

昭和54年度サンシャイン計画委託研究開発

成果報告書

委託研究項目

「石炭液化技術の開発
(溶剤処理液化プラントの開発)」

昭和55年3月

電源開発株式会社
住友石炭鉱業株式会社
住友金属工業株式会社

NEDO 図書・資料室



010017568-6

『石炭液化技術の開発（溶剤処理液化プラントの開発）』

電 源 開 発 株 式 会 社
住 友 石 炭 鉱 業 株 式 会 社
住 友 金 属 工 業 株 式 会 社

昭和55年3月 97 頁

研 究 目 的

本研究は、溶剤処理法による石炭液化プラントの装置化技術を確立するために固液分離法及び石炭処理量最大1T／日規模の実験装置を建設し、その運転研究を行うことによって、効率的な石炭液化の装置化技術に関する資料を取得することを目的とする。

昭和54年度サンシャイン計画委託研究開発

成 果 報 告 書

委託研究項目

「石炭液化技術の開発
(溶剤処理液化プラントの開発)」

昭 和 5 5 年 3 月

電 源 開 発 株 式 会 社
住 友 石 炭 鉱 業 株 式 会 社
住 友 金 属 工 業 株 式 会 社

ま え が き

固液分離法の研究開発（住友石炭鉱業株式会社）

I	研究実施者	1
II	概要	2
1.	要 旨	2
1.1	遠心分離装置の運転研究	2
(1)	加熱溶剤による運転	2
(2)	模擬スラリーによる運転	2
(3)	石炭抽出スラリーによる運転	2
1.2	専用機械装置の建設	5
(1)	建設	5
(2)	試 運 転	5
1.3	分析・調査研究	5
III	研究内容	9
1.	遠心分離装置の運転研究	9
1.1	運転研究計画	9
1.2	運転研究実績の総括	10
1.3	運転研究各論	12
1.3.1	加熱溶剤による運転	12
1.3.2	模擬スラリーによる運転	12
1.3.3	石炭抽出スラリーによる運転	17
1.3.4	問題点と対策	22
2.	専用機械装置の建設	27
2.1	装置の設計・製作	27
2.1.1	装置の仕様	27

2. 1. 2 適用法規	2 8
2. 2 装置の建設	2 9
2. 2. 1 工 程	2 9
2. 2. 2 安全衛生管理	2 9
2. 3 装置の試運転	3 1
3. 分析・調査研究	3 2
3. 1 分析研究	3 2
3. 2 調査研究	3 5
IV 結 論	3 6
1. 遠心分離装置の運転研究	3 6
2. 専用機械装置の建設	3 7
V 資 料	3 8
1. 抽出・固液分離プラント運転マニュアル	3 8
2. 不活性ガス発生装置運転マニュアル	3 8

1 t /日実験プラントの開発（住友金属工業株式会社）

I 研究実施者	5 6
II 概 要	5 7
1. 要 旨	5 7
2. 昭和53年度設備の水運転	5 7
3. 昭和54年度設備	5 7
3. 1 装置設計の基本理念	5 7
3. 2 詳細設計および据付	5 7

Ⅲ 研 究 内 容	5 9
1. 要 旨	5 9
2. 昭和 5 3 年度設備の水運転	6 0
2. 1 配管内流動圧損の調査	6 0
3. 昭和 5 4 年度設備	6 6
3. 1 装置設計の基本理念	6 6
3. 2 詳 細 設 計	6 6
3. 3 製 作	6 7
3. 4 据 付	6 7
4. 昭和 5 4 年度設備の試運転	7 5
4. 1 配管内流動圧損の調査	7 5
4. 2 加熱炉における管内溶剤の昇温性	8 5
4. 3 微粉碎機の油中粉碎性能調査	8 7
5. 原料分析結果	8 9
5. 1 石炭および石炭 Ash の分析	8 9
5. 2 溶剤の分析	8 9
6. 今 後 の 課 題	9 6
Ⅳ 結 論	9 7

以 上

図・表・写真リスト

固液分離法の研究開発 (住友石炭鉱業株式会社)

II 概 要

第Ⅱ・１－１図	昭和５３年度固液分離法フロー
第Ⅱ・１－２図	研究工程表
第Ⅱ・１－３図	昭和５４年度サンシャイン計画委託研究フロー
第Ⅱ・１－４図	配置図
第Ⅱ・１－１表	昭和５４年度委託費設置機器一覧表

III 研究内容

[illegible]

図 ・ 表 ・ 写 真 リ ス ト

1 t/日 実験プラントの開発（住友金属工業株式会社）

Ⅱ 概 要

第 2・3－1 表 昭和 54 年度委託研究工程

Ⅲ 研 究 内 容

第 3・2－1 図	圧損 VS 水流量（冷間運転）
第 3・2－1 表	水運転マニュアル（53 年度設備）
第 3・2－2 表	水運転マニュアル（53 年度設備）
第 3・3－1 図	1 t/日 実験プラント基本フロー
第 3・3－2 図	昭和 54 年度設備基本フロー
第 3・3－3 図	エンジニアリングフローシート（昭和 54 年度）
第 3・3－1 表	昭和 54 年度主要機器の仕様(1)
	昭和 54 年度主要機器の仕様(2)
第 3・3－4 図	全体配置図（昭和 54 年度）
写真 3・3－1	1 t/日 実験プラント全景（昭和 54 年度）
写真 3・3－2	加 熱 炉
第 3・4－1 図	圧損 VS 溶剤流量（冷間運転）
第 3・4－2 図	圧損 VS 溶剤流量（熱間運転）
第 3・4－1 表	溶剤運転マニュアル
第 3・4－3 図	加熱炉における管内溶剤の昇温性
第 3・4－4 図	油中粉碎後の粒度分布（太平洋炭）
第 3・5－1 表	石炭および溶剤の基礎性状調査項目
第 3・5－2 表	石炭および石炭 Ash の分析結果
第 3・5－3 表	吸収油の構造解析（Brown Ladner 法）
第 3・5－1 図	蒸 留 曲 線

まえがき

本成果報告書は昭和54年8月8日付け電源開発株式会社とのサンシャイン計画再委託契約書第5条の規定により、研究項目「石炭液化技術の研究開発・溶剤処理液化プラントの開発」に関する固液分離法の研究開発および1t/日実験プラントの研究開発についての昭和54年度における研究成果をとりまとめたものである。

本研究は石炭液化技術の研究開発の一環として、溶剤処理法による250t/日級パイロットプラントの開発を目標として、固液分離法の研究開発を住友石炭鉱業株式会社および1t/日実験プラントの研究開発を住友金属工業株式会社がそれぞれ分担した。これらの研究は両社の永年に亘る自主研究の成果を踏え、共同研究体制で、昭和53年より実施してきたものである。

今年度は昭和53年度に引続き、各々専用機械装置の建設と試運転および運転研究の一部を実施し、当期に於ける所期の目的を達成した。以下研究成果について述べる。

研究実施責任者

住友石炭鉱業株式会社 北海道技術研究所

川 島 勇

住友金属工業株式会社 中央技術研究所 波崎研究センタ

角 南 好 彦

固液分離法の研究開発

住友石炭鉱業株式会社

I 研 究 实 施 者

I 研究実施者

研究者氏名	役職名
1 川 島 勇	北海道技術研究所所長
2 蛭 川 親 治	石炭開発室技師長
3 深 海 正 己	石炭開発室技師
4 松 井 滋	北海道技術研究所技師
5 西 田 米 男	” 研究員
6 渡 部 容 弘	” ”
7 大 高 康 雄	” ”
8 郷 田 直 幹	” ”
9 後 藤 司	” ”
10 金 賀 久 広	” ”
11 大 淵 誠 二	” ”
12 高 田 亮 一	” ”
13 荒 木 広	” ”
14 大 西 隆 雄	” ”
15 渡 辺 隆	” ”

Ⅱ 概 要

Ⅱ 概 要

1. 要 旨

本研究開発は昭和53年度に着手され今年度は第2年目にあたる。昭和53年度では固液分離プロセスの概念設計を行い、遠心分離機を選定設置し、同時に一部関連装置を建設して調整試運転を実施した。昭和53年度固液分離法フローを第Ⅱ・1-1図に示す。

今年度はこの遠心分離装置の運転研究と固液分離装置を完成させるための関連装置の一部、濃縮槽、不活性ガス発生装置等の設計・製作および建設を行った。

1.1 遠心分離装置の運転研究

運転研究の目的は昭和53年度に建設した遠心分離装置及び本年度に建設の装置（濃縮槽・不活性ガス発生装置等）とこれ等に係わる配管等の機能チェックと問題点の摘出および対策を実施することにおき、併せて研究員の教育訓練も重要な目的とした。

経過を第Ⅱ・1-2図（研究工程図）に示し、以下概要を記す。

(1) 加熱溶剤による運転（4～6月）

加熱溶剤による運転研究を温度320℃、圧力8.5%Gの条件下で60時間連続運転等を実施し、最も懸念された遠心分離機のシール性の他、各機器の作動状況の観察と機能チェックを行った結果、異状の発生しない事を確認した。

(2) 模擬スラリーによる運転（7～9月）

模擬スラリーをフィードして温度320℃、圧力8.5%Gの条件下で100時間連続運転等を実施し、スラリーを取扱う際の問題点の摘出と分離固形分の排出状況および、遠心分離機アンダーフロー系統の各機器の機能チェックを行って計画通りの動作をする事を確認した。

(3) 石炭抽出スラリーによる運転（10～12月）

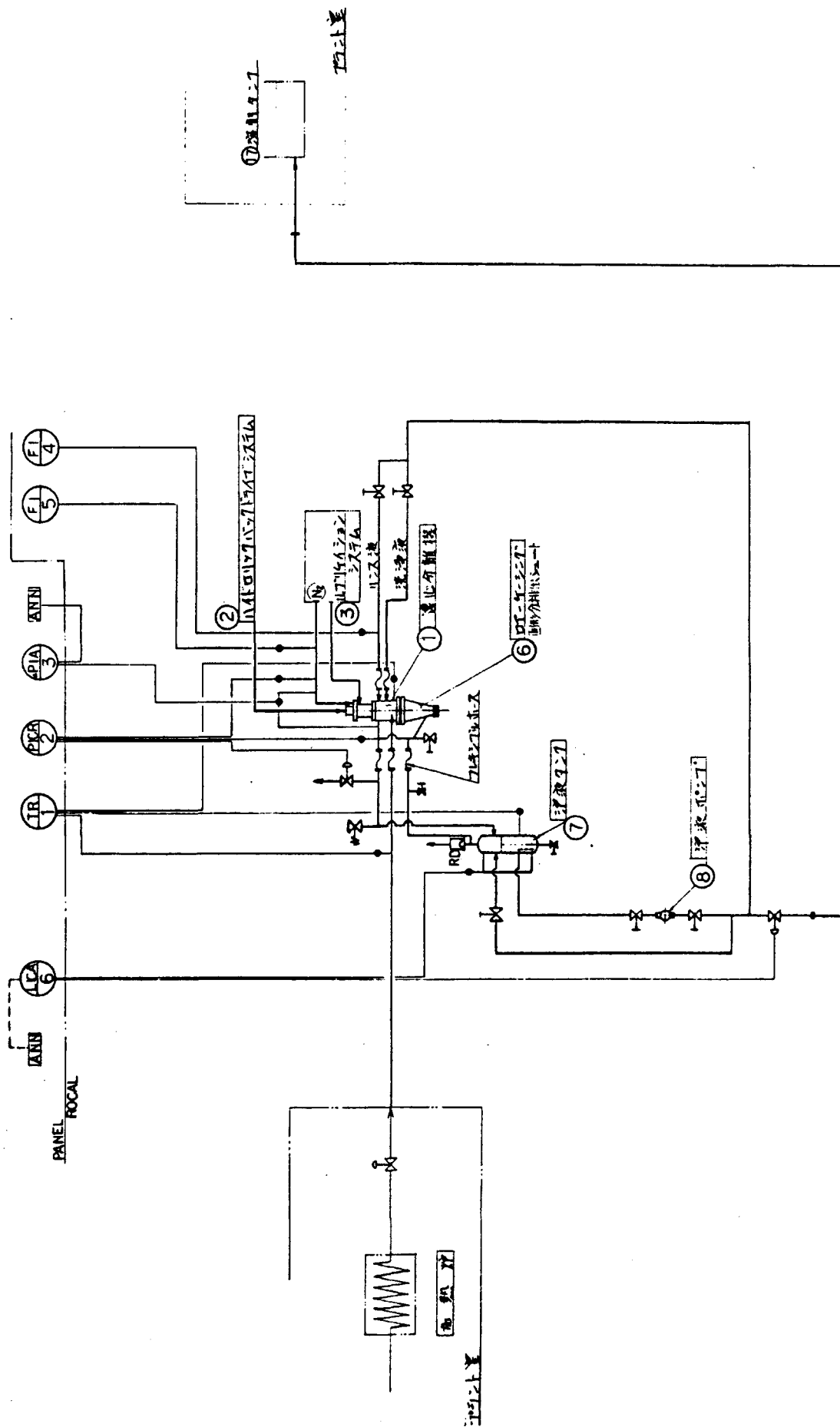
赤平炭の抽出スラリーをフィードして実際の石炭抽出スラリーを取扱う際の問題点の摘出を目的とした運転研究を実施し、各機器が支障なく作動する事を確認した。

この時の運転条件を記すと

抽出スラリー；石炭重量比25%（1：3），炭種，赤平炭

抽出条件；温度400℃～420℃，圧力40%G，滞留時間22分（計算値），

下向流



第Ⅱ・1-1図 固液分離法フロー

第Ⅱ・1-2図 研究工程図

	54/4～6月	7～9月	10～12月	55/1～3月
1. 遠心分離装置の 運転研究	遠心分離機, 320℃×8.5%G×60h			
(1) 加熱溶剤				
(2) 模擬スラリー		320℃×8.5%G×100h		
(3) 赤平炭抽出 スラリー			320℃×8.5%G	
(4) 解体点検・ 定期点検				
2. 専用機械装置の 建設				
(1) 濃縮槽		設計	製作	据付
(2) ロックホッパー	設計	製作 据付		
(3) 攪拌槽	設計	製作 据付		
(4) 不活性ガス 発生装置	設計 製作	据付		追加工事 全上
(5) 調整試運転				
3. 分析・調査研究				

遠心分離機条件；フィード液温度 27.5℃～32.0℃，フィード量 390～560kg/h，

圧力 8.5 MPa，ボウル回転数／遠心力 5,000／2,100，6,000／3,100
rpm／G

等であり、これらの運転研究結果の産物の一例として低灰分（0.2～0.3％）の SRC が得られる事を確認できた。

(4) 装置の分解点検（1～3月）

圧力容器の定期検査を含めて各機器の分解点検を実施し、異状の有無をチェックして問題点の把握を図った。

1.2 専用機械装置の建設

昭和53年度に引き続き、固液分離装置を完成させるための装置の一部である、濃縮槽，攪拌槽，ロックホッパー，不活性ガス発生装置および関連機器の設計・製作と据付けを予定通り完了して、試運転研究に組み入れた結果、いずれも目的に添う機能を発揮する事を確認できた。

(1) 建設

建設はフローシート第Ⅱ・1-3図に基き配置図第Ⅱ・1-4図を作製し、昭和54年7月22日より各機器の製作入荷にしたがって据付けを行い、全装置の据付けが昭和55年2月29日に完了した（工程は第Ⅱ・1-2図）。建設工事にあたって工事の安全を期するために各作業別の責任者を定め、総括責任者と密接な連絡のもとに行なった結果、工程管理，安全衛生管理共に目的を達成する事が出来、安全無事故で予定どおり完了した。設置機器一覧表を第Ⅱ・1-1表に示す。

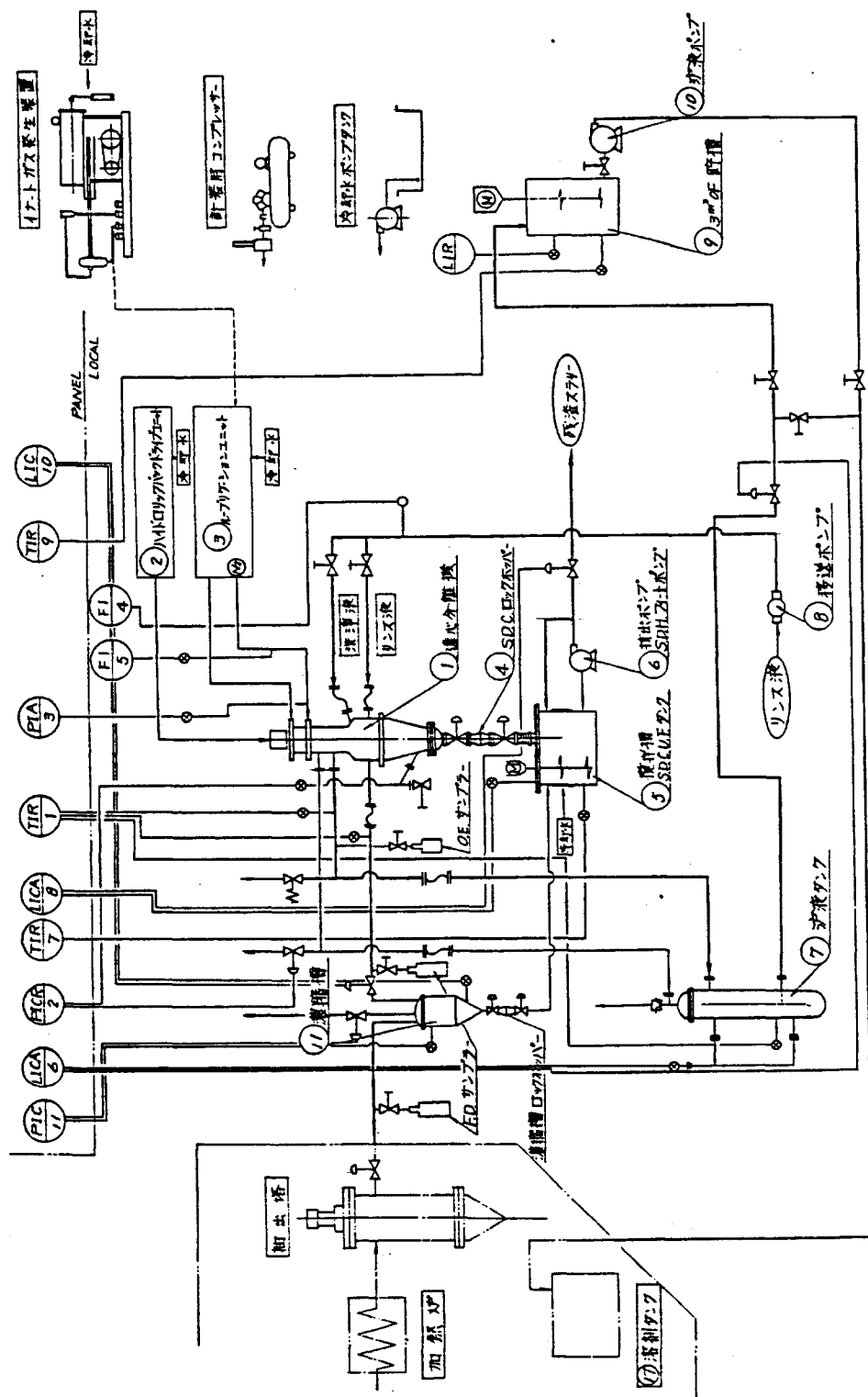
(2) 試運転

昭和55年2月29日各機器の設置が完了し、既設機器の分解点検が完了後、本年度の装置を組み入れた全体装置での試運転を実施した。その結果各機器は所定の機能を発揮し、運転に支障の無い事を確認し、系としての試運転を完了した。

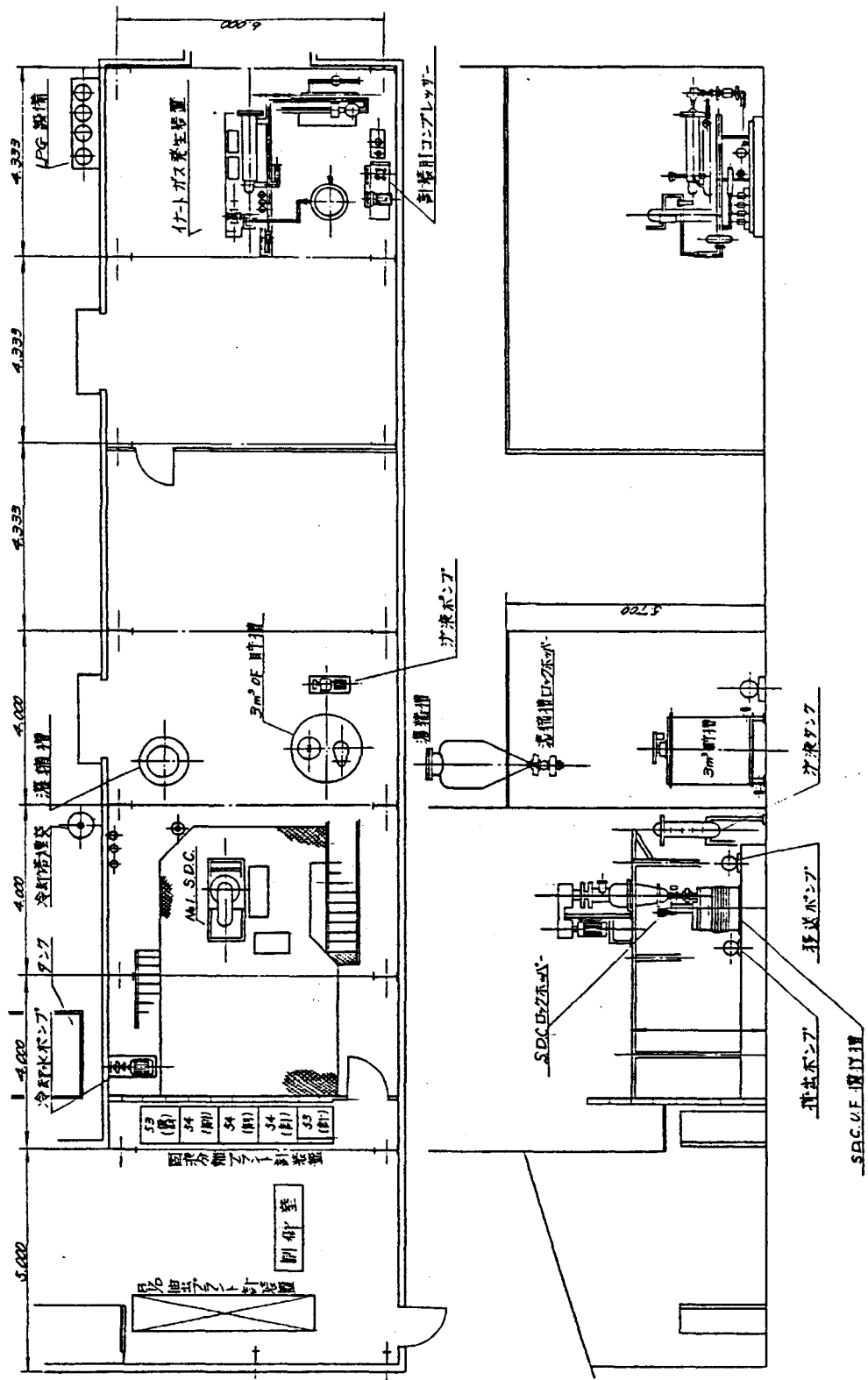
1.3 分析・調査研究

運転研究の結果を評価するための分析技術の探策、又運転研究，分析研究および装置の設計等に資するための内外文献調査および情報の収集等も実施した。

第Ⅱ・1-3図 昭和54年度サンシャイン計画委託研究フローシート



第Ⅱ·1—4图 配置器



第Ⅱ・1-1表 昭和54年度委託費設置機器一覧表

装 置 名	数 量	仕 様 又 は 型 式
濃 縮 槽 (クッションタンク) (圧力調節システム) (ロックホッパーシステム) (架 台)	一式 一基 一式 一式 一式	立置円筒(底部円錐)型, 1,100 ϕ ×2,210H×15 $\frac{1}{2}$ G, マンホール, 安全弁, 温度計付 圧力発信器DPP201, 指示調節計ALC211A (北辰製)ポジショナー付グローブ型調節弁×各1 1.5 ℓ ロックホッパー, 自動ボール弁×2, プログラム制御機 I ビーム, 座張, 点検デッキ, フロア整備
ロックホッパー (ロックホッパーシステム)	一式	1 ℓ ロックホッパー, 自動ボール弁×2, プログラム制御機
攪 拌 槽 (タ ン ク) (液面調節システム) (排 出 ポ ン プ) (汚 液 3 m ³ 貯 槽)	一式 一基 一式 一台 一式	立置円筒型 1,000 ϕ ×900H×常圧 ジャケット, 攪拌機(0.4kW), 温度計付 レベルコントローラー5720, 指示調節計ALC211A ポジショナー付Vボール調節弁×各1(北辰製) ニッソーワーマン1-3/4 SCEL 0.75kW 立置円筒型 1,600 ϕ ×1,800H×常圧 攪拌機(0.75kW), 温度計, 液面調節システム, 移送ポンプ(2.2kW)
不活性ガス発生装置 (不活性ガス発生機) (遮 音 間 仕 切) (煙 突(気液分離器)) (冷却水循環使用システム)	一式 一基 一式 一式 一式	LPG 燃焼PH-1型, ドライヤーORIAD-II型, max 26 m ³ /h, コンプレッサー9.9 $\frac{1}{2}$ G, レシーバー (ロザイ工業製) 鉄骨フレーム, 亜鉛引長尺鉄板張付, 天井座張 立置円筒型 500 ϕ ×1,530H, 3 $\frac{1}{2}$ B×10m 10m ³ タンク, 自吸式ポンプ 3.7kW

Ⅲ 研 究 内 容

Ⅲ 研 究 内 容

1. 遠心分離装置の運転研究

1.1 運転研究計画

昭和54年度の運転研究の目的は、53年度に建設した遠心分離装置および54年度に設置した装置と、これらの装置に係る配管等についての機能チェックおよび問題点の摘出と対策を実施し、併せ研究員の教育訓練も重要な目的とした。

以下計画の具体的内容を記す。

(1) 加熱溶剤による運転

加熱溶剤の使用によって高温高圧下に於ける遠心分離機の機能チェック、長時間運転における各機器の問題点の摘出と対策を行う。

(2) 模擬スラリーによる運転

遠心分離機のスラリーを取扱う操作性の予備的チェック法として模擬スラリーを試験液とし、高温高圧下での長時間運転を実施して、供給量、スラリー濃度等の運転条件による影響を把握する。

(3) 石炭抽出スラリーによる運転

既設3T/日パイロット・プラントから石炭抽出スラリーを供給して、本来の目的である石炭抽出スラリーによる運転研究に着手する。

(4) 産物分析法の検討

上記の運転研究により得られた結果の解析および分離効果等を評価するための分析方法を検討し、手法の確立に努める。

研究計画を第Ⅲ・1-1表に示す。

第Ⅲ・1-1表 運転研究計画表

年 月 項 目	昭 和 5 4 年 度											
	54/4	5	6	7	8	9	10	11	12	55/1	2	3
加 熱 溶 剤	200~320℃,8.5%G 400~600ℓ/h											
模 擬 ス ラ リ ー				70~320℃,8.5%G 400~600ℓ/h								
石炭抽出スラリー							300℃,8.5%G 400~600ℓ/h					
定期検査, メンテナンス改造												

1.2 運転研究実績の総括

運転研究計画に従って実施した結果の中から、運転データの一例を第Ⅲ・1-2表に示した。以下各項目について報告する。

(1) 加熱溶剤による運転

Run 1～6では加熱溶剤による運転を210～320℃，8.5%Gの条件下で60時間迄実施した。その結果遠心分離機本体を始め、各装置に異状の発生は無く目的通りの機能を発揮する事を確認した。

(2) 模擬スラリーによる運転

Run 7～11では、アンダーフロー排出シュート部を開放して目視により固液分離の状況を観察し、Run 12～14では遠心分離機と攪拌槽とを短管で接続して、シュート洗浄液によるスラリーの流下状態を、更にRun 15～17ではロックホッパーを取付け、320℃，8.5%Gの条件下でのスラリーの移送状況等を把握した。特にRun 16の100時間連続運転での装置の操作性については、充分、信頼が置ける事が確認できた。

(3) 石炭抽出スラリーによる運転

Run 18～23では本来の目的である石炭抽出スラリーを用い320℃，8.5%Gの条件下で実施した。5,000 rpmと6,000 rpm とでは6,000 rpm の場合は固形分回収率は良いがSRC分のアンダーフローえの随伴も多いことが認められた。

またオーバーフローの灰分も減少し、低灰分(0.2～0.3%)のSRCが得られることが確認された。

石炭抽出スラリーの分離では、フィードスラリーの性状、すなわち炭種を含めた抽出条件が大きく影響すると思われるが、これらの解析のためにも今後の研究の積み重ねが必要である。

尚、運転研究のために各工程毎の運転マニュアルを作製し、これを基準として運転を実施した。運転マニュアルはV. 資料、参照。

第Ⅲ・1-2表 運転結果総括表

項目	Run No.	年月日	フ ァ イ ー ド						遠心分離機運転条件				オーバーフロー				(4) 固形分回収率 (%)
			流量 (kg/h)	時間 (h)	湿度 (°C)	粘度 (Cp)	固形分(1) (wt%)	灰分 (wt%)	圧力(3) (kg/G)	ダム深 (mm)	回転数 (rpm)	Δr (3) (rpm)	フィードに対する wt%	固形分 (wt%)	灰分 (wt%)	固形分 (wt%)	
加に熱溶剤運転	3	54.5/22~24	420	47.3	250	(0.9)	—	—	↑	↑	↑	20	—	—	—	—	—
	5	6/5~7	580	52.8	300	(0.7)	—	—	8.5	11.1	↑	20	—	—	—	—	—
	6	6/19~21	580	53.3	320	(0.65)	—	—	↑	↑	↑	20	—	—	—	—	—
模倣スラリーによる運転	10	7/25	570	7.1	70	4.6	283	—	大気圧 (開放)	↑	5000	40	96.2	0.16	—	—	94.6
	14	8/22~23	360	34.0	140	1.5	349	—	大気圧 (密封)	↑	5000	10	84.1	0.16	—	—	96.1
	15	9/4~5	290~455	31.1	230~300	(10~0.7)	165	—	7.0	↑	5000	10	84.2~87.5	0.09~0.11	—	—	95.2
	16	9/18~22	470~570	96.0	320	(0.65)	16~5.5	—	8.0	15.4	↑	10	79.6~89.9	0.05~0.11	—	—	92.6~99.2
石スに炭スラリー抽出運転	20	11/7~8	370	8.0	275	—	6.6	2.67	↑	↑	↑	10	85.3	1.13	0.21	0.21	85.4
	22	11/28~29	365	8.0	305	—	4.3	1.46	8.5	↑	↑	5~30	82.2~87.4	0.24~0.25	0.14~0.35	0.14~0.35	94.9~95.2
	23	12/6~7	370	8.0	305	—	4.6	2.46	↑	↑	6000	10~60	83.3~84.6	0.13~0.14	0.05~0.09	0.05~0.09	97.2~97.7

(1) 溶剤の粘度, ()は推定値

(2) 固形分%はキノリン不溶分%を示す。

(3) $\Delta r = (\text{遠心分離機本体回転数}) - (\text{スクルーコンベアー回転数})$

(4) 回収率 = $\frac{(\text{フィード固形分量}) - (\text{オーバーフロー固形分量})}{(\text{フィード固形分量})} \times 100$

(5) コールタール中油成分

1.3 運転研究各論

本年度の運転研究の概要および総括を前述したが、具体的内容について報告する。

1.3.1 加熱溶剤による運転

4～6月期では先ず加熱した溶剤（吸収油）を使用して、高温高圧下に於ける遠心分離機の機能チェックおよび長時間運転における各機器の問題点の摘出とその対策を行う目的で60時間迄の連続運転を実施した、加熱溶剤は既設3T/Dパイロット・プラントからの供給によった。

運転の結果を第Ⅲ・1-3表に示す。遠心分離機には異状は見られず、又、Run 1～3の流量420 kg/h からRun 4～6の流量580 kg/h 迄流量を増加した場合にも電流値にはほとんど変化はなく安定運転を示した。

しかし、溶剤だけの運転でありながら100%の回収はできず、第Ⅲ・1-1図のようにフィード溶剤の温度が高い程、オーバーフロー量は減少を示した。又研究室での蒸留試験結果アンダーフロー性状はフィードのそれよりも軽沸点留分に富みフィード液中の軽沸点留分が遠心分離機系内で凝縮して居る事を示して居る。

第Ⅲ・1-3表 加熱溶剤循環による運転結果表

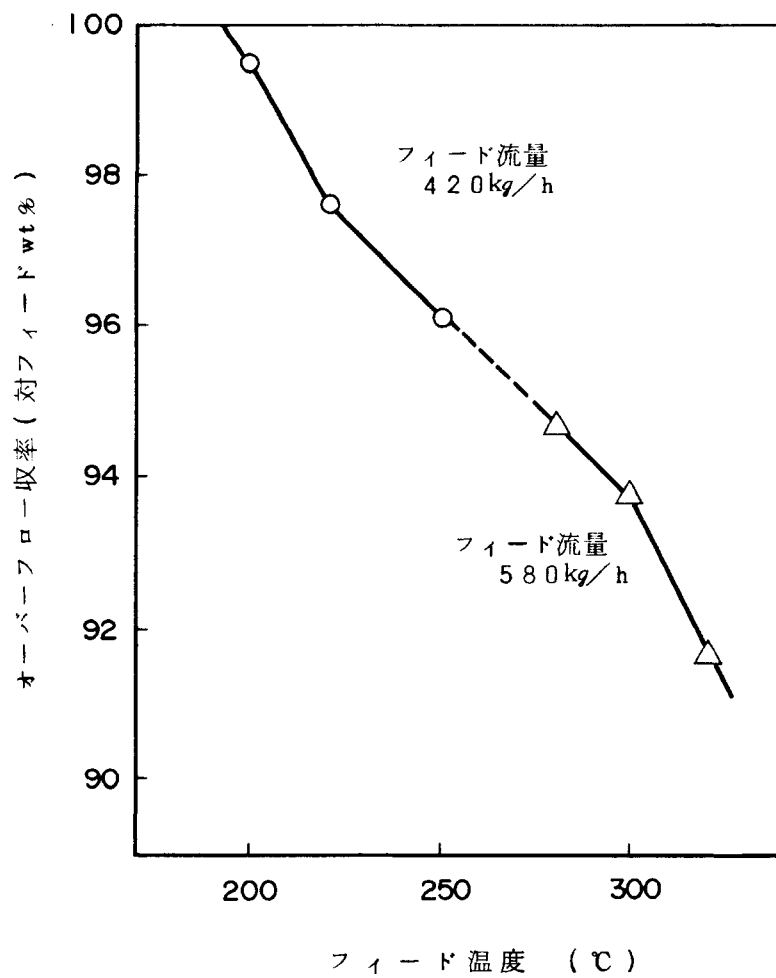
Run No	フ ィ ー ド				遠 心 分 離 機 運 転 条 件				負荷電流 (A)	オーバー フ ロー (対フィード wt%)
	流 体	流 量 (kg/h)	温 度 (℃)	時 間 (h)	圧 力 (kgG)	ダ ム 深 (mm)	回 転 数 (rpm)	$\Delta r(1)$ (rpm)		
1	吸 収 油 (2)	420	210	24.5	8.5	11.1	5000	20	—	99.5
2		420	220	47.0				4~40	31~32	97.6
3		420	250	47.3				20	30~32	96.1
4		580	280	8.4				20	31~32	94.7
5		580	300	52.8				20	30~32	93.8
6		580	320	53.3				20	30~32	91.6

1) $\Delta r = (\text{遠心分離機本体回転数}) - (\text{スクリーコンペアー回転数})$

2) コールタール中油成分

1.3.2 模擬スラリーによる運転

7～9月期では実際にスラリーを取扱う際の各装置機器の問題点を把握するため、模擬スラリーを使用して運転研究を行った。



第Ⅱ・1-1図 オーバーフロー収率

模擬スラリー温度 80℃迄は固形分として石炭を用い、アンダーフロー排出部を開放し目視により分離状況を観察し、又遠心分離機と攪拌槽を短管で接続し、シュート洗浄液によるスラリーの流下状態を験べた。

次に熱間スラリーによる運転では固形分としてコークスを用い、ロックホッパーを取付けた後、高温高圧下でのスラリーの移送の状況等を把握し、又 100 時間連続運転を実施して、長時間運転における装置の操業性等についての問題点の摘出などを行った。

模擬スラリーによる運転結果を第Ⅲ・1-4 表に示す。

(1) 目視による分離状況

Run 7~11 では、排出シュートの盲蓋を開放して運転を行い、目視により固形分の分離を観察した結果、遠心分離機内壁にケーキが付着成長し、しかも落下しない状況が観察された。

(2) シュート洗浄液によるアンダーフロースラリーの流下状況

前述したようにケーキが内壁に附着する事が確認されたため、攪拌槽を接続して運転を行う際には、シュート洗浄液によって排出しやすくする事が必要である。洗浄液としては溶剤を循環する事が望ましいが、ここではオーバーフローの一部をこれに当てた。

順次、洗浄液量を変化して試験を行った結果、Run 15 では洗浄液量を 20 ℓ/h 程度にしても運転には支障はなかった。

従って高温高圧下での運転では、シュート洗浄液量を 10~20 ℓ/h 程度に減少してもスラリー排出が支障なく行われる事が予想される。

(3) 長時間運転の結果

模擬スラリーにより固形分排出の状況等がほぼ把握できたことより、装置の操業性等についての問題点の摘出などを行うために、約 100 時間の連続運転を行った。固形分としてはコークスを使用し、500 kg/h および 600 kg/h の流量範囲で遠心分離機の最高使用温度である 320℃で行った。尚スラリーの性状を第Ⅲ・1-5 表に、運転条件を第Ⅲ・1-6 表に示す。

遠心分離機は 107 時間の連続運転であったが、模擬スラリーフィードは条件Ⅵ1 で 78 時間、条件Ⅵ2 では 18 時間、合計 96 時間であり、残りの 11 時間は加温、冷却時の溶剤フィードによる運転時間であった。装置は長時間の運転にもかかわらず異状は見られず順調に運転を終えることができた。第Ⅲ・1-7 表に各時間毎の遠心分離機の

第Ⅲ・1-4表 模擬スラリーによる運転結果表

Run No	フ イ ー ド					速 心 分 離 機 条 件					オーバーフロー		固 形 分 回 収 率 (%)
	流 体	流 量 (kg/h)	温 度 (°C)	粘 度(1) (c p)	固形分(2) (wt%)	圧 力 (kg/G)	ダ ム 深 (mm)	回 転 数 (rpm)	Δr (3) (rpm)	電 流 (A)	フィードに 対する量 (wt%)	固 形 分 (wt%)	
7	スラリー (赤平炭 + 吸収油)	380	75	4.0	4.92	開 放	15.4	5000	20	24~25	—	0.54	—
8		390	70	4.6	—	"			20	24~25	93.8	0.06	—
9		550	75	4.0	2.02	"			20~30	24~25	96.1	0.07	96.7
10		570	70	4.6	2.83	"			40	25~26	96.2	0.16	94.6
11		570	70	4.6	4.78	"			20~30	25~27	96.2	0.22	95.6
12		400	80	3.5	3.93	常 圧 (密閉)			20	24~25	65.3	0.46	92.4
13		330	75	4.0	1.47	"			10	24~26	52.8	0.52	81.3
14	スラリー (コークス + 吸収油)	360	140	1.5	3.49	"	15.4	5000	10	24~27	84.1	0.16	96.1
15		290~ 455	230~ 300	(1.0~ 0.7)	1.65	7.0			10	29~32	84.2~ 87.5	0.09~ 0.11	95.2
16		475~ 570	320	(0.65)	1.6~5.5	8.0			10	29~33	79.6~ 89.9	0.05~ 0.11	92.6~ 99.2
17		475	320	(0.65)	1.50~ 2.78	8.2			10	31~33	—	0.23	—

(1) 溶剤の粘度, ()内数値は推定値

(2) 固形分はキノリン不溶分を示す。

(3) $\Delta r = (\text{遠心分離機本体回転数}) - (\text{スクリーコンベアー回転数})$

電流値を示したが、実験範囲内ではフィードスラリー量及び固形分量に関係なくほぼ一定した状態であった。

又、固形分について見るとフィードスラリー中の固形分量やスラリー量の変化にかかわらず、良好な分離の傾向がみられた。

第Ⅲ・１－５表 供試試料の性状

コ ロ ク ス	粒 度 分 布	篩 分 μ	wt %
		+ 5 0 0	0.2
		5 0 0 ~ 2 5 0	0.9
		2 5 0 ~ 1 2 5	5.2
		1 2 5 ~ 7 4	6.3
		7 4 ~ 4 4	1 7.2
		- 4 4	7 0.2
ス	灰 分	9.3 %	
	平均真比重	1.8 2 1 gr/cm ³	
吸 収 油	粒 度	℃	cp
		1 9	6.0
		5 0	2.6
		1 0 0	1.5
	比 重	℃	
		2 0	1.0 4 4
		5 0	1.0 2 1
		1 0 0	0.9 8 1
		1 5 0	0.9 4 5
		2 0 0	0.9 0 6
	蒸 留 性 状	Vol %	℃
		I B P	2 3 6
		1 0	2 4 3
		3 0	2 5 0
		5 0	2 5 6
		7 0	2 6 7
		9 0	2 8 6
		EP (9 7.6 %)	3 0 6

第Ⅲ・１－６表 運 転 条 件

項 目		単 位	Run - 1 6 № 1	Run - 1 6 № 2
遠 心 分 離 機	フ ィ ー ド 量	kg/hr	4 7 5.8	5 6 9.8
	フ ィ ー ド 温 度	℃	3 2 0	3 2 0
	圧 力	% G	8.0	8.0
	本 体 回 転 数	rpm	5,0 0 0	5,0 0 0
	遠 心 力	G	2,1 0 0	2,1 0 0
	スクリー回転数	rpm	4,9 9 0	4,9 9 0
	Δr (1)	rpm	1 0	1 0

(1) Δr = (本体回転数)

－ (ス ク リ ュ ー コ ン ペ ア ー 回 転 数)

第Ⅲ・１－７表 遠心分離機の経時変化及び電流

運 転 条 件		№1 (フ ィ ー ド 量, 4 8 0 kg/h)						№2 (フイード量, 5 7 0 kg/h)	
ス ラ リ ー 供 給 時 間		1 6	2 7	3 8	5 0	6 2	7 4	8 6	9 4
固 形 分 濃 度 (wt%)	フ ィ ー ド	1.6	2.0	3.6	5.2	5.4	5.5	5.5	5.4
	オーバーフロー	1.4	0.1.1	0.1.1	0.1.1	0.0.7	0.0.5	0.0.4	0.0.6
固 形 分 回 収 率 (%)		9 2.8	9 5.6	9 7.1	9 7.9	9 9.0	9 9.1	9 9.4	9 9.4
遠 心 分 離 機 本 体 電 流 (A)		3 1	3 1	3 1	3 2	3 1	3 1	3 1	3 0

1. 3. 3 石炭抽出スラリーによる運転結果

10～12月期では実際の石炭抽出スラリーを取扱う際の問題点の摘出を図るため赤平炭を使用し、抽出条件変化の運転研究に着手した。第Ⅲ・１－８表に使用した原料の性状を、第Ⅲ・１－９表に運転条件を、第Ⅲ・１－10表に結果を各々示し、以下結果について若干の考察を加える。

第Ⅲ・1－8表 原料性状

赤 平 炭	工業分析		%
		灰 分	6.74
		水 分	2.40
		揮 発 分	42.70
		固 定 炭 素	48.16
	元素分析		MAF%
		C	82.94
		H	6.23
		N	1.86
		S	0.73
		O (diff)	8.24
ド ナ ー 溶 剤	比 重	20℃	0.9718
	炭素分析	芳香族炭素	57.5
		ナフテン炭素	27.5
	蒸留性状	Vol %	℃
		I B P	232
		10	262
		30	269
		50	278
		70	290
		90	303
		E P	316
吸 収 油	比 重	20℃	1.044
	粘 度	℃	C P
		19	6.0
		50	2.6
		100	1.5
	蒸留性状	Vol %	℃
		I B P	236
		10	243
		30	250
		50	256
		70	267
		90	286
		E P	306

第Ⅲ・1-9表 運 転 条 件

Run No.	抽 出 条 件					遠 心 分 離 条 件					
	石炭濃度 (wt%)	ドナー量 (対石灰 wt%)	温 度 (℃)	圧 力 (kg)	抽出時間 (min)	回 転 数 (rpm)	Δr (rpm)	ダ ム 深 (mm)	フ ィ ー ド 流 量 (kg/h)	フ ィ ー ド 濃 度 (℃)	圧 力 (kg)
18	24.8	0	390	40	23	5,000	10	15.87	390	310	8.5
19	23.8	39.1	400	40	23	5,000	10	15.87	390	320	8.5
20	25.5	51.3	400	40	23	5,000	10	15.87	370	275	8.5
21	17.5	68.4	400	40	16	5,000	10,30	15.87	580	320	8.5
22	26.0	69.6	420	40	22	5,000	5,10,30	15.87	360	305	8.5
23	25.7	68.1	420	40	22	6,000	10,30,60	15.87	370	305	8.5

第Ⅲ・1-10 赤平炭抽出スラリーによる運転結果表

Run %	フ イ ー ド				遠 心 分 離 機				フ ィ ー ド 対 する 取 量				オ ー バ ー フ ロ ー					固 形 分 回 収 率 (%)
	流 量 (kg/h)	温 度 (℃)	(1) 固 形 分 (wt%)	灰 分 (wt%)	回 転 数 (rpm)	△T (rpm)	電 流 (A)	オ ー バ ー フ ロ ー (wt%)	ア ン ダ ー フ ロ ー (wt%)	ガ ス + 油 (wt%)	(1) 固 形 分 (wt%)	灰 分 (wt%)	粘 度 (cp)		S R C (2)			
													100℃	200℃	含 有 量 (wt%)	灰 分 (wt%)		
18	390.6	310	4.7	1.42	5000	10	30~33	82.8	16.4	0.8	2.7	0.88	890 (126℃)	11	46.7	1.5	52.4	
19	386.9	320	4.1	1.38	5000	10	31~32	80.4	19.3	0.3	0.85	0.23	36~200	1.8~3.5	(34.2)	(0.38)	83.3	
20	367.6	275	6.6	2.67	5000	10	31~32	85.3	13.7	1.0	1.13	0.21	45	2.3	(29.5)	(0.62)	85.4	
21	578.7	320	3.15	1.04	5000	10	31~32	84.5	13.5	2.0	0.75	0.24	13.5	1.8	22.4	1.05	79.9	
						30	31~32					0.20	10.6	1.6	22.4	0.90	83.4	
22	363.5	305	4.25	1.46	5000	5	31~33	87.4	9.9	2.7	0.25	0.14	10.0	1.4	28.4	0.50	94.9	
						10	32~33	85.3	13.7	1.0	0.24	0.14	7.6	1.4	27.0	0.54	95.2	
						30	31~32	82.2	16.1	1.7	0.25	0.14	9.5	1.4	26.4	0.51	95.2	
23	368.5	305	4.57	2.46	6000	10	39	83.3	15.1	1.6	0.14	0.07	11.0	2.2	28.4	0.21	97.4	
						30	38	83.8	14.3	1.9	0.13	0.05	12.0	2.2	28.8	0.18	97.7	
						60	38~29	84.6	12.2	2.6	0.13	0.09	9.5	1.4	28.4	0.32	97.6	

(1) 固形分 = キノリン不溶分

(2) 実験室 260℃ (15 mm Hg) での蒸留残、但し Run 19, 20 は 300~305℃ 常圧水蒸気蒸留残。

(1) 遠心分離機の回転数

Run 2 3は遠心分離機の回転数を 5,000 rpm (2,100 G) から 6,000 rpm (3,100 G) に増速して運転を行った。同一の抽出条件である Run 2 2と比較すると、回転数(遠心力)の増加により固形分回収率が 95% から 97.5% に増すと同時に SRC 中の灰分は 0.5% より 0.2% に減少した。しかし SRC 成分が固形分側に逃げる量は増加すると共に駆動電流も 33 A から 39 A に増加する結果がみられた。

(2) Δr の影響

Δr は遠心分離機のボウル回転数と固形分を排出するスクリーコンペアーの回転数との差であり、 Δr はアンダーフロー排出量と固形分の挙動に影響あると考えられる。即ち Δr を必要以上に大きくすると、ボウル内部に攪拌を与えて固液分離に悪影響を与える。又小さすぎると排出しきれない固形分がオーバーフローに混入する結果をまねく、本遠心分離機は Δr を調節して適正な値を選定し得るのを特徴としているが、当期の予備的運転研究では例えば Run 2 2, 23 では Δr とアンダーフローとの関係は逆であり又オーバーフロー中の固形分の変化はみられず、これらの影響を確認するには至らなかった。

(3) 抽出条件

抽出条件を変え分離への影響をみたが、抽出温度が高く、ドナー量が多い方が固形分の分離が良い結果になっている。即ち、この実験範囲内ではドナー存在下で抽出反応を進めることにより低分子化が進み、粘性が低下して分離効果が向上している。

分離効果を解析する上では抽出液化溶液中のプレアスファルテン分の挙動に留意する必要がある。

プレアスファルテン分は抽出液化溶液の性状によっては溶液の温度降下により沈澱し、微粒子状の灰分および未溶解残渣に対し、凝集の働をする^{*}と云われていて、赤平炭での前記抽出条件に於ける SRC はプレアスファルテンが多いので、この温度降下による凝集効果が予測される。この事は物質収支にもみられる如く、遠心分離機のオーバーフロー中における Q S 中の SRC の占める割合は 23.6% に対し、アンダーフロー中のそれは 60.8% を示している^{*}ので、明かに SRC の一部が沈澱し、アンダーフロー中にきたこ

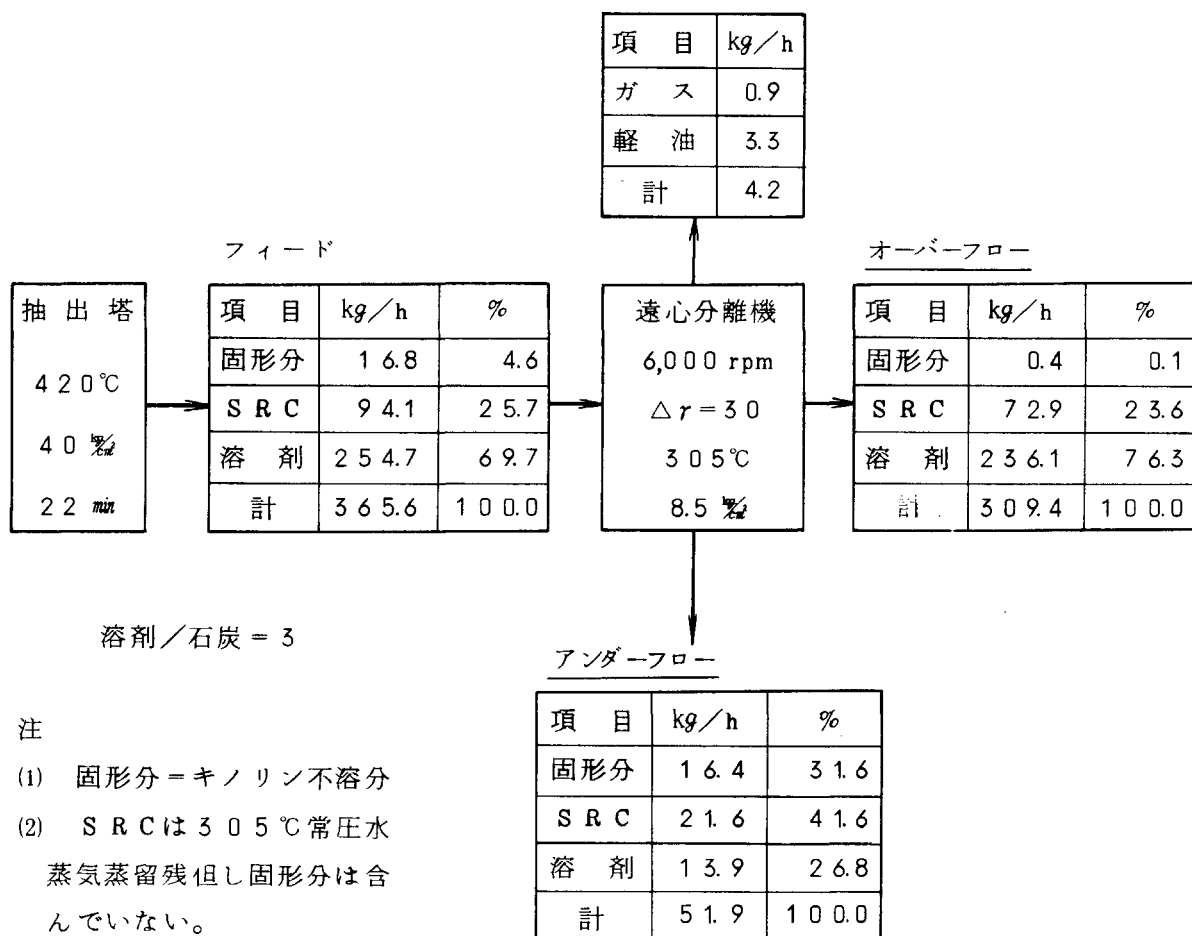
* Q S はキノリン可溶分

とにより示されている。

(4) 物質収支

物質収支のデータの精度については、サンプリングおよび分析精度の困難さ等から、若干の問題点を残してはいるが、例として第Ⅲ・1-2図 Run 23を示す。

以上は装置面の問題点を摘出する目的の運転研究の中からの若干の知見であり、尚多くの問題点を含んでおり今一層の研究の積重ねが必要である。



第Ⅲ・1-2図 赤平炭抽出スラリーによる運転の物質収支例 (Run 23)

1.3.4 問題点と対策

本年度の研究範囲はあくまでも本来の石炭抽出スラリーによる運転研究の予備試験的なものであり、又装置も全体として未完成の状態であり研究成果は今後にまっところが大き

い。当然問題点としても初期的故障に類するものが多いのは止むを得ない。

以下問題点と対策について述べる。

(1) ポンプ類

a) 汚液ポンプ（53年度分）

設計仕様が温度320℃，吐出量1,000ℓ/h，圧力30%Gの苛酷な条件下であるため、選定に慎重を期して検討の結果、バイキングポンプ（米国製）を採用したが、運転経過と共にグランドパッキンの傷みが激しく、液洩れが多くなった。パッキン材をグラファイト系からアスベスト系に交換する等の対策を講じたが効果はみられず、又シャフトも損耗を生じている。この対策としてメカニカルシール等も考えられるが、吐出量および圧力とも計画を下廻るので代替品の検討を進めている。

b) 排出ポンプ

使用条件から通常のスラリーポンプ（ニッソーワーマンSC型）を採用したが問題点の発生は見られなかった。

c) 移送ポンプ

高圧系（15%G）への返送も考慮してプランジャー3連型を使用した、使用時間も100時間以内であり問題点の発生はみられなかった。

(2) 遠心分離機

使用条件が温度320℃，圧力8.5%Gと苛酷であるにもかかわらず、略610時間の運転時間を経過しても異常振動の発生、メカニカルシールのトラブル等は皆無で致命的な欠かんは発生しなかった。

一部、メインベアリングにノイズの発生があり期間終了間際に交換した。

以下その経過を報告する。

- a) 延運転時間略450時間のRun 16（100時間運転）の途中からノイズの発生があったが異常振動は無く、電流値，潤滑油温度等も正常であったので運転を継続し、493時間経過のRun 17終了後メーカー立会の下に解体点検を実施した。この際メインベアリングのボールおよびレース面に若干の傷があったため新品と交換したところノイズは消滅した。

この原因は遠心分離機の内圧が上昇して3%G以上になるとメインベアリングにスラスト力が生じてノイズが発生するものと考えられる。

交換したベアリングをメーカーにて検査した結果、潤滑油中の汚れ（異物）による油染みでこの異物は組立時のものと判断された。

- b) 590時間経過のRun 23で再度同様のノイズが発生したのでスラスト性を向上させたベアリングを組み込む事にし、55年2月24日にベアリング交換工事を実施した。
- c) 同時に潤滑油量を増す為にベアリング間座ノイズ径の拡大と油圧増加を図った。これらの変更前後の仕様を第Ⅲ・1-11表に示す。

第Ⅲ・1-11表 遠心分離機の変更部の仕様

		単 位	変 更 前	変 更 後
ベ ア リ ン グ	型 式	—	B 7 5 D T P 5	7215BDBDP5
	接 触 角	度	1 5	4 0
	定 格 荷 重 C	kg f	9 6 5 0	1 1 6 0 0
	” Co	kg f	1 1 3 0 0	1 5 0 0 0
循 環 油 系	ノ ズ ル 径	mm	1.6	2.2
	供 給 圧 力	%	1	2
	油 量	ℓ/min	4 ~ 5	7 ~ 8

- d) L-Sディスク（遮断板）の取付け

遠心分離機のボウル内でスラリーフィード時に発生の可能性が考えられる飛沫同伴による固形物のオーバーフロー産物への混入を完全に防止するため、ボウル内の気流を遮断するL-Sディスクを新たに装着した。

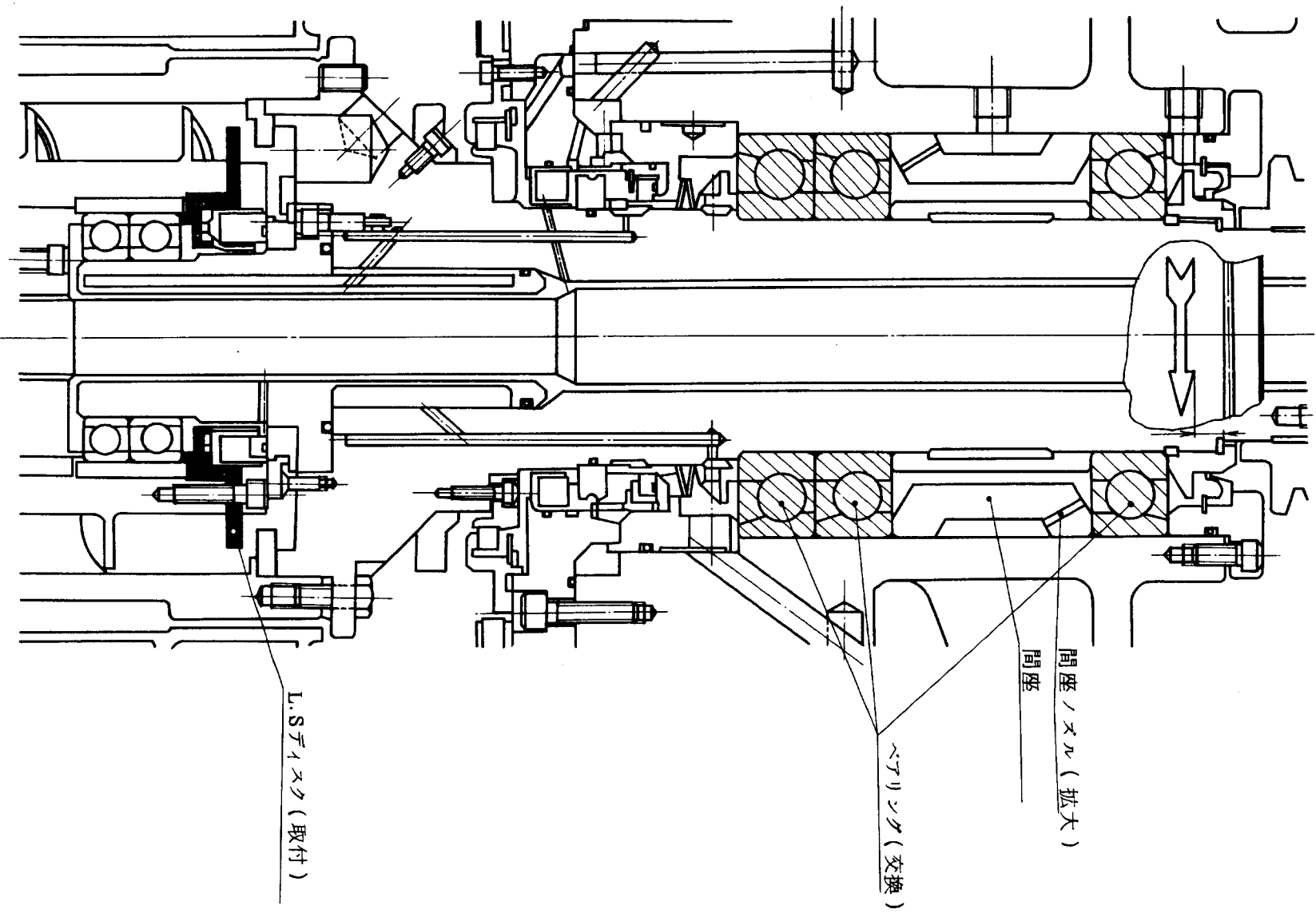
第Ⅲ・1-4図にメーンベアリング、間座、間座ノズルおよびL-Sディスクを示す。

(3) 計装各機器

高温高圧で固形分を含み、しかも温度の変化によってコーキング或は固化等による閉塞が生ずる系での計装は非常に困難でメンテナンスも難しく、指示精度も極めて低くなる等の問題点がある。本装置に設置した各機器はおおむね予定した機能を発揮した。

a) 液 面 計

液の性状の中で最も関係の深い密度は温度と共に変化し、又抽出条件等で変化し、



第 1・1-3 図

遠心分離機主要変更箇所概念図

指示値は相当な誤差を含むが液面を一定に調節する点では実用上差支えの無い事が多い。この点ではディスプレイメント型が最も信頼性があり、2基設置した中で攪拌槽液面計が攪拌機により若干の指示ブレを起したが実用上差支えが無かった。

b) 圧 力 計

センサー配管の閉塞が無ければ最も指示精度の高い測定器であろう。設置した各機器も問題点の発生はみられなかった。

c) 差 圧 計

53年度に設置した遠心分離機のシールパージ用窒素ガスの流入監視用差圧計が指示にムラを生じたのでローターメーターに交換して良好な操作性を得た。

d) 流 量 計

現状では適切な流量計は得がたく今後の研究開発をまっところが大い。現状では前後のタンクの液面から計算するが多いが、液面計の指示の不正確さと併せて精度の最も劣る機器である事を承知して置かなければならない。

e) 温 度 計

問題は主として設置場所とスラリー物質による保護管のコーティング断熱による指示の不正確さである。特に高温部での温度差を測定する時はその多くが総合指示誤差(±1%)に入ってしまうので注意を要する。

2. 専用機械装置の建設

2.1 装置の設計・製作

本年度は、昭和53年度に引き続き遠心分離装置の一部の設計・製作および据付を行った。装置は濃縮槽，ロックホッパー，攪拌槽および不活性ガス発生装置等とこれらの運転制御に必要な計装設備，電気設備より構成されている。建設は第Ⅱ・2-3図・配置図に基づき行なった。

2.1.1 仕様

(1) 主要機器の仕様と機能

a) 濃縮槽（安全弁付） 1式

型 式	立置円筒下部円錐形		
容 量	1.07 m ³		
使用温度	350℃	SUS	304
使用圧力	1.5%G	第一種圧力容器	

b) ロックホッパー 1式

型 式	プログラマー制御方式		
容 量	1ℓ		
使用温度	320℃	SUS	304
使用圧力	1.0%G		

c) 攪 拌 槽 1式

(イ) 攪拌槽（攪拌機，移送ポンプ付）

型 式	立置円筒型		
容 量	0.7 m ³		
使用温度	320℃	SS	41
使用圧力	常 圧		

(ロ) 汚液3 m³貯槽（攪拌機付）

型 式	立置円筒型		
容 量	3 m ³		
使用温度	200℃	SS	41
使用圧力	常 圧		

d) 不活性ガス発生装置 1 式

型 式 PH-1 & ORIADII-2046 高圧型 (ロザイ工業特製)

発生ガス量 最大 $2.8 \text{ m}^3/\text{h}$

最小 $1.4 \text{ m}^3/\text{h}$

発生ガス圧 最大 $9.9 \text{ \% G}$

e) 計 装 盤 1 面

型 式 自立密閉形ノングラフィック式

f) 制 御 盤 2 面

型 式 自立密閉形集中監視ランプ表示式

(2) 各 部 仕 様

設計に当って特に注意した事項は次の如くである。

a) 全 体 配 置

全体配置計画については運転ならびに作業性のよい装置配置を検討し、また降雪等の天候に対する策として屋内設置を計画した。

b) 不活性ガス発生装置

窒素ガスの供給状況に鑑み設置を決めたものである。遠心分離機へのフィードのため高圧型 ($9.9 \text{ \% G}$) とし、取扱いを簡便にするため LPG 燃焼型を採用した。

c) 計 装 設 備

制御室に計装盤を配置し、計測制御および記録を行う。

圧力差圧および液面等重要な部分には警報も付設した。

計器は空気式を主体とした。

d) 電 気 設 備

制御室に制御盤を設置し、集中監視を行う。不活性ガス発生装置の運転操作は機器の安全運転を確認する必要上現場操作を原則とした。

2.1.2 適 用 法 規

本装置は次の法規又は規格に基き設計した。

(1) 消 防 法

(2) 労働安全衛生規則

- (3) ボイラーおよび圧力容器安全規則
- (4) 危険物取締法
- (5) 建築基準法および同施行令
- (6) 電気設備技術基準
- (7) 工場電気設備防爆指針
- (8) J I S

2.2 装置の建設

2.2.1 工 程

(1) 製作および建設

機器の製作は昭和54年4月4日より開始し、昭和55年1月30日に全機器の製作が完了した。

基礎工事は6月1日より開始し、7月30日完了し、各機器の設置と附帯設備の建設が昭和55年2月29日に完了した。

(2) 工 程 表

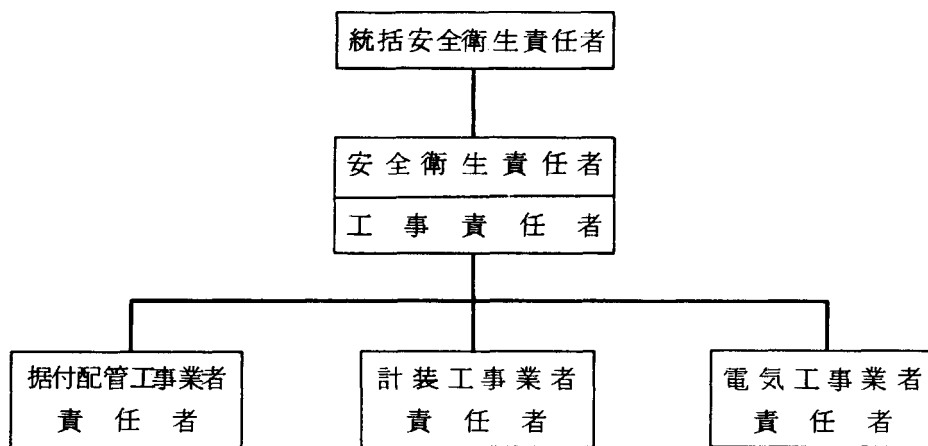
工程表を第Ⅲ・2-1図に示す。

2.2.2 安全衛生管理

建設工事に着手するに当って工事の安全を期するために、各作業別の責任者を定め、統括責任者と密接な連絡を取りながら作業に当った結果、工程管理，安全衛生管理共に目的を達成する事が出来、安全無事故で予定どおり竣工した。その安全衛生管理組織を第Ⅲ・2-2図に示す。

第Ⅲ·2-1图

[illegible]



第Ⅲ・２－２図 安全衛生管理組織図

2.3 装置の試運転

装置の機器類は建設終了後、作動確認と調整および運転技術の習得のため、試運転を実施した結果、各機器共所定の目的通りの作動を示し配管等にも支障の無い事が確認できた。

不活性ガス発生装置については自体が独立した機能を持つ装置であるため、特にメーカー（ロザイ工業）技術者立会指導の下でスタートアップ，シャットダウンを中心に教育試運転を行い、装置取扱いについての要点の周知徹底を図った。

3. 分析・調査研究

3.1 分析研究

運転研究の成果を評価するために各種の分析を行わなければならないが、現在行っている主な分析を第Ⅲ・3-1表に示す。

分析法は運転研究と並行しながら種々の手法を探索しているが、石炭及び溶剤の分析以外はJIS等の規格をそのまま適用することは必ずしも適切ではない事がわかったので、該当するJIS等の一部を変更して分析を行うと同時に、分析の精度をあげて数値の信頼性を増すように努めている。

今後は運転時間、装置の増加に伴い、サンプル数の増加が考えられるため、迅速且つ正確な分析が要求される。又、今後共サンプル性状に適した分析手法の探索を続け、最適な分析手法を確立しなければならないがこの件については関係研究機関との交流等により研究のスピードアップを図らなければならないと考えている。

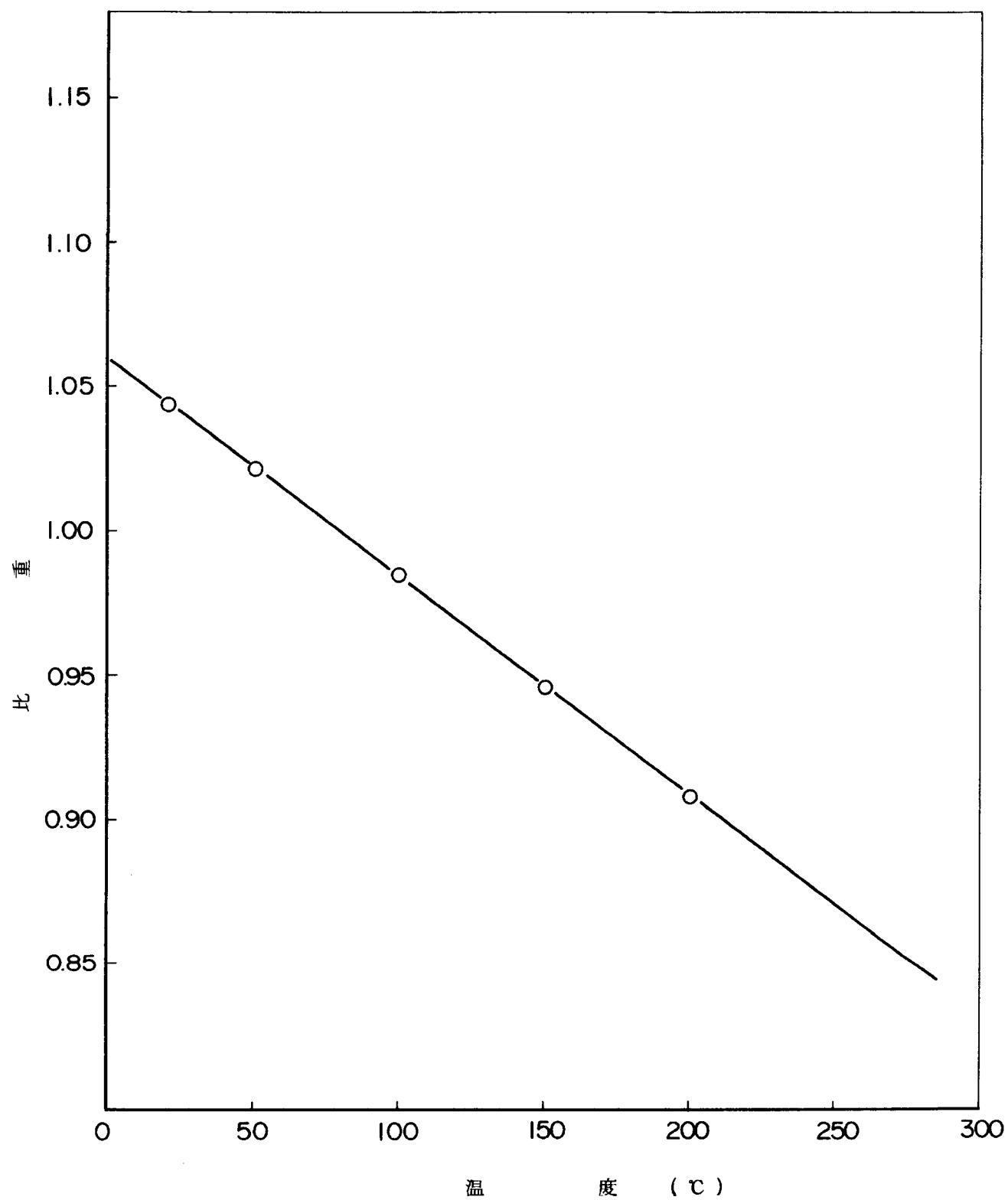
分析データについては運転研究の各項目に記載されて居るが一例としてRun 16におけるフィード液の温度と比重(Ⅲ・3-1図)及び温度と粘度(Ⅲ・3-2図)の関係を示す。

第Ⅲ・3-1表 主 要 分 析 法

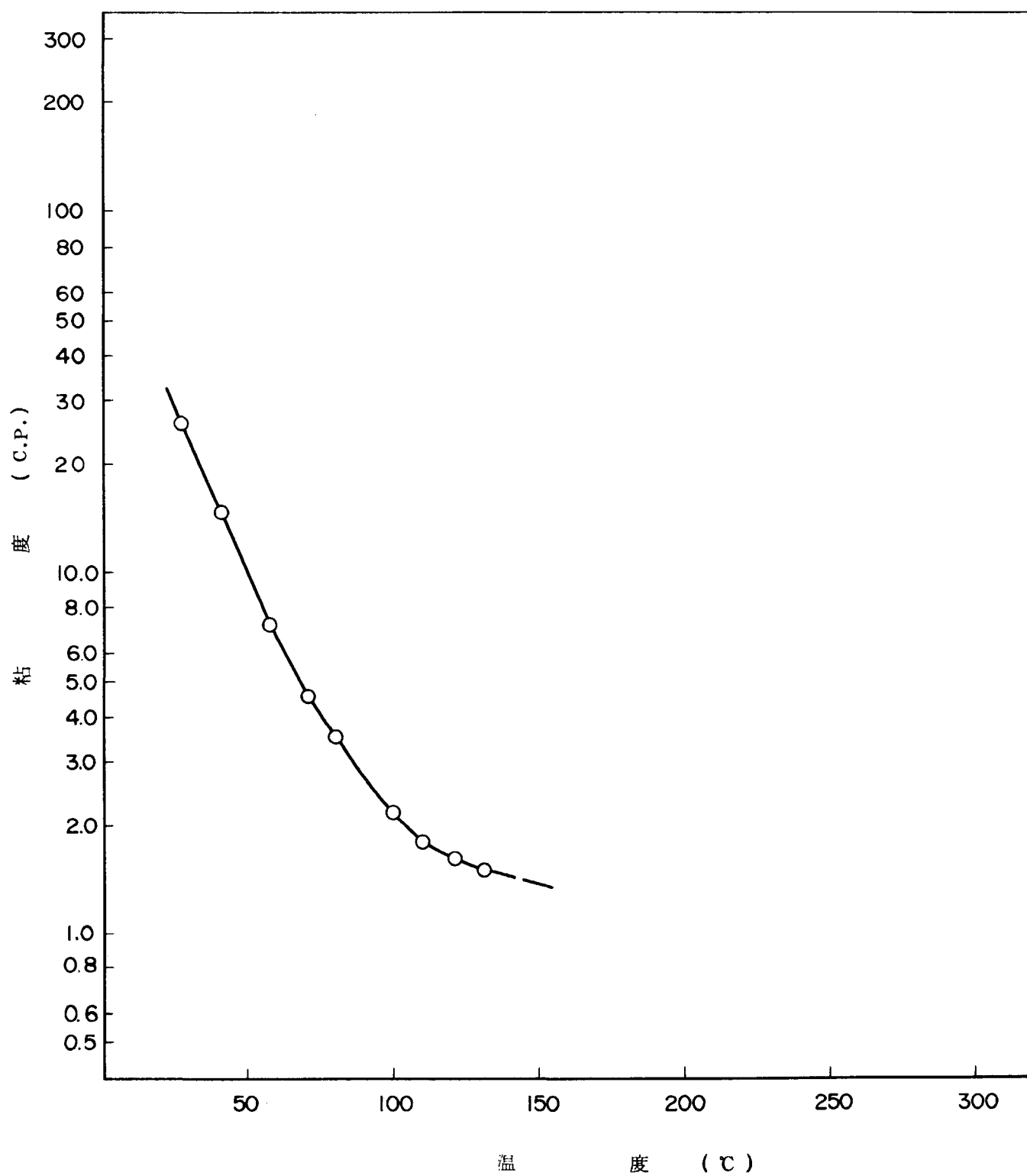
	石 炭	溶 剤	フィード	オーバー フロー	S R C ⁽¹⁾
元 素 分 析 (J I S M 8 8 1 3)	○				○
工 業 分 析 (J I S M 8 8 1 2)	○				
キノリン不溶分 (J I S K 2 4 2 5 に 準 拠)			○	○	○
灰 分 (J I S K 2 2 7 2 ASTMD 428 に 準 拠)			○	○	○
比 重 (J I S K 2 4 2 5 に 準 拠)		○		○	
粘 度		○		○	
粒 度 分 布 ⁽²⁾ (J I S M 8 8 0 1)	○		○	○	
蒸 留 (J I S K 2 4 2 5 に 準 拠)		○	○	○	

(1) オーバーフローの260℃, 15 mm Hg の蒸留残

(2) フィード, オーバーフローはキノリン不溶分について行った。



第Ⅲ・3-1図 Run-16に於けるフィード液の温度 - 比重グラフ



第Ⅳ・3-2図 Run-16に於けるフィード液の温度-粘度グラフ

3.2 調査研究

昭和54年度の全期間にわたり、国内外の石炭および石油関係の学術誌や現在建設および操業中の石炭液化・ガス化プラントあるいは固液分離プラントの報告書等を中心に文献調査を実施した。又、大学，国立研究所等の他機関の情報収集に努め、本年度の運転研究，装置の建設，分析研究に反映させた。

今後も引き続き運転研究，装置の建設および分析研究に関連する調査等を実施すると共にスケールアップや製品の利用面等に関連する調査も実施する計画であり、具体的項目としては下記の各項を挙げることができる。

- (1) 炭種，抽出条件，分離条件等の変化による固液分離への影響。
- (2) 固液分離プロセス（遠心分離，沈降分離等）に関する調査。
- (3) 石炭液化プラントの装置に関する調査。
- (4) 各種の分析法に関する調査。
- (5) スケールアップに関する調査。
- (6) 製品の利用等に関する調査。
- (7) その他の石炭液化，固液分離に関する調査。

IV 結 論

Ⅳ 結論と今後の課題

1. 遠心分離装置の運転研究

昭和54年度の運転研究の目的は昭和53, 54年度建設の機器の機能チェック及び問題点の摘出を行うと共に、可能な対策を実施する事においた。この目的に従って、加熱溶剤による運転, 模擬スラリーによる運転, 石炭抽出スラリーによる運転を行い、各機器に異常が発生しない事を確認し、固形分の分離状況について若干の知見が得られた。

又、実際に低灰分(0.2~0.3%)のSRCが取得できる事も確認できた。

今後は、昭和54年度に引き続き石炭抽出スラリーでの運転研究の実施を図る。具体的研究項目としては、下記の各項を考えている。

- (1) 適用炭種を現状の赤平炭に太平洋炭, 豪州炭を加え、抽出条件, フィード条件等の変化に伴う固液分離効果を確認する。
- (2) 固液分離効果の向上を目的としたアンチソルベントの添加による分離効果への影響を把握する。
- (3) 沈降分離による固液分離の研究のため連続沈降分離装置(5ℓ/h)の運転を行い、その結果を、3t/日プラントの固液分離法の研究開発に補完する。
- (4) プロセスに於ける物質収支のデータの取得, 装置の安全性の確認、並びにスケールアップのための資料の収集を行う。

2. 専用機械装置の建設

昭和54年度に建設した装置は、全て期間内に建設を終了し、試運転を実施した後、順次運転研究に組み入れて機能チェックを行い異常の発生しない事を確認した。又、建設中は工事の安全を期するために各作業別の責任者を定め、統括責任者と密接な連絡をとりながら作業に当り、工程管理、安全衛生管理共に目的を達成する事ができ、安全無事故で各作業を終了した。

昭和55年度は54年度に引き続き次の諸設備の設計、製作および建設を実施する。

- (1) 固液分離効果の向上を目的としたアンチソルベントに係る設備。
- (2) 遠心分離機のアンダーフローおよび濃縮槽のアンダーフローを脱液して有用成分を回収するための遠心脱液機に係る設備。
- (3) 遠心分離機のオーバーフローから各必要成分を分留回収するための減圧蒸留装置に係る設備。
- (4) 上記諸設備に係る計測、ユーティリティー設備

上記の全設備の完成をまって試運転を実施する。

V 資 料

V. 資 料

運転マニュアル集

運転研究に際して各々の運転の場合をふまえ、抽出スラリーの場合を最終としたマニュアルを作成し、運転研究を行った。

1. 抽出－固液分離プラント運転マニュアル

- (1) 運 転 準 備
- (2) 加温循環工程
- (3) 抽出固液分離工程
- (4) 蒸留溶剤回収工程
- (5) 冷却停止工程

2. 不活性ガス発生装置運転マニュアル

- (1) 運転開始工程
- (2) 停止工程

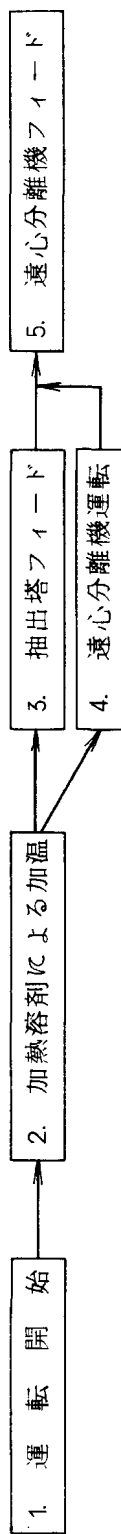
1. 抽出－固液分離プラント運転マニュアル

- (1) 運 転 準 備

運 転 準 備 マ ニ ュ ア ル

項 目	操 作 手 順 及 び 内 容
1. 冷却水及びスチーム関係	流 通 確 認
2. 配 電 盤 , 計 装 盤	電源スイッチ……ON
3. 計装用コンプレッサー	スイッチ……ON 空気圧確認, ドライヤー作業確認
4. 計装盤, 記録用チャート	チャートチェック
5. 調 圧 弁 及 び 保 圧 弁	開閉及び作動チェック後 設定圧力は運転計画に基づく
6. 操 作 バ ル ブ	開閉及び作動チェック
7. 溶 剤 タ ン ク	液 面 確 認

(a) 加溫循環工程フロー



(b) 加温循環マニユアル

加温循環ニアル

項目	操作手順	内容	備考
1. 運転開始	① 運転準備 ② 循環溶剤タンク(17 [#] タンク)レベル確認 ③ ギャーポンプ ON ④ 溶剤弁開 ⑤ 抽出塔バイパス弁開	運転準備マニュアル 溶剤が少ない場合	18 [#] タンクより17 [#] タンクへ溶剤を追加
2. 加熱溶剤による加温	① 押込みポンプ ON ② 抽出塔メカニカルシール油圧ユニット ON	① ストローク長確認 ② 油圧リリーフ弁作動確認 ③ チャッキ弁作動音確認 ④ ポンプ圧確認 ⑤ 流量確認 ⑥ 17 [#] タンク液面確認 ① 油圧確認	PIR 6 FIR PIA 14

項 目	操 作 手 順	内 容	備 考
	③ 抽出塔昇圧 ④ 加熱炉点加	② 油温確認 ③ オイルタンク液面確認 ④ 冷却水確認 ① N ₂ ガスカードル圧力確認 ② N ₂ ガスフイード ③ 抽出塔昇圧確認 ① 重油オイルメーターチェック ② LPG ガスメーター " ③ 燃焼状況確認 ④ 溶剤昇温 "	ユニット温度計 " 液面計 PICAR 18 ライン積算計 " 煙突出口 TICAR 12
3. 抽出塔フィード	① 抽出塔入口弁開 ② 抽出塔液面計ポンプ ON ③ 抽出塔ヒーター ON ④ 抽出塔攪拌機 ON	塔内液温確認 ① 液面計作動確認 ② ストローク長確認 ③ 液面発信器エア一抜き確認 電流確認 ① 電流確認 ② 塔内液温確認	TIR 制御盤電流計 " TIR
4. 遠心分離機運転 (3.に平行して実施)	① 冷却水循環ポンプ ON ② 不活性ガス発生装置運転	① 圧力確認 ② 通水 " ③ 冷却水タンク水温水位確認 ① 燃焼状況確認 ② コンプレッサ入口ドレン抜き確認	

項 目	操 作 手 順	内 容	備 考
	③ シールクラーラント ON ④ バックドライブユニット ON ⑤ メカニカルシール用N ₂ ガスフイード ⑥ 遠心分離機本体 ON	③ ドライヤー作動確認 ④ 昇圧確認 ① 油圧確認 ② 流量" ③ 油温" ④ 冷却水" ① 油圧確認 ② 油温" ③ 冷却水" 流量確認 ① 電流確認 ② 運転音, 振動チェック	PI PIR 遠心分離機操作パネル " " 遠心分離機操作パネル " " 遠心分離機操作パネル
5. 遠心分離機 フイード	① 抽出塔オリフロー弁, 減圧弁作動 ② 濃縮槽N ₂ ガスフイード ③ 遠心分離機フイード ④ 遠心分離機ベント手動弁開 ⑤ 汚液ポンプ ON	抽出塔液面確認 ① 圧力確認 ② 槽内液温確認 ① 圧力確認 ② 温度" ③ 電流" ④ 運転音, 振動チェック 管壁温度にて液流確認 ① ストローク確認 ② 電流確認	LICAR PI TIR PICR TIR 制御盤電流計

項 目	操 作 手 順	内 容	備 考
	⑥ 戸液タンク液面制御弁，開	① 戸液タンク液面確認 ② " 圧力 " ③ 17 [#] タンク液面 "	L I C A R P I C R L I A R

項 目	操 作 手 順	内 容	備 考
	② 攪拌槽スラリー弁開 ③ 溶 剤 弁 開 ④ スラリー循環ポンプ ON ⑤ 抽出塔調圧弁開 ⑥ 抽出塔ロックホッパー ON	押込みポンプ圧力確認 ① 押込みポンプ圧力確認 ② スラリー流量計確認 ③ 加熱炉温度確認 ① 押込みポンプ圧力確認 ② スラリー流量計確認 圧力平衡確認後、自動に切替 残渣スラリー流通確認後自動に切替	P I R 6 P I R 6 F I R T I C A R 1 2 P I R 6 F I R P I C A R 1 8
4. 固 液 分 離	① 濃縮槽ロックホッパー ON ② 遠心分離機コンベアー回転数設定 ③ 遠心分離機リンス液フィード ④ " ベント手動弁開 ⑤ " ヘスラリーフィード ⑥ 3 m ³ 炉液貯槽入口弁開 ⑦ 3 m ³ 炉液貯槽攪拌機 ON ⑧ 遠心分離機ロックホッパー ON ⑨ S D H ポンプ (移送ポンプ) ON	残渣スラリー流通確認後自動に切替 ① バックドライブユニット油圧確認 ② " ピニオン回転数確認 流 量 確 認 ① 電 流 確 認 ② 運転者, 振動チェック ① 貯槽液面確認 ② " 液温 " ① 電 流 確 認 ② 液 温 " 残渣スラリー流通確認後自動に切替 U F タンク (攪拌槽) 液面確認	T I R 遠心分離機操作パネル " ライン流量 L I T I R T I R T I R L I C

(3) 抽出・固液分離工程

(a) 抽出・固液分離工程フロー



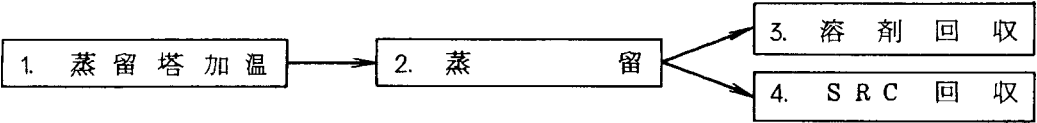
(b) 抽出・固液分離マニュアル

抽出・固液分離マニュアル

項 目	操 作 手 順	内 容	備 考
1. 加温溶剤循環	加温循環マニュアルに従う	設定圧力，設定温度まで加温	計装各指示計
2. スラリー調製	① 石炭前処理設備 ON ② ロッドミル給油ユニット ON ③ ロッドミル ON ④ 循環溶剤弁開 ⑤ 給炭フィーダー ON ⑥ ドナー溶剤供給ポンプ ON ⑦ 補給溶剤供給ポンプ ON	① 粉碎粒子径確認 ② 給炭ホッパー炭量確認 ① 油圧確認 ② 油流量 " ③ 冷却水 " 電 流 確 認 流量指示確認後、自動に切替 流量指示確認後、自動に切替 ① ポンプストローク長確認 ② 流量カウンタ確認 ① ポンプストローク長確認 ② 流量カウンタ確認	ユニット圧力計 制御盤，電流計 FIC 3 WICR 1
3. 抽 出	① 攪拌槽レベル確認		

(4) 蒸留溶剤回収工程

(a) 蒸留溶剤回収工程フロー



(b) 蒸留，溶剤回収マニュアル

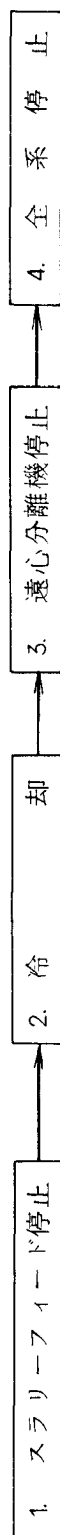
蒸 留 溶 剤 回 収 マ ニ ュ ア ル

項 目	操 作 手 順	内 容	備 考
1. 蒸 留 塔 加 温	① 加熱溶剤循環	加熱循環マニュアルに従う	計装盤カウンター
	② ボイラー点火	① 給水メーター確認 ② オイルメーター確認 ③ 軟水装置機能確認 ④ 薬注ポンプストローク表確認	"
	③ スチームスーパーヒーター ON	① スチーム流量確認 ② 電 流 確 認	F I R 2 4 制御盤電流計
	④ 熱媒ポンプ ON	① 電 流 確 認 ② 冷却水 "	制御盤電流計
	⑤ 熱媒加熱器 ON	① 電 流 確 認 ② 昇 温 "	制御盤電流計 T I C R
	⑥ フラッシュ塔ヒーター ON	③ 膨脹槽液面確認 電 流 確 認	L I 制御盤電流計

項 目	操 作 手 順	内 容	備 考
2. 蒸 留	① 蒸留塔温度確認	設定温度到達確認	T I R
	② 戸液移送ポンプ ON スラリーフ イード	① 3 m ³ 戸液貯槽液面確認 ② " " 液温 "	L I
	③ スラリー環循ポンプ ON	押込みポンプ圧力確認	T I R
	④ フラッシュ塔ボトムバイパス弁開		P I R 6
	⑤ フラッシュ塔スーパード チームフイード	① 塔内ガス温確認 ② " 液 温 " ③ スチーム表量確認	T I C A R 19 T I R F I R 24
3. 溶 剤 回 収	① コンデンスーポンプ ON	① 2 次蒸留塔ガス温度平衡確認 ② 水量調節弁自動に切替 ③ 17 [*] タンク液面上昇確認	T I C A R 22 L I A R
4. S R C 回 収	① S R C ポンプ ON	① 電 流 確 認	制御盤電流計
	② 冷却コンベアー ON	② ポンプ回転数確認 ① 電 流 確 認 ② シャワー "	計装盤回転計 制御盤電流計
	③ 換気ファン ON		
	④ 製品ベルトコンベアー ON	電 流 確 認	制御盤電流計

(5) 冷却停止工程

(a) 冷却停止工程フロー



(b) 冷却停止マニュアル

冷却停止マニュアル

項 目	操 作 手 順	内 容	備 考
1. スラリーフィード停止	抽出・固液分離工程の場合 ① 給炭フィーダー OFF ② 各溶剤供給停止 ③ ロッドミル, ロッドミル給油ユニット OFF ④ 攪拌槽スラリー弁開 ⑤ スラリー循環ポンプ OFF ⑥ 加温循環マニュアルに準じて溶剤循環	① 循環溶剤供給停止 ② ドナー溶剤供給ポンプ OFF ③ 溶給溶剤供給ポンプ OFF	
	蒸留・溶剤回収工程の場合 ① 戸液移送ポンプ OFF ② スラリー循環ポンプ OFF ③ 加温循環マニュアルに準じて溶剤循環		

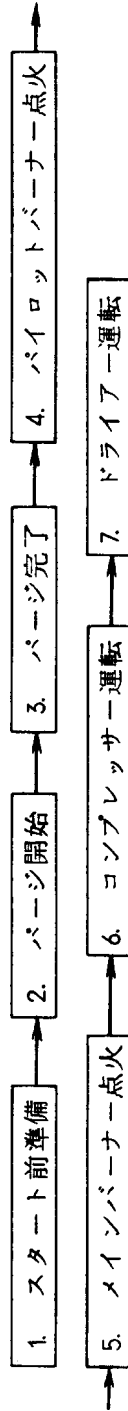
項 目	操 作 手 順	内 容	備 考
2. 冷 却	① 加 熱 炉 消 火 ② 各 ヒ ー タ ー 加 熱 器 停 止 ③ ボ イ ラ ー 停 止 ④ フ ラ ッ シ ュ 塔 ボ ト ム バ イ パ ス 弁 開	① オイルメーター確認 ② ガスメーター確認 ① 抽出塔ヒーター OFF ② フラッシュ塔ヒーター OFF ③ 熱媒加熱器 OFF ④ スチームスーパヒーター OFF ① 給水メーター確認 ② オイルメーター確認 17 タンク液面確認	ライン積算量 " 計装盤カウンタ－ " LIAR
3. 遠心分離機停止	① 各 ロ ッ ク ホ ッ プ ー O F F ② ス ク リ ュ ウ コ ン ペ ア ー O F F ③ 遠 心 分 離 機 ベ ン ト 手 動 弁 開 ④ リ ン ス 液 フ ィ ー ド 停 止 ⑤ 遠 心 分 離 機 , 濃 縮 槽 減 圧 ⑥ 溶 剤 フ ィ ー ド 停 止 ⑦ 遠 心 分 離 機 本 体 O F F ⑧ バ ッ ク ド ラ イ イ ブ ユ ニ ッ ト O F F ⑨ シ ー ル ク ラ ン ト ユ ニ ッ ト O F F ⑩ 不 活 性 ガ ス 発 生 装 置 停 止	① 濃 縮 槽 ロ ッ ク ホ ッ プ ー O F F ② 遠 心 分 離 機 ロ ッ ク ホ ッ プ ー O F F フィードバルブ用 油タンク液面確認 " ① レシーバー減圧確認 ② 燃料弁確認	
4. 全 系 停 止	① 抽 出 塔 減 圧 , 溶 剤 プ ロ ー	① メカニカルシール油圧ユニット確認	PIA 14

項 目	操 作 手 順	内 容	備 考
	② 抽出塔メカニカルシール油圧ユニット OFF ③ 熱媒ポンプ OFF ④ 押込みポンプ OFF ⑤ 溶剤弁開 ⑥ ギャーポンプ OFF ⑦ 冷却水ポンプ OFF ⑧ 計装盤電源 OFF ⑨ 計装用コンプレッサー OFF ⑩ 動力電源 OFF ⑪ 計装盤チャート切取り ⑫ 運転記録まとめ	② 17 [#] タンク液面確認 ① 油タンク液面確認 ② 電磁弁機能確認 加熱炉温度確認 17 [#] タンク液面確認 ① 冷却水メーター確認 ② 冬期は残留水に注意 ① 全機停止 ② 電力メーター確認	LIAR TICAR 12 凍結防止等に備える

2. 不活性ガス発生装置

(1) 運転開始工程

(a) 運転時のフロー



(b) 起動マニュアル

起動マニュアル

項 目	操 作 手 順	内 容	備 考
1. スタート前準備	① 冷却水元バルブ全開 ② 発生器，コンプレッサー操作パネル内電源 ON ③ イナートガスバージバルブ開 ④ 燃料ガス元バルブ全開確認 ⑤ エアバーナー前バタフライ弁全開確認	① 発生器入口バルブ開 ② コンプレッサー入口バルブ開 ③ アフタークーラー入口バルブ開 ① 警報ブザー確認 ② “警報停止”押ボタンONにしブザー停止	①～③のバルブ開度は初期運転
2. パージ開始	① “運転”押ボタン ON	① エアープローアー起動，パージタイマー作動 ② “パージ中”ランプ点灯確認	パージタイマーは50秒に設定

項 目	操 作 手 順	内 容	備 考
	② エアーバタフライ弁 全開	③ エアー圧力スイッチ圧力上昇にて ON	900% Aq に設定
3. パージ完了	① “パージ中”ランプ消灯確認		パージタイマー タイムアウトによってパージ完了となる
4. パイロットバーナー 点 火	① エアーバタフライ弁を調節 ② 燃料ガス元バルブ全開 ③ “燃焼中”ランプ点灯確認	エアーク流量が0～10Nm³/hr程度の開度に絞る ① リミットスイッチ OFF (自動) ② パイロットバーナー点火タイマー作動 (自動) ③ ガス圧力スイッチ圧力上昇にてON (自動) ④ ガス圧力, エアー圧力, イナードンガス温度正常にてイグニッションが始まり、パイロットガス電磁弁全開となる (自動) ① パイロットバーナー点火は必ず目視にて確認する ② フレーム検出器によりパイロットフレームキヤッチにてイグニッション停止 (自動) ③ 不着火及び失火の場合	パイロットバーナー点火タイマーは60秒に設定 900% Aq に設定 ① エアークフローが停止しパイロットガス電磁弁が全開する (自動) ② 警報ブザーが鳴り失火ランプ点灯

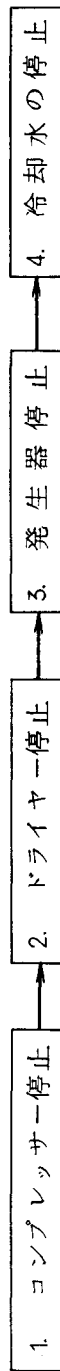
項 目	操 作 手 順	内 容	備 考
			③ “警報停止”押ボタン ON にしブザー停止 ④ 不着火の場合はプロテクトリレーのリセットボタンをセット ⑤ 2 項のページ開始より再び始める
5. メインバーナー点 火	① パイロットバーナー燃焼確認 ② バーナー前ガスバルブ全開 ③ エアータフライ弁を徐々に全開 ④ メインバーナー点火確認	メインガス電磁弁が全開（自動） ① パイロットバーナーは消火（自動） ② 不着火及び失火の場合	① パイロットバーナー点火 火タイマーのタイムアウトによりパイロットバーナー消火 ② タイマーは 60 秒に設定のためメイルバーナーは 60 秒以内に点火の事 ① エアーズロワーが停止しメインガス電磁弁が全開となる（自動） ② 直ちにバーナー前ガスバルブ全開 ③ “警報ブザー停止”押ボタン ON ④ 2 項のページ開始より再び始める

項 目	操 作 手 順	内 容	備 考
	⑤ パージバルブ全開	ベントレギュレーターよりイナートガス放出	
6. コンプレッサー運転	① 燃焼中ランプ点灯確認 ② 冷却水フローズスイッチ ON 確認 ③ 計装空気の供給確認 ④ “運転” 押ボタン ON	冷却水が流れているか検水器により確認 ① コンプレッサーアンロード運転と同時にアンロードタイマー作動（自動） ② 運転ランプ点灯 ③ アンロードタイマータイムアウトによりロード運転となる。	30 秒に設定 ① 但し、レシーバータンク圧力が規定圧力以下 ② 以後レシーバータンク圧力スイッチ（8.5～9 ㎫G に設定）によりロード、アンロード運転
7. ドライヤー運転	① ドライヤー操作パネル内電源 ON ② セレクトスイッチを入にする	① プログラムタイマー作動 ② L タワー吸着 R タワー再生 ③ L タワー昇圧中 ④ L タワー減圧	“L タワー吸着”，ランブ点灯 ① パージ用電磁弁閉 ② バイパス電磁弁閉 ① パージ用電磁弁閉 ② バイパス電磁弁閉

項	目	操 作 手 順	内 容	備 考
			⑤ Rタワー加熱 ⑥ Rタワー冷却 ⑦ Rタワー昇圧 ⑧ Rタワー吸着，Lタワー再生 ②～⑤は8時間毎にLタワー，Rタワーの吸着－再生を繰り返す	“Rタワー加熱”ランプ点灯 ① RタワーヒーターOFF ② “Rタワー加熱”ランプ消灯 ① バージ用電磁弁閉 ② バイパス電磁弁開

(2) 運転停止工程

(a) 運転停止時フロー



(b) 停止マニュアル

停止マニュアル

項 目	操 作 手 順	内 容	備 考
1. コンプレッサ停止	① “停止”押ボタン ON		
2. ドライヤー停止	① セレクトスイッチを切にする		
3. 発生器停止	① バーナー前ガスバルブ全開 ② “警報停止”押ボタン ON ③ ガス元バルブ全開 ④ エアーバタフライ弁全開	失火によりエアブローワー停止しメイ ンガス電磁弁が全開 ブザー停止	
4. 冷却水停止	冷却水元バルブ全閉	燃焼停止後15分～20分後に全閉	全閉前に冷却水入口、出口 温度計の温度差がなくなる のを確認

1 T/日実験プラントの開発

住友金属工業株式会社

I 研 究 实 施 者

I 研究実施者

事業所	氏名	役職名	担当研究項目
本社 中央技術研究所 波崎研究センター	寿原 康 紘	第一技術開発部 副主任部員	研究計画
	角 南 好 彦	コース研究室 主任研究員	研究全般
	佐々木 恵 一	” 副主任研究員	”
	西岡 邦 彦	” ”	”
	高野 共 平	” 研究員	実験研究
	押 栗 憲 昭	” ”	”
	加 藤 幹 郎	” ”	”
	上 仲 基 文	” ”	”
	近 田 司	” ”	”
	大 木 政 敏	” ”	”
	鈴木 敏	” ”	”
	沢 田 良 夫	” ”	”
	岩 立 修	” ”	”

II 概 要

Ⅱ 概 要

1. 要 旨

昭和53年度に設置仮据付を行った抽出工程装置（攪拌槽，加熱炉，圧縮ポンプ，循環ポンプ等）の水運転を行った。

また昭和53年度に案画したプラントの基本フローの設計検討を行い、石炭前処理スラリー製造工程および抽出工程装置の一部（微粉碎機，溶剤タンク，供給ポンプ等）の詳細設計，製作，据付を完了し、作動確認のために調整試運転も実施した。

2. 昭和53年度設備の水運転

昭和53年度に設置仮据付を行った抽出工程装置（攪拌槽，加熱炉，圧縮ポンプ，循環ポンプ等）の水運転を行い、ポンプ類の稼働状況および配管部分の水流量と圧損の関係を調べた。

3. 昭和54年度設備

プラントの基本フロー中で、石炭前処理スラリー製造工程装置の一部および前年度に引続き抽出工程装置の一部の詳細設計，製作，据付を行い、熱間運転および溶剤の循環運転が出来るようにした。

3.1 装置設計の基本理念

昭和54年度設備の詳細設計に際し、以下の事項を前提とした。

- (1) 装置の拡充に伴い昭和54年度から屋外に設置し、昭和53年度に屋内に仮据付を行った設備も屋外に移設してフローに組込む。
- (2) 石炭スラリーの製造および供給が連続的に出来るようにする。
- (3) 加熱炉の関係機器を充実して熱間運転を可能にする。
- (4) 溶剤の循環運転を可能にする。

3.2 詳細設計および据付

流動砂方式の加熱炉の熱間運転に際し、安全運転を期するため熱風媒体には不活性ガスの窒素を使用することにした。

複雑化するプラントを集中制御するため計測制御室を設けたが、モーター類の起動スイッチは始動，停止の確認および誤操作防止のため、屋外の現場に設置するようにした。

機器，配管類については、屋外，耐熱，耐圧を考慮して設計した。

据付に当っては安全を第一として施工し、予定期間内に工事を終了して調整試運転も実施した。

以上の本年の研究経過を第2・3-1表 昭和54年度委託研究工程

第2・3-1表 昭和54年度委託研究工程

年・月 項目	昭和54年度									
	4	5	6	7	8	9	10	11	12	54/1
試 運 転										
昭和53年度設備										
昭和54年度設備設計										
基 本 設 計										
詳 細 設 計										
図 面 化										
製 作										
昭和53年度設備の一時移転										
昭和54年度設備										
据 付										
土 建 工 事										
据 付 工 事 (配管・断熱含)										
電気・計装工事										
検 収										
官 庁 検 査 (消 防 法)										
報 告 書 作 成										

Ⅲ 研 究 内 容

Ⅲ 研 究 内 容

1. 要 旨

石油代替エネルギーの開発の一環として、日本国情に適応した石炭液化法の開発が急がれており、本研究はその中の代表的方法である溶剤処理液化法のプラントを確立することを目標としたものである。

本研究は段階的な設備拡充計画のもとに、昭和53年度から石炭処理量最大1 t/日 規模の実験プラントの製作，建設に入っており、昭和54年度は昭和53年度に設置仮据付を行った抽出工程装置の水運転を行うと共に、プラントの基本フローの設計検討を行い、石炭前処理スラリー製造工程装置の一部および前年度に引続き抽出工程装置の一部の詳細設計，製作，据付を行った。その結果、プラントの熱間運転および溶剤の循環運転が出来るようになった。

工事は予定通り終了し、調節試運転も実施した。

調整試運転は昭和55年度からの運転研究に備えて、溶剤による冷間および熱間での作動確認の他、各機器の調整および運転技術の習得等を目的として実施した。

2. 昭和53年度設備の水運転

攪拌槽、循環ポンプ、圧縮ポンプ等の水運転を行ないポンプ及び攪拌機の稼働状況を確認し、配管の流動圧損を調査した。

2.1 配管内流動圧損の調査

(1) 測定範囲

圧縮ポンプ出口～減圧弁入口間

(2) 運転条件

温度：常温

圧力：減圧弁設定圧＝50%

流量：90～200ℓ/hr

(3) 運転方法

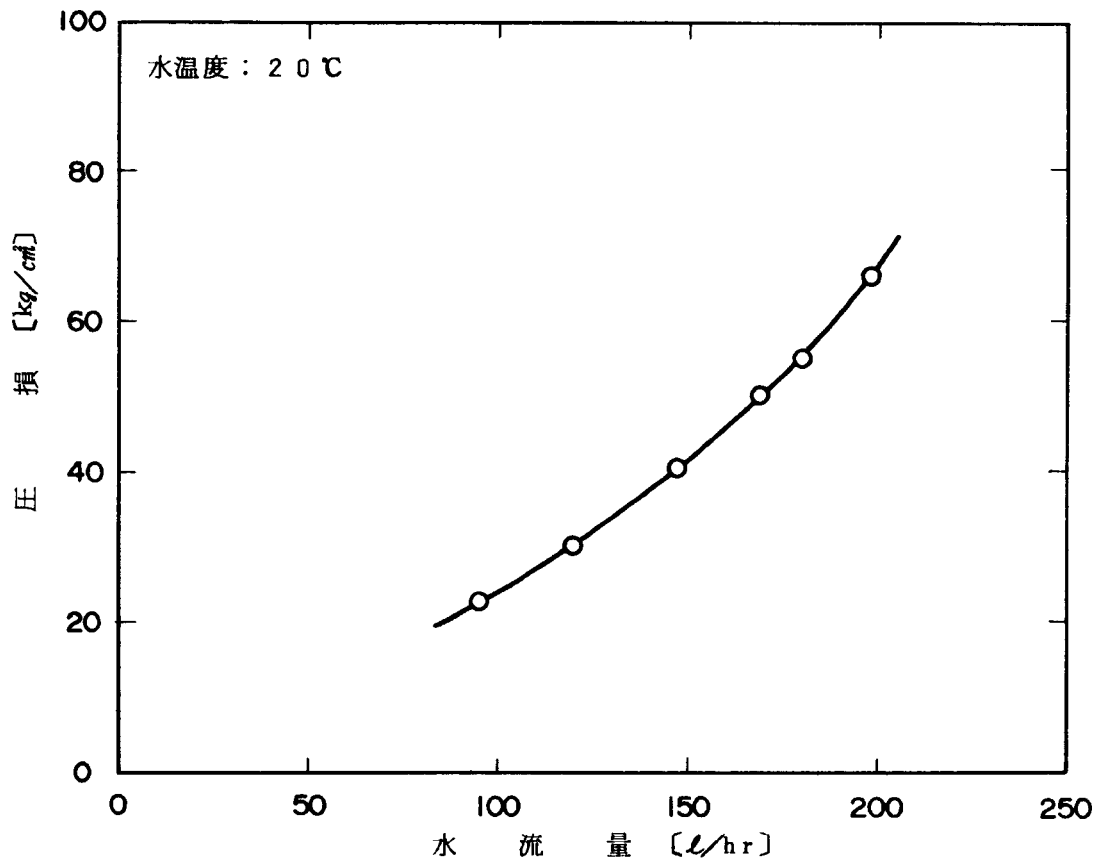
運転マニュアル（第3・2－1表）に基づき、攪拌槽内の水を圧縮ポンプで高圧ラインに圧送し系内の圧力がバランスした時点で、減圧弁設定圧に対して圧縮ポンプ出口圧力の測定を行なった。水の流量は気液分離塔の塔底より取り出し測定し、以上の操作を水の流量を変えて繰り返し行なった。

(4) 測定結果

測定結果は第3・2－1図のとおりであり、上記運転条件における管内流動状態はRe数が6,800～14,000であり遷移域及び乱流域に属するといえる。

上記結果より、1t/日プラントにおいて200ℓ/hrで水運転を行なう場合は、圧損は概略70%程度となるものと考えられる。

なお、全般試運転調整のために攪拌槽～凝縮器間の水運転も行なった。第3・2－2表に運転マニュアルを示す。



第3.2-1図 圧損 VS. 水流量（冷間運転）

第3・2-1表 水運転マニュアル（53年度設備）
（圧縮ポンプ出口～減圧弁入口の間）

運 転 手 順			注 意 事 項	備 考
1		攪拌槽への水の充填		
	①	攪拌槽上蓋のボルト，ナットをはずす	足場を確かめて	
	②	攪拌槽内へ水を入れる	攪拌羽根が隠れるまで	攪拌羽根の空転不可
	③	実験プラントのメインスイッチを入れる	濡れた手で触れないように	
2		圧縮ポンプの起動		
	①	潤滑油タンクの底部を開にする	タンク内のオイルレベルが低いときは補充する	滴下速度の調整 50～60滴／分

運 転 手 順		注 意 事 項	備 考
3	② 圧縮ポンプのスイッチを ON に入れる	必ずモーター稼働状態で実施の事	許容電流 (15 A) 以下
	③ 減速比を設定値にハンドル 修正する		
	減圧弁の調整		
4	① 1 次バルブ, 2 次バルブを 調整して設定圧にする	圧縮ポンプ圧力計 220 ㎫ 以下確認の事	配管内圧力設計圧 (250 ㎫) 以下
	水 の 排 出		
	① 気液分離塔上部のメクラ板 をゆるめる		
5	② 塔下部のバルブ直下に受器 を設置する	足場を確かめて 外に飛散しないように	塔内圧力を大気圧 所定時間中の排出量を計量 する
	③ 塔下部のバルブを開にする		
	試験項目の実施		
6	① 圧縮ポンプのスイッチを OFF に入れる	減速比ハンドルを廻転させ ないように	管内を大気圧下に
	② 2 ～ 4 を繰返す		
	ポンプの停止		
	① 減圧弁の 1 次, 2 次バルブ を全開にする		
	② 圧縮ポンプのスイッチを OFF に入れる		
	③ 圧縮ポンプの潤滑油タンク を閉にする		
	④ 実験プラントのメインスイ ッチを切る		

運 転 手 順			注 意 事 項	備 考
7.		水の排出		
	①	攪拌槽底部開閉バルブ直下に排出用受器を設置する		
	②	底部開閉バルブを開にする		

第 3 ・ 2 - 2 表 水運転マニュアル（ 5 3 年度設備 ）
（ 攪拌槽～凝縮器の間 ）

運 転 手 順		注 意 事 項	備 考
1	攪拌槽への水の充填 ① 攪拌槽上蓋のボルト，ナットをはずす ② 攪拌槽内へ水を入れる ③ 実験プラントのメインスイッチを入れる ④ 攪拌機スイッチを ON に入れる	足場を確かめて 攪拌羽根が隠れるまで 濡れた手で触れないように	攪拌羽根の空転不可
2	循環ポンプの起動 ① 切換バルブを開にする ② 循環ポンプのスイッチを ON に入れる ③ 攪拌槽内に水が流れているか確認する	足場を確かめて	
3	圧縮ポンプの起動 ① 潤滑油タンクの底部を開にする ② 圧縮ポンプのスイッチを ON に入れる ③ 減速比を設定値にハンドル修正する	タンク内のオイルレベルが低いときは補充する 必ずモーター稼働状態で実施の事	滴下速度の調整 50～60 滴／分 許容電流（15A）以下
4	減圧弁の調整 ① 1 次バルブ，2 次バルブを調整して設定圧にする	圧縮ポンプ圧力計 220% 以下確認の事	配管内圧力設計圧（250%）以下

運 転 手 順		注 意 事 項	備 考
5	水の排出 ① 分離塔下部のバルブを閉にする ② 凝縮器の出口凝縮液配管のバルブを閉にする ③ 凝縮器の出口蒸気配管のバルブを開にする		所定時間内のオーバーフロー排出量を計量する
6	試験項目の実施 ① 圧縮ポンプのスイッチをOFFに入れる ② 3～5を繰返す		
7	ポンプ類の停止 ① 減圧弁の1次，2次バルブを全開にする ② 圧縮ポンプのスイッチをOFFに入れる ③ 圧縮ポンプの潤滑油タンクを閉にする ④ 循環ポンプのスイッチをOFFに入れる ⑤ 攪拌機のスイッチをOFFに入れる ⑥ 実験プラントのメインスイッチを切る	減速比ハンドルを廻転させないように	
8	水の排出 ① 攪拌槽底部開閉バルブ直下に排出用受器を設置する ② 底部開閉バルブを開にする		管内を大気圧下に

3. 昭和54年度設備

昭和53年度に案画した1t/日実験プラントの基本フローの設計検討を行い、系内反応時間の短縮と生成物の用途別利用法の拡大を目的として、第3・3-1図に示すように抽出工程の加熱炉を1基増設し、高温高压分離塔の下部に水素を主成分とするガスを供給できるようにした。そして、昭和54年度では次年度以降の設備拡充計画をも考慮しながら、プラントの熱間運転および溶剤の循環運転が可能なように、石炭前処理スラリー製造工程および抽出工程装置の一部（微粉碎機，溶剤タンク，供給ポンプ等）の詳細設計，製作，据付を行った。昭和54年度設備の基本フローを第3・3-2図に示す。

3.1 装置設計の基本理念

昭和54年度設備の詳細設計に際し、以下の事項を前提とした。

- (1) 装置の拡充に伴い昭和54年度から屋外に設置し、昭和53年度に屋内に仮据付を行った設備も屋外に移設してフローに組込む。
- (2) 石炭スラリーの製造および供給が連続的に出来るようにする。
- (3) 加熱炉の関係機器を充実して熱間運転を可能にする。
- (4) 溶剤の循環運転を可能にする。

また、水素ガス供給設備，循環溶剤精製工程等の設置は昭和55年度以降の課題として、昭和54年度では1基の加熱炉による、抽出時間の短い溶剤処理液化実験が実施できるように設計した。

3.2 詳細設計

本年度分の据付については次の事項を考慮しながら詳細設計に当った。

- (1) 流動砂方式の加熱炉の熱風媒体として、安全を期するため不活性ガスの窒素を使用する。
- (2) 石炭スラリーの製造は湿式微粉碎で行う。
- (3) 高压機器と常圧機器の間には、鉄筋コンクリート製の防爆壁を設ける。
- (4) プラントを集中制御するため計測制御室を設け、計器は空気式を主体とする。但しモーター類の起動スイッチは屋外の現場に設置する。
- (5) 機器，配管類は屋外設置および耐熱・耐圧性を備えたものとする。

以上の詳細設計の結果を、第3・3-3図のエンジニアリングフローシート（昭和54

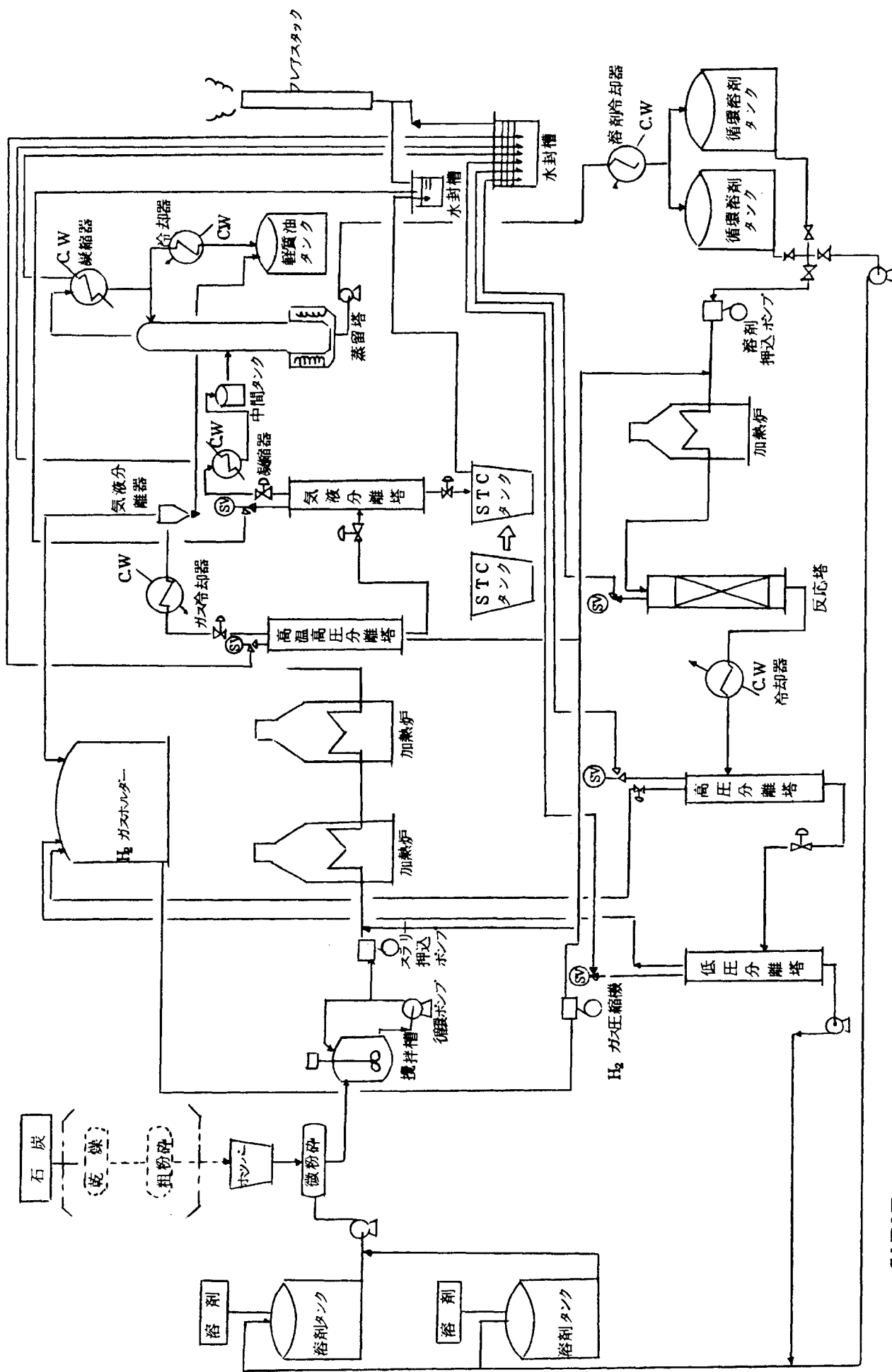
年度) に示す。

3.3 製 作

以上の詳細設計に基づいて製作を行った主要機器の仕様を、第 3・3－1 表に示す。

3.4 据 付

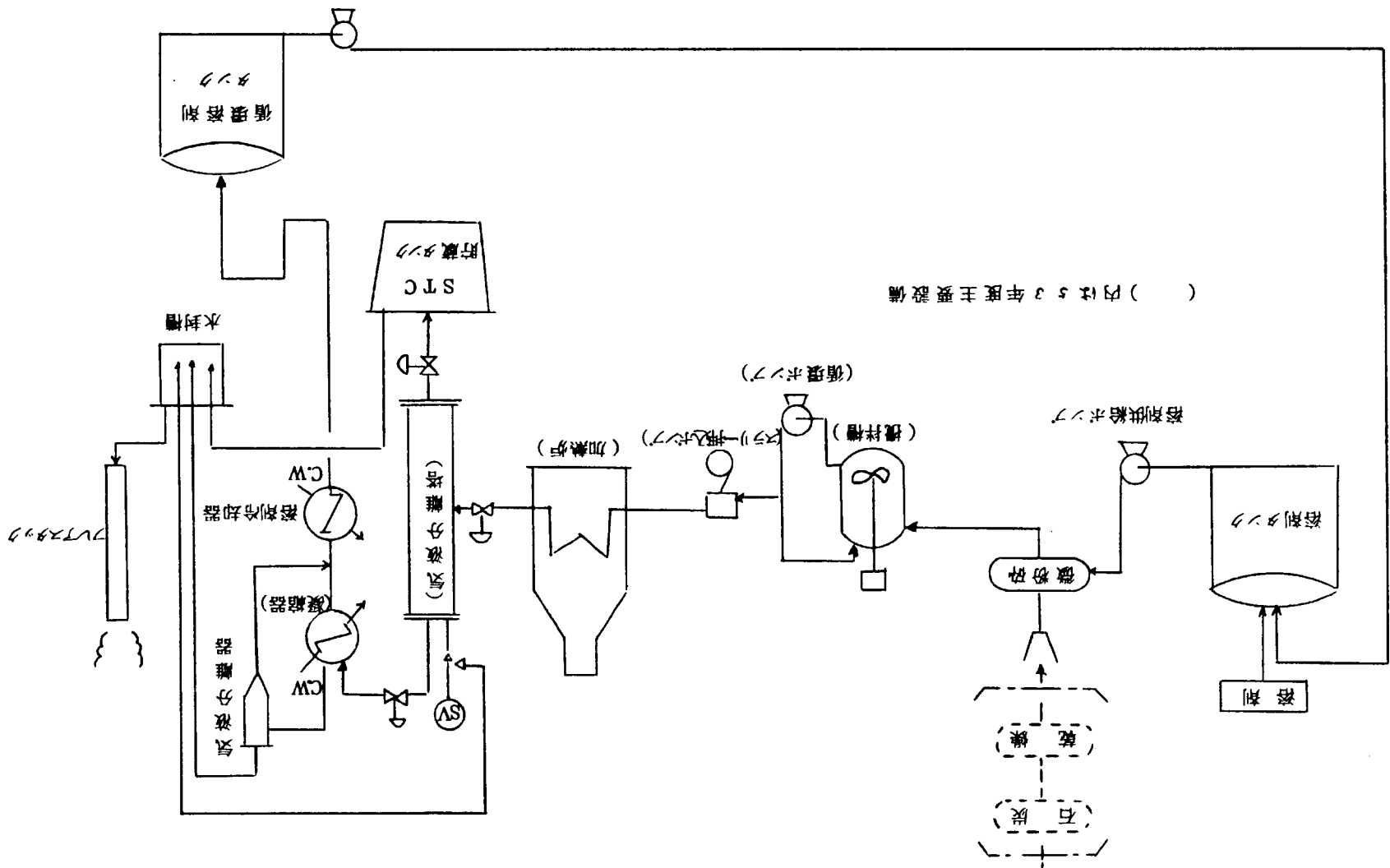
1 1 月 1 日より基礎の土工工事に入り、その後機器類の据付工事および電気・計装工事を引続き行い 1 月末に据付を完了した。第 3・3－4 図に全体配置図（昭和 5 4 年度），写真 3・3－1 に全景（昭和 5 4 年度），写真 3・3－2 に加熱炉を示す。

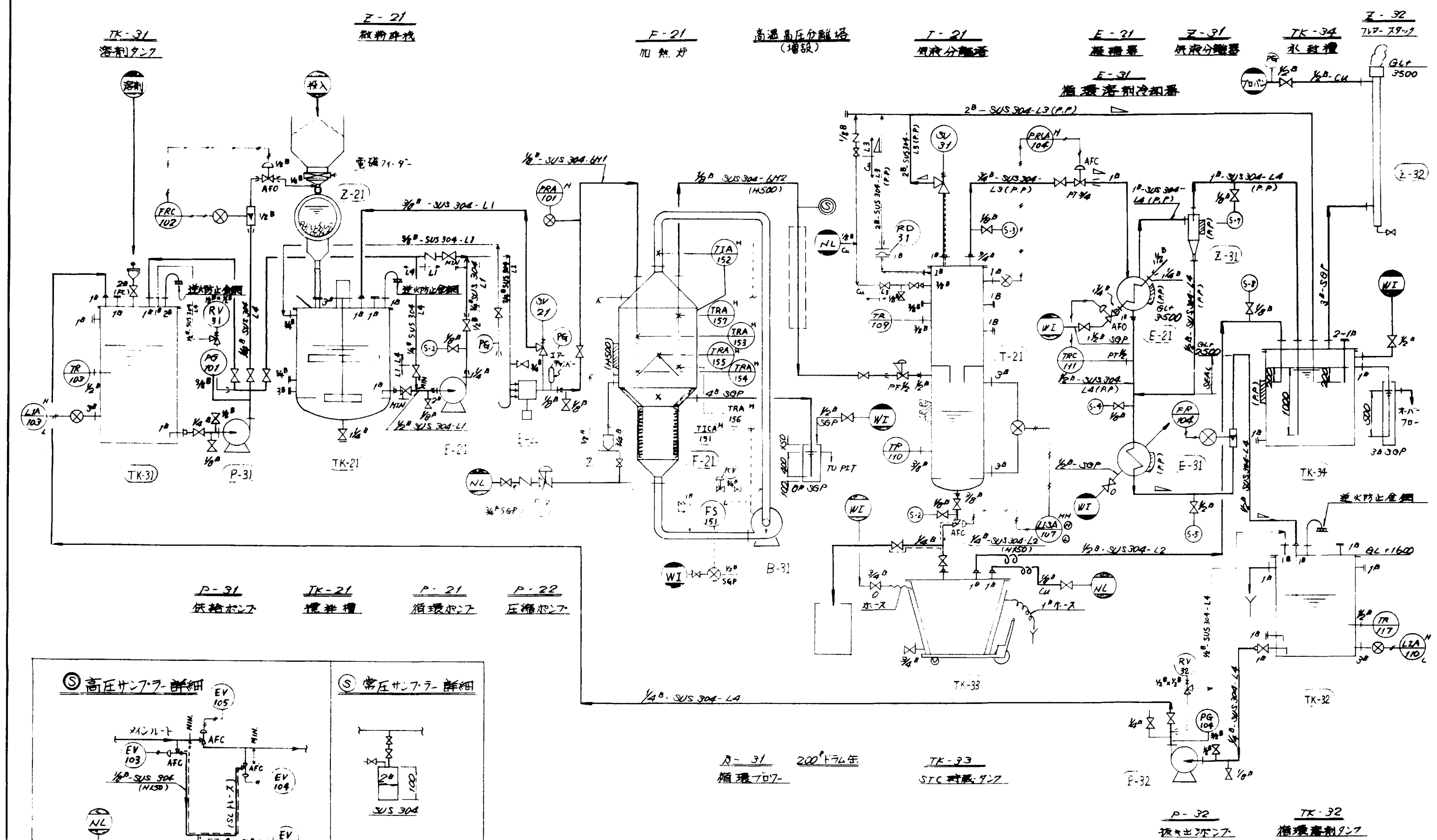


第 3.3-1 図 1 t / 日 実験 プラント 基本 フロー

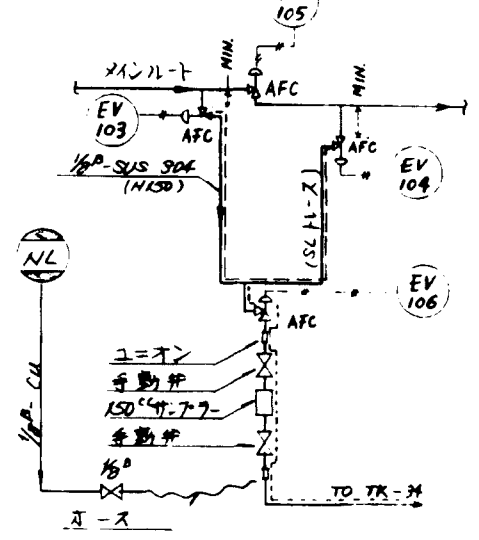
内別途処理

第 3・3-2 図 昭和 54 年度設備基本フロー

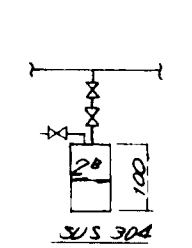




⑤ 高圧サンプラー詳細



⑥ 常圧サンプラー詳細



第 3・3-3 図 エンジニアリングフローシート (昭和 54 年度)

第 3・3-1 表 昭和 54 年度主要機器の仕様(1)

機 番	機 器 名 称	設 計 条 件		仕 様	数 量	材 質	備 考
		温 度 ℃	圧 力 kg				
Z-21	微 粉 碎 機	80	0.2	連続式振動ボールミル 2.2 kW	1	SS	借 用 機 器
TK-31	溶 剤 タ ン ク	80	0.01	930ℓ I.D. 1,000×1,250H	1	SS 41	堅 型 円 筒
P-31	供 給 ポ ン プ	80	0.2	200ℓ/hr×2.5%×0.4 kW	1	FC	フ ラ ボ ン プ
Z-31	気 液 分 離 器	200	5	3B×450H	1	SGP	堅 型 円 筒
TK-34	水 封 槽	350	1	I.D. 600×1,350H	1	SS 41	"
Z-32	フレアスタック	450	1	3.5mH 水素ガス量 Max 220Nm ³ /hr	1	CS/SUS	
E-31	循環溶剤冷却器	200	2	内管 1/2B ×2,000L×6N 外管 1 1/4B ×2,000L×6N	1	SUS 304 SGP	二 重 管 式
TK-32	循環溶剤タンク	80	0.01	930ℓ I.D. 1,000×1,250H	1	SS 41	堅 型 円 筒
P-32	抜き出しポンプ	80	0.2	200ℓ/hr×2.5%×0.4 kW	1	FC	フ ラ ボ ン プ
TK-33	STC貯蔵タンク	350	0.1	1200ℓ 上部 I.D. 1,200 下部 I.D. 1,000×1,300H	1	SS 41	特殊堅型円筒
Z-36	高圧サンプラー	450	250	内 容 積 150cc	1	SUS 316	
B-31	加熱炉循環ブロワ	550	0.2	750 Nm ³ /hr×450mmAq×15 kW	1	SUS304 SUS, 316L	
—	空 調 設 備	—	—	外 形 寸 法 950W×510D×1,870H 冷 房 能 力 14,000Kcal/hr (JIS) 送 風 機 0.13 kW 圧 縮 機 3.75 kW 電 気 ヒ ー タ ー 7.5 kW×2 段 蒸 発 皿 加 湿 器 2 kW	1	—	パ ッ ケ ー ジ 型

第 3 ・ 3 - 1 表 昭和 5 4 年度主要機器の仕様(2)

機 番	機 器 名 称	設 計 条 件		仕 様	数 量	材 質	備 考
		温 度 ℃	圧 力 $\frac{1}{2}$ G				
—	空調設備冷却塔	—	—	冷却トン 5 トン 送 風 機 0.05 kW	1	—	
—	計 器 盤	—	—	自立直立開放形 外 形 寸 法 1,200W×800D×2,350H	1	—	—
—	計 測 制 御 室	—	—	寸 法 有効巾 9,000×5,400×高 2,700 土 間 コンクリート	1	—	平 屋 建 て
—	電 源 分 電 盤	—	—	壁 掛 形 外 形 寸 法 700W×200D×1,000H	1	—	—
—	№1 動力制御盤	—	—	自立直立閉鎖形 外 形 寸 法 1,000W×700D×2,350H	1	—	—
—	加熱炉制御盤	—	—	自立直立閉鎖形 外 形 寸 法 1,500W×700D×2,000H	1	—	—

4. 昭和54年度設備の試運転

1 t/日 実験プラントにおいて溶剤を用いた試運転を行ない、配管内の流動圧損の測定を行うと同時に、加熱炉における管内溶剤の昇温性の調査を行なった。また石炭前処理スラリー製造工程装置である微粉碎機の試運転を行ない、石炭油中粉碎能の調査を行なった。

4.1 配管内流動圧損の調査

(1) 測定範囲

圧縮ポンプ出口～減圧弁入口間

(2) 運転条件

溶 剤 : 吸収油／テトラリン = 3／1 wt／wt

温 度 : 常 温 200℃, 440℃

圧 力 : 減圧弁設定圧 = 50%

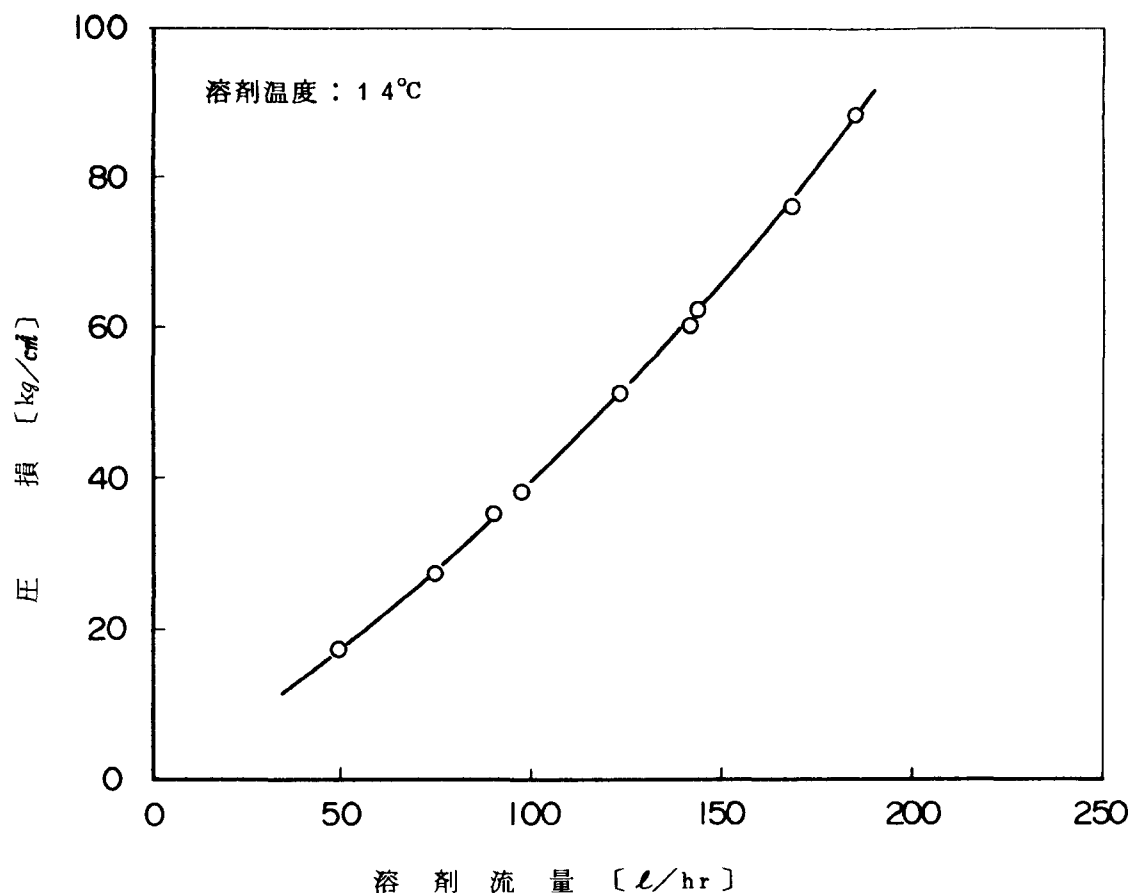
流 量 : 50～190 ℓ／hr

(3) 運転方法

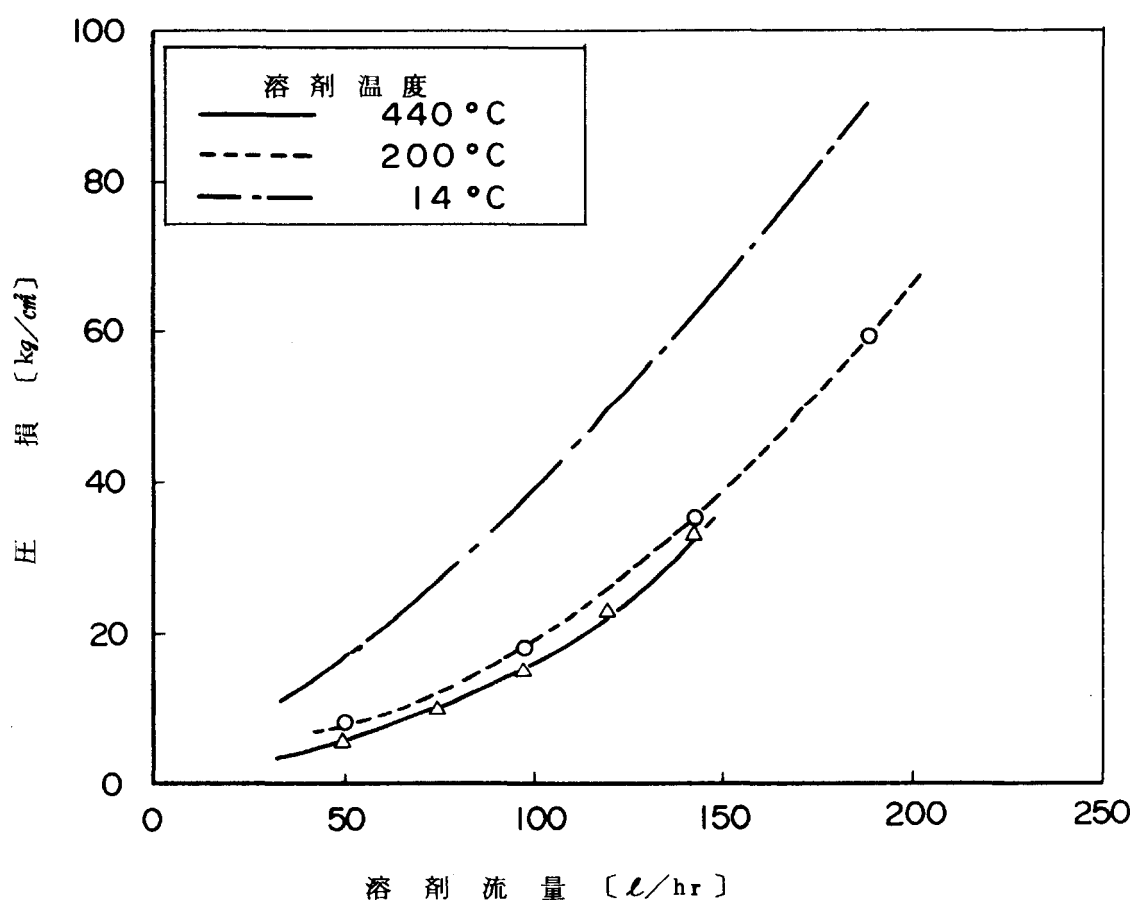
運転マニュアル(第3・4-1表)に基づき運転を行ない、溶剤温度が加熱炉内100 m地点で設定温度に安定し系内の圧力がバランスした時点で、減圧弁設定圧に対して圧縮ポンプ出口圧力を測定した。溶剤流量は、冷間運転時には気液分離塔の塔底より取り出し測定を行ない、熱間運転時には攪拌槽の液面低下速度を測定(攪拌機停止)することにより求めた。

(4) 測定結果

測定結果は第3・4-1図及び第3・4-2図のとおりである。上記運転条件における管内流動状態は、冷間運転時はRe数が740～2,700の範囲であり層流域及び遷移域に属し、熱間運転時はRe数が10,000～30,000の範囲であり、乱流域に属する。溶剤流量が200 ℓ／hrの場合の管内流動圧損は、冷間運転時は第3・4-1図より100%となり、熱間運転時は第3・4-2図より65%になるものと考えられる。従って、圧縮ポンプ及び加熱炉における最大仕様圧力からみて減圧弁設定圧が150%までの実験が可能である。



第 3.4 - 1 図 圧損 VS. 溶剤流量 (冷間運転)



第 3.4 - 2 図 圧損 VS. 溶剤流量 (熱間運転)

○：計器室に有り
S-1~6：常圧サンプラー

- 77 -

運 転 手 順	操 作	
	現 場	計 器 室
⑬ 工事用電源 ELB		○ (点 灯)
(2) 計装電源分電盤		
1) 計装用 100V 電源 ON	6号棟電気室	
2) 電源回路スイッチ ON		
① 100V 主開閉器用 NFB		○
② 計器盤 No.1 計装電源 NFB		○
③ 加熱炉盤制御電源用 NFB		○ (加熱炉盤 AC 100V 点灯)
④ フレアスタック (Z-32) 制御電源用 NFB		○
⑤ 計器室 コンセント用 ELB		○
(3) 照明電源分電盤		
1) 照明用 200V 電源 ON		○ No.1 動力制御盤より
2) 電源回路スイッチ ON		
① 200V 主開閉器用 NFB (常時 ON で可)		○
② 計器室天井灯 NFB		○
③ 計器室盤裏灯 NFB		○
(4) 加熱炉制御盤		
1) 電源回路スイッチ ON		
① No.1 ヒーター用 NFB		○
② No.2 ヒーター用 NFB		○
③ No.3 ヒーター用 NFB		○
④ No.4 ヒーター用 NFB		○
⑤ No.5 ヒーター用 NFB		○
⑥ No.6 ヒーター用 NFB		○
⑦ ベースヒーター用 NFB		○
⑧ 循環ブローア (B-31) 用 NFB		○
2) 計器電源 ON		○
3) ANN (警報) 電源 ON		○
(5) 警報ランプ点灯チェック		
1) 加熱炉制御盤		○ (全警報ランプ点灯)
2) 計 器 盤		○ (")

運 転 手 順	操 作	
	現 場	計 器 室
(6) 記録計・指示計 ON		
1) 加熱炉制御盤		
① TRA (炉内溶剤温度記録計)		○
② TICA-151 (循環ガス入口温度示指計)		○
2) 計 器 盤		
① R-1 (流量記録計)		○
② R-2 (圧力記録計)		○
③ TR-1 (温度記録計)		○
(7) 盤面切替ボタン確認		
1) 加熱炉制御盤		
① №1～№6ヒーター-AUT		○
② TICA-151 PID		○
2) 計 器 盤		
① FRC-102 AUT (微粉 碎機入口溶剤流量記録計)		○
② PRCA-104 AUT (気液分離圧力記録計)		○
③ TRC-111 AUT (凝 縮器出口溶剤温度記録計)		○
④ EV-103 閉 (高圧サンプラー部電磁弁)		○
⑤ EV-104 閉		○
⑥ EV-105 開		○
⑦ EV-106 閉		○
(8) 制御・警報設定値確認		
5. 工水使用可能状態に	現場工水元バルブ	
6. スチーム使用可能状態に	現場スチーム元バルブ	
7. 系内チェック		
(1) 槽 内 保 有 量		
1) 溶剤タンク (TK-31)		LIA-103
2) 循環溶剤タンク (TK-32)		LIA-110
3) 水封槽 (TK-34)		

運 転 手 順	操 作	
	現 場	計 器 室
4) 加熱炉水封槽 5) S T C タンク (TK-33) 6) 攪拌槽 (TK-21) 7) 気液分離塔 (T-21) (2) 高 圧 系 (圧縮ポンプ～減圧弁間) 1) 通 気 性 (N ₂ ボンベガス使用) ① 圧縮ポンプ～EV-105～ 減圧弁間 ② 圧縮ポンプ～EV-103～ EV-104～減圧弁間 ③ 圧縮ポンプ～高圧サンプラ ー～水封槽間 2) 気 密 性 (N ₂ ボンベガス使用) ① 圧縮ポンプ～高圧サンプラ ー～減圧弁間 (3) 低気圧 (気液分離塔廻り) 1) 通気性 (低圧 N ₂ ガス使用) ① 分離塔～凝縮器～冷却器～ 循環溶剤タンク間 ② S-3, S-4, S-5 ③ 分離塔～凝縮器～分離器～ 水封槽間 ④ S-7 ⑤ 水封槽～フレアスタック間 ⑥ 非常用配管 ⑦ 分離塔～STCタンク及び ドラム缶間 ⑧ S-2 ⑨ STCタンク～水封槽間 ⑩ S-6 2) 気密性 (低圧 N ₂ ガス使用) ① 気液分離塔 8. 常圧サンプラーの取付け	1. 減圧弁開 1. " 1. 高圧 サンプラー入口出口弁開 1. 減圧弁, 高圧サンプラー出口弁 閉 1. PRCA-104 弁入口弁開 (気液分離塔圧力調節弁) 2. S-3, S-4, S-5 個別に開 2. S-7 開 2. 水封槽オーバーフロー監視 2. S-2 開 S-6 開 2. 減圧弁の入口弁閉 S-2, S-3 閉 S-1～S-7	2. EV-105 開 2. EV-103, EV-104 開 2. EV-103, EV-106 開 PRA-101 監視 (加熱炉入口溶剤 圧力記録計) 2. EV-103, EV-104 EV-105, EV-106 開 (1 時間) 2. PRCA-104 弁 MAN 開 1. " " 1. " 1. " LISA-107 弁開 (気液分離塔液面 ON-OFF 弁) 1. " 1. PRCA-104 弁閉 LISA-107 弁閉

運 転 手 順	操 作	
	現 場	計 器 室
<Ⅱ 起 動> 1. 準 備 (1) ポンプ類サクシヨン配管の液封 1) 供 給 ポ ン プ (P-31) 2) 循 環 ポ ン プ (P-21) 3) 圧 縮 ポ ン プ (P-22) 4) 抜き出しポンプ (P-32) (2) 冷却水・水封水 ON 1) 循 環 ブ ロ ア (B-31) 2) 凝 縮 器 (E-21) 3) 循環溶剤冷却器 (E-31) 4) STC タンク (TK-33) 5) 水 封 槽 (TK-34) (3) スチーム ON 1) 高圧サンプラー～水封槽間 2) 気液分離塔～STCタンク間 (4) N₂ ガスパージ (低圧N₂ ガス使用) 1) 高 圧 系 ① 圧縮ポンプ出口～減圧弁間 ② 圧縮ポンプ出口～高圧サンプラー～水封槽間 2) 低 圧 系 ① 非常用配管 ② STCタンク～水封槽間 ③ 気液分離塔～STCタンク間 ④ 気液分離塔圧張り 3) 加 熱 炉 ① 入口N₂ ガス ON	FS-151 入口弁開 (5~10 L/min) (冷却水流量スイッチ) TRC-111 弁入口弁開 (凝縮器出口溶剤温度調節弁) 入口弁にて適正流量設定 〃 〃 1. 減圧弁開 4. 減圧弁閉 1. 高圧サンプラー入口・出口弁開 2. S-2, S-3 開 (5分) 3. S-2, S-3 閉 (5分) 減圧弁 (0.2%) 入口弁開	2. EV-103, EV-104, EV-105 開 (5分) 3. EV-105 閉 (5分) 2. EV-106 開, EV-104 閉 (5分) 3. EV-106 閉 (5分) 1. LISA-107 弁開, PRCA-104 弁 MAN 閉 4. LISA-107 弁閉 PRCA-104 弁, AUT 圧設定

運 転 手 順	操 作	
	現 場	計 器 室
② 電気ヒーター端子箱	1. 入口・出口弁（４ヶ）開 2. 4分後出口弁（２ヶ）閉	(内圧低下警報ランプ→消灯)
③ ダンパー出口～電気ヒーター～水封槽間	1. FV-24（ドレン抜き）開後閉 2. ダンパー閉 3. FV-22（N ₂ 入）を1 1/4開 4. 15分後水封タンク用工業弁開（自動停止）	
④ 流動層～ダクト～ダンパー入口間	1. FV-22にてフロア入口マノメータを200mmHgに調整 2. フロア ON（ダンパー閉） 3. FV-23（N ₂ 出）開後FV-22にて50～100mmHgに調整 4. 25分後，FV-23，FV-22閉 5. FV-31（内圧調整弁）開 6. ダンパーを15°にセット（慎重に）	(加熱炉制御盤点灯)
(5) フレアースタック点火	1. プロパンボンベ弁開 2. 空気吸込部開度調整 3. パイロットバーナー点火	
(6) 減圧弁保圧設定（N ₂ ボンベガス使用）	1. 減圧入口弁閉 2. 減圧出口弁よりN ₂ 封入	
2. 起 動		
(1) ポンプ類の起動		
1) 循環ポンプ（P-21）ON	1. P-21 入口・出口・戻し弁開 2. P-21 スイッチ ON 3. 戻し弁により圧力調整	(No.1 動力制御盤点灯)
2) 圧縮ポンプ（P-22）ON	1. P-22 出口・保圧弁入口・TK-21 塔底・ドラム缶入口・高圧サンプラー入口出口弁開 3. P-22 潤滑油滴下 4. P-22 スイッチ ON 5. ギヤ比設定 6. P-21 戻し弁により入口圧力調整	2. EV-105 開 (No.1 動力制御盤点灯)

運 転 手 順	操 作	
	現 場	計 器 室
(2) 加熱炉ヒーターON		1. ヒーター電源 ON
		2. ベースヒーター ON
		3. №1～6 ヒーター ON
(3) ドラム缶からSTCタンク(TK33)への溶剤受けの切替え	2. LISA-107弁閉を確認	1. TR-1(計器盤温度記録計)のTR-110(気液分離塔溶剤温度)確認(100℃)
	3. TK-33溶剤入口弁開, ドラム缶入口弁閉	
<Ⅲ 停 止>		
1. 加熱炉関係		
(1) 炉ヒーターOFF		1. ベースヒーターOFF
		2. №1～6 ヒーターOFF
		3. ヒーター電源 OFF
(2) 炉内高温ガスのパージ(低圧N ₂ ガス使用)	1. ダンパー閉	
	2. FV-31閉	
	3. FV-22, FV-23 開	
2. 溶剤の供給停止		
(1) 炉内温度の確認		TICA-151の確認(200℃)
(2) 圧縮ポンプ(P-22)OFF	1. P-22 スイッチOFF	
	2. 潤滑油滴下停止	
	3. P-22 出口弁閉	
(3) 循環ポンプ(P-21)OFF	1. P-21 スイッチOFF	
	2. P-21 入口弁開	
3. 系内溶剤抜き及びN ₂ ガスパージ		
(1) 高圧系(N ₂ ボンベガス使用)		
1) 圧縮ポンプ出口～減圧弁間	1. 減圧弁開(0%G)	2. EV-103, EV-104, EV-105 開(15分)
	4. 減圧弁閉(5%G)	3. EV-105 閉(15分)
2) 圧縮ポンプ出口～高圧サンプラー～水封槽間	1. 高圧サンプラー入口出口弁開	2. EV-106開, EV-104閉(5分)
	4. 減圧弁入口弁閉	3. EV-106閉, EV-105開
(2) 低圧系(低圧N ₂ ガス使用)		
1) 気液分離塔回り	2. 液が抜けガスが出始めることを確認	1. LISA-107 弁開
		3. LISA-107 弁閉

運 転 手 順	操 作	
	現 場	計 器 室
2) 非常用配管 N ₂ ガス供給停止		
4. フレアスタック (Z-32) 停止	1. スイッチ OFF 2. ボンベ元弁 OFF	
5. ブロアー (B-21) 停止	1. FV-22, FV-23, N ₂ 入口弁閉 2. ブロアースイッチ OFF	
6. ドレン排出		
(1) 配 管		
1) 攪拌槽～循環ポンプ (P-21) 間	ドレン弁開後閉	
2) 循環ポンプ～圧縮ポンプ (P-22) 間	ドレン弁開後閉	
3) 溶剤タンク～攪拌槽間	ドレン弁開後閉	
4) 加熱炉ダクト	FV-24 開後閉	
5) 水封槽～フレアスタック間	ドレン弁開後閉	
(2) ポ ン プ		
1) 供給ポンプ (P-31)	ドレン弁開後閉	
2) 循環ポンプ (P-21)	ドレン弁開後閉	
3) 圧縮ポンプ (P-22)	ドレン弁開後閉	
7. スチームの停止	1. 高圧サンプラー入口弁 気液分離塔入口弁閉 2. 元バルブ閉	
8. 低圧 N ₂ ガスの停止	1. 元バルブ閉 2. 液体窒素集合装置停止	
9. 電気系統 OFF	I - 4 - (1)～(6)を参照	
10. 計装用空気の停止	1. 元バルブ閉 2. 5号実験棟内コンプレッサー・除湿器停止	
< IV 異常時の緊急措置 >		
1. 緊 急 停 止		
(1) 加熱装置の停止		加熱装置停止ボタン ON

運 転 手 順	操 作	
	現 場	計 器 室
(2) 回転機器の停止 (3) 系内の圧抜き 1) 高 圧 系 2) 低 圧 系 (4) N ₂ ポンペガスにてコイル内液抜き 2. 非 常 停 止	2.減圧弁開	各ブレーカーOFF EV-103, EV-104, EV-106開 PRCA-104弁MAN.開 1. EV-106閉 非常停止ボタンON

4.2 加熱炉における管内溶剤の昇温性

(1) 測定場所

加熱炉入口より0 m, 4 m, 20 m, 100 m地点における管内溶剤温度。

(2) 運転条件

溶 剤 : 吸収油／テトラリン = 3／1 wt／wt

温 度 : 加熱炉内100 m地点溶剤温度 = 200℃, 325℃, 440℃

圧 力 : 減圧弁設定圧 = 50%

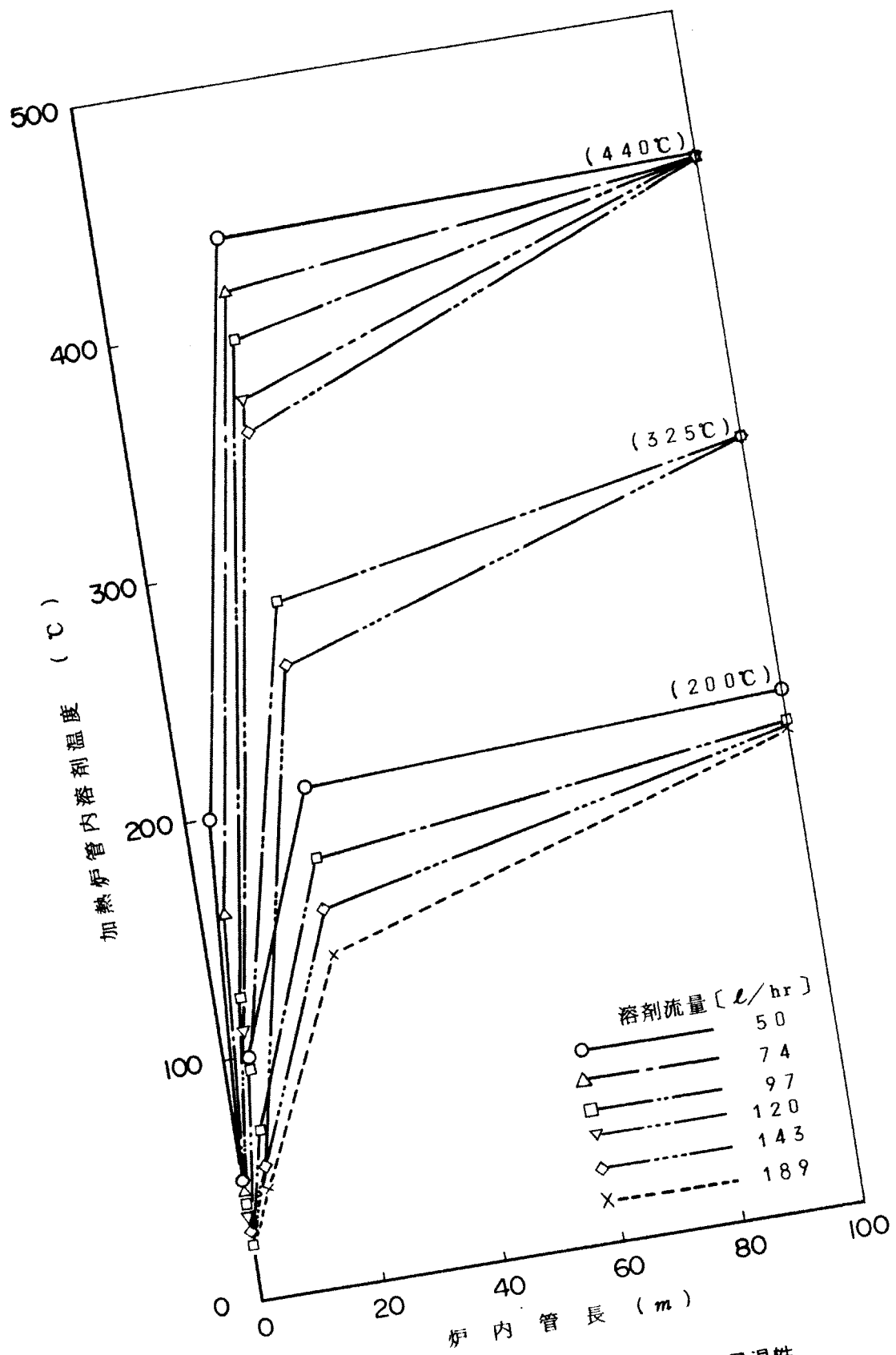
流 量 : 50～190 ℓ／hr

(3) 運転方法

運転マニュアル(第3・4-1表)に基づき運転を行ない、溶剤温度が加熱炉内100 m地点で設定温度に達し安定し、他の測定地点の溶剤温度も安定した時点で温度を測定した。溶剤流量は、攪拌槽の液面低下速度を実測(攪拌機停止)することにより求めた。

(4) 測定結果

測定結果は第3・4-3図のとおりである。この結果によれば、溶剤流量が100 ℓ／hr 以下の範囲では管内溶剤温度は加熱炉内20 m地点ですでに目標温度の9割近くの昇温を達成している。また溶剤流量が100～190 ℓ／hr の範囲の場合も、管内溶剤温度は加熱炉内100 m地点で目標温度の達成が可能であることを示している。



第3.4-3図 加熱炉における管内溶剤の昇温性

4.3 微粉碎機の油中粉碎性能調査

(1) 運 転 条 件

使 用 石 炭 ： 粗粉碎乾燥太平洋炭（3 mm 以下100%）

石炭溶剤比 ： 石炭／溶剤 = 1／1.9～1／4.0

スラリー生成量 ： 73～263kg/hr

(2) 運 転 方 法

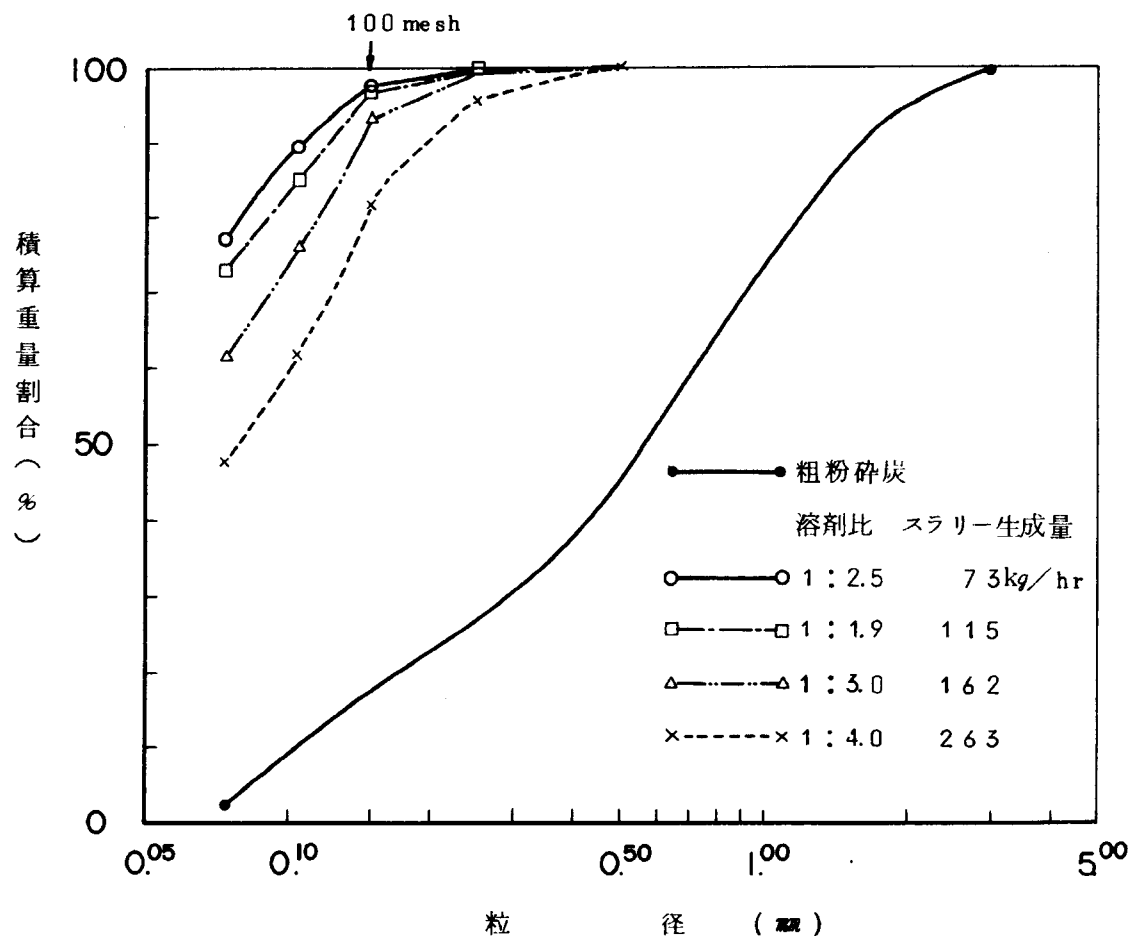
粗粉碎炭及び溶剤を、石炭溶剤比及びスラリー生成量が設定値となるよう供給し、振動ボールミルにより連続油中粉碎を行なった。

生成したスラリーは、重量を測定しスラリー生成量を求め、また石炭溶剤比は、生成したスラリーを溶剤分別及び遠心分離し固形分を乾燥後重量を測定した。

(3) 測 定 結 果

測定結果は第3・4-4図のとおりである。図中のふるい下曲線より、油中粉碎前の粗粉碎炭は100メッシュ以下が17wt% であるが、微粉碎後は100メッシュ以下が84wt%（溶剤比1：4.0，スラリー生成量263kg/hr）から97wt%（溶剤比1：2.5，スラリー生成量73kg/hr）の範囲となっている。また石炭粒径の中位値は、油中粉碎前の0.56mm に対し、微粉碎後は0.08mm 以下となっている。

微粉碎結果は、粉碎性がスラリー生成量すなわち微粉碎機でのスラリーの滞留時間に大きく影響されることを示している。



第 3.4 - 4 図 油中粉碎後の粒度分布 (太平洋炭)

5. 原料分析結果

1 t/日 実験プラントの供試炭の1つとして考えられている豪州産ワンドワン炭及び太平洋炭について基礎性状試験を行なった。又、使用溶剤の1つとして吸収油（コールタール中の230～300℃留分）を予定しているので、これについての基礎性状試験も行なった。試験項目を、第3・5-1表に整理して示す。

5.1 石炭及び石炭 Ash の分析

分析結果は、第3・5-2表のとおりである。

なお、工業分析はJIS M8812 に基づく恒温サンプルにて行なった。

Ash の形態分析はJIS M8812 に基づき生成したAshについて、JIS M8815、重量分析法、吸光度分析法に基づき測定を行なった。結果は石炭ドライベースにて表示した。

元素分析は柳本CHNコード法、JIS M8813 に基づき測定を行ない、純炭ベースにて表示した。酸素は計算により求めた値である。

5.2 溶 剤 の 分 析

冷間及び熱間での吸収油の性状を把握するため、下記に示す試料について元素分析、平均分子量及びNMRの測定を行ない、構造解析を行なった。またエングレー蒸留による初留点、乾点及び留出量の測定を行ない性状の変化を調査した。

吸収油 Original：熱収理を行っていない吸収油

吸収油 300℃×1 hr：内容積500 cc の電磁誘導攪拌式オートクレーブに吸収油を装入し、N₂ ガス初圧50%に設定し、7℃/min の昇温速度で300℃まで昇温し、300℃で1時間恒温後、1時間で降温させた吸収油。

吸収油 450℃×1 hr：上記と同様操作で450℃まで昇温し、1時間恒温後、1時間半で降温させた吸収油。

(1) 吸収油の構造解析

分析結果は、第3・5-3表のとおりである。

なお、元素分析は柳本CHNコード法、JIS M8813 に基づき測定を行なった。

NMRは重クロロホルムを溶剤として使用した。

平均分子量は、蒸気圧平衡法に基づき、ベンゼンを溶剤として使用した。

上記結果より、Broun Ladner 法にて構造解析を行なった。

(2) 吸収油のエンブラー蒸留

蒸留結果は第 3・5-1 図のとおりである。

吸収油の処理温度が高い程、蒸留試験での乾点温度の上昇 ($299 \rightarrow 310^{\circ}\text{C}$)、ピッチ状物の増加 ($5 \rightarrow 16\%$) の傾向が見られ、重合化が進んだものと考えられる。

第 3・5－1 表 石炭および溶剤の基礎性状調査項目

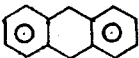
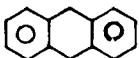
分析項目 試料名	工業分析			元素分析		石炭 Ash の形態分析							エ ン グ ラ ー 蒸 留	平 均 分 子 量	NMR (積分を 含む)
	水 分	灰 分	揮 発 分	C,H,N	S	MgO	CaO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Total Fe	Total S	Total Cl			
ワンドアン炭	○	○	○	○	○										
太 平 洋 炭	○	○	○	○	○										
ワンドアン炭 Ash						○	○	○	○	○	○	○			
太 平 洋 炭 Ash						○	○	○	○	○	○	○			
吸 収 油 Original				○	○								○	○	○
吸 収 油 300g×1Hr				○	○								○	○	○
吸 収 油 450℃×1Hr				○	○								○	○	○

○…分析を行なった項目

第 3・5-2 表 石炭及び石炭 Ash の分析結果

試 料		ワンドアン炭	太 平 洋 炭	ワンドアン Ash	太 平 洋 Ash	測 定 方 法
工 業 分 析	水 分 (%, 恒湿ベース)	9.4	5.4	—	—	J I S M 8 8 1 2
	灰 分 (")	1 0.1	1 1.5	—	—	"
	揮 発 分 (")	4 1.7	4 5.3	—	—	"
	固定炭素 (")	3 8.8	3 7.8	—	—	"
A s h の 形 態 分 析	MgO (%, ドライベース)	0.2 7 6	1.2 7 9	2.4 7	1 0.5 5	J I S M 8 8 1 5
	CaO (")	0.6 2 9	0.0 4 1	5.6 2	0.3 4	"
	SiO ₂ (")	5.6 3 9	5.4 1 1	5 0.4 2	4 4.6 2	"
	Al ₂ O ₃ (")	3.6 4 2	3.3 8 6	3 2.5 6	2 7.9 2	重 量 分 析 法
	T-Fe (")	0.1 7 8	0.5 3 2	1.5 9	4.3 9	吸 光 光 度 法 Q-フェナントロリン法
	T-Cl (")	0.0 0 2	0.0 0 7	0.0 2	0.0 6	吸 光 光 度 法 チオシアン酸第 2 水銀法
	T-S (")	0.1 1 0	0.1 6 7	0.9 8	1.3 8	重 量 分 析 法
元 素 分 析	C (%, ドライ, アッシュフリー)	7 7.0 8	7 6.8 8	—	—	柳 本 C.H.N コーダ法
	H (")	5.0 4	5.8 9	—	—	"
	N (")	1.1 2	1.4 4	—	—	"
	O (")	1 6.6 1	1 5.5 4	—	—	
	S (")	0.1 5	0.2 5	—	—	J I S M 8 8 1 3

第 3・5-3 表 吸収油の構造解析 (Brown Ladner 法)

項目		サンプル		Original		300°C×1 Hr		450°C×1 Hr	
元素分析 (%)	C	90.4		90.2		90.0		90.0	
	H	6.3		6.5		6.1		6.1	
	N	1.9		1.1		1.3		1.3	
	O	0.9		1.6		2.1		2.1	
	S	0.5		0.6		0.5		0.5	
H/C		0.836		0.865		0.813		0.813	
平均分子量		180		190		210		210	
H N M R 分 析 値	Ha	114.8	0.701	138.0	0.725	144.3	0.719		
	Hα ₃	4.8	0.029	3.9	0.020	6.5	0.032		
	Hα ₂	9.0	0.055	11.5	0.060	6.8	0.034		
	Hα ₁	30.5	0.187	32.5	0.171	36.2	0.180		
	Hβ	3.8	0.023	4.5	0.024	6.2	0.031		
	Hγ	0.8	0.005	0	0	0.8	0.004		
構 造 指 数	fa	0.876		0.882		0.887			
	a	0.171		0.163		0.168			
	Hau/Ca	0.802		0.843		0.787			
	R	3.0		2.9		3.4			
	Ra (Kata)	2.0		1.7		2.1			
	Ra (Peri)	2.0		1.7		2.1			
	Rn (Kata)	1.0		1.2		1.3			
	Rn (Peri)	1.0		1.7		2.3			
形 態 別 C 数	CH ₃	0.0		0.0		0.0			
	CH ₂	0.1		0.1		0.2			
	CH	0.0		0.0		0.0			
	Ca	12.0		12.7		14.1			
	Cα	1.5		1.5		1.6			
平均構造式								混合物	

備 考 第 3 ・ 5 - 3 表の使用記号

a : 置換指数 (= 置換基の数 / 芳香族置換可能炭素数)

f_a : 芳香族性指数 (= 芳香族炭素数 / 全炭素数)

H_a : 芳香族水素

H_{α_1} : 脂肪族水素 (芳香族側鎖の α 位のメチル基, メチレン基, 一部の β 位メチレン基水素)

H_{α_2} : 脂肪族水素 (アセナフテン, インデン型メチレン基, 立体障害の大きい α 位メチル基, メチレン基水素)

H_{α_3} : 脂肪族水素 (芳香族環に結合するメチル基以外の側鎖の α 位メチレン基水素)

H_{β} : 脂肪族のメチレン基, メチン基, 芳香族側鎖の β 位以上のメチレン基, B メチル基, ナフテン系のメチレン基水素

H_r : 脂肪族のメチル基, 芳香族側鎖の r 位以上のメチル基水素

H_{au}/C_a : 芳香族換置縮合度 (= 置換がないと仮定した時の芳香核水素数 / 芳香核炭素数)

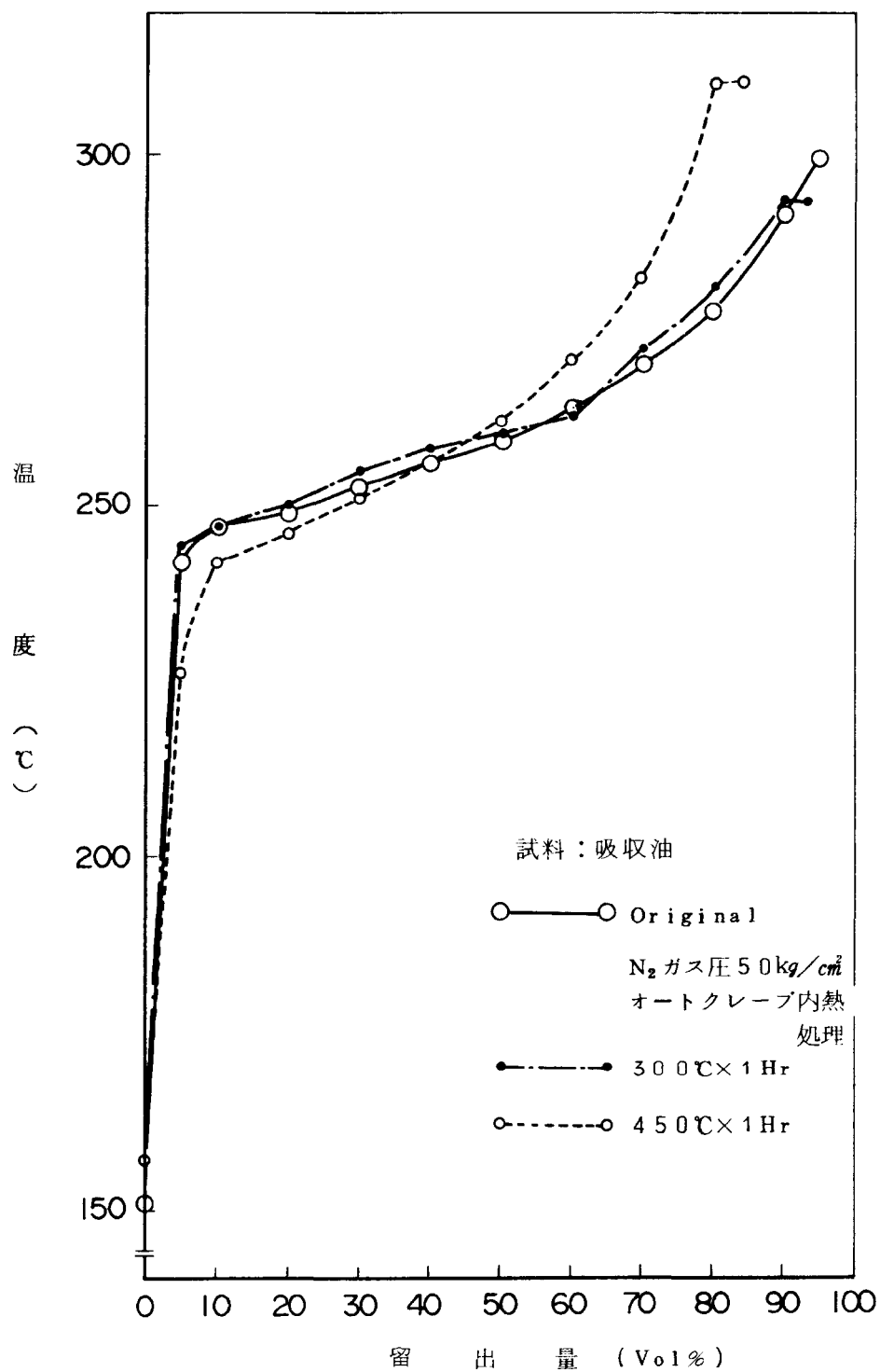
R : 全縮合環数

$R_a(Kata)$: Kata 型芳香族縮合環数

$R_a(Peri)$: Peri 型 "

$R_n(Kata)$: Kata 型ナフテン環数

$R_n(Peri)$: Peri 型 "



第 3.5 - 1 図 蒸 留 曲 線

6. 今後の課題

- (1) 昭和53年度，昭和54年度に製作，据付を行った石炭前処理スラリー製造工程装置の一部および抽出工程装置の一部を用いて、石炭スラリーによる冷間・熱間試運転を行い、各機器の問題点の摘出と対策の検討を行う。
- (2) 上記試運転終了後、とりあえず1 t/日 実験プラントの設備が完成するまでの間、石炭スラリーの熱間運転により、抽出工程の1基の加熱炉のみによる短時間の溶剤抽出液化実験を行う。
- (3) 1 t/日 実験プラントの設備を完成させるべく、昭和54年度に引続き石炭前処理スラリー製造工程装置の一部および抽出工程装置の一部の詳細設計，製作，据付を行うとともに、水素ガス供給設備および循環溶剤精製工程装置等の詳細設計，製作，据付を行う。

IV 結 論

IV 結 論

昭和53年度に設置仮据付を行った抽出工程装置（攪拌槽，加熱炉，圧縮ポンプ，循環ポンプ等）の水運転を行い、配管部分の水流量と圧損の関係を確認した。

また昭和53年度に案画したプラントの基本フローの設計検討を行い、石炭前処理スラリー製造工程および抽出工程装置の一部（微粉碎機，溶剤タンク，供給ポンプ等）の詳細設計，製作，据付を完了し、作動確認のために調整試運転を実施した。

溶剤による冷間・熱間連続試運転は順調に経過し、設備仕様通りの性能が確認できた。

昭和55年度は、昭和54年度設備による石炭スラリーの冷間・熱間試運転を行い、各機器の問題点の摘出と対策の検討を行うとともに、抽出工程の1基の加熱炉のみによる短時間の溶剤抽出液化実験を行う。さらに1t/日 実験プラントの設備を完成させるべく、残りの設備（水素ガス供給設備および循環溶剤精製工程装置等）の詳細設計，製作，据付を行う。

本報告書の内容を公表する際は、あらかじめ

通商産業省工業技術院サンシャイン計画推進本部

の許可を受けて下さい。

電話 03-434-5644～7（直通）