃度と吸光度との間に直線関係が成り立ち、Lambert-Beer の法則が適用でき、 K はその直線の傾斜より求めることができる。なお参考のためにこのようにして求めた三池炭 (84.5% C) の K の値を Pittsburgh vitrain (84% C) の K と比較したところ、かなりよい一致が得られたが、 $2920cm^{-1}$ の吸収 (脂肪族 CH 水素) については、前者が後者よりも大きい値を示した。

終わりに本研究に関し、御指導、御協力を賜わった資源技術試験所本田英昌博士はじめ石炭部の各位、京都大学横川親雄博士、北炭化成宮下功博士ならびに石炭技術研究所浮間試験所の各位に対し深く感謝致します。

文 献

- 1) C. G. Cannon and G. B. B. M. Sutherland, *Trans. Faraday Soc.*, **41**, 279 (1945)
- 2) C. G. Cannon and G. B. B. M. Sutherland, *Nature*, **156**, 240 (1945)
- 3) U. Schiedt, *Appl. Spectrosc.*, **7**, 75 (1953)
- 4) R. R. Gordon, W. N. Adams, G. J. Pitt and G. H. Watson, *Nature*, **174**, 1098 (1954)
- 5) H. A. van Vucht, B. J. Rietveld and D. W. van Krevelen, *Fuel*, **34**, 50 (1955)
- 6) J. K. Brown, *J. Chem. Soc.*, 744 (1955)

- 7) H. Tschamler and E. de Ruiter, *Brennstoff-Chem.*, **43**, 16 (1962)
- 8) W. R. Landner and A. E. Stacey, *Fuel*, **40**, 295 (1961)
- 9) R. A. Friedel and J. A. Queiser, *Anal. Chem.*, **28**, 22 (1956)
- 10) R. M. Eloffson, *Can. J. Chem.*, **35**, 926 (1957)
- 11) G. Bergmann, G. Huck, J. Karweil and H. Luther, *Brennstoff-Chem.*, **38**, 197 (1957); **39**, S20 (1958)
- 12) M. Ch., Alexanian, *Compt. rend.*, **246**, 1192 (1958)
- 13) C. R. Kinny and E. I. Doucette, *Nature*, **182**, 785 (1958)
- 14) 児島邦夫, 坂下 潔, 吉野常夫, 日化, **77**, 1432 (1956)
- 15) 藤井修治, 横山不二子, 燃協誌 **37**, 648 (1958)
- 16) 武谷愚, 伊藤光臣, 牧野和夫, 横山晋, 北大工学部研究報告, 第35号 114~119 (1964)
- 17) 本田英昌, 藤井修治, 島野 宏, 燃協誌, **45**, 185 (1966)
- 18) 杉村秀彦, 大沢祥祐, 畑見正男, 佐藤春三, 本田英昌, 燃協誌, **45**, 199 (1966)
- 19) R. A. Friedel and H. L. Retcofsky, Proc. of Fifth Carbon Conf. at Penn. State Univ., Vol. 2, p. 149, London, Pergamon Press, 1963
- 20) R. A. Friedel, *Brennstoff-Chem.*, **44**, 23 (1963)
- 21) E. G. Brame, S. Cohen, J. L. Margrave and V. W. Meloche, *J. Inorg. Nucl. Chem.*, **4**, 90 (1957)
- 22) P. J. Lucchesi and W. A. Glasson, *J. Am. Chem. Soc.*, **78**, 1347 (1956)
- 23) K. Scheringa, *Pharm. Weekblad*, **58**, 937 (1921)
- 24) S. Friedman, M. L. Kaufman, W. A. Steiner and I. Wender, *Fuel*, **40**, 33 (1961)

Chemical Structure and Properties of Heat Treated Coal in the Early State of Carbonization (XVII) ——Infrared Spectra (1)——

by Yoshihiro Ōsawa, Hidehiko Sugimura, *Shuya Fujii
(Coal Mining Research Center, *Waseda Univ.)

SYNOPSIS:—Some fundamental examinations were performed on the potassium bromide technique for the i. r. study of coal. The influences of grinding period and moisture content as well as applicability of the Lambert-Beer's law were examined and results were summarized as follows.

1. When Yūbari coal (86.2% C) was used as a sample, grinding the coal sample with potassium bromide for one hour was found to be sufficient to obtain nearly constant optical densities for all absorption bands except at 3450cm^{-1} .

2. The absorption band at 3450cm^{-1} assigned to hydroxyl group was apparently affected by moisture. Its optical density increased with time when a dried potassium bromide pellet was exposed to the air. The specific extinction coefficient, K ($\text{l/g}\cdot\text{cm}$) of water was calculated to be 3.58—3.85 from the relation between the optical densities at 3450cm^{-1} and moisture content.

3. The Lambert-Beer's law was confirmed to be applicable to the coal samples, and the specific extinction coefficients were calculated from the linear relationship between coal concentrations and optical densities for almost all absorption bands.