昭和56年度

石炭液化委員会

報告書

昭和57年3月

新エネルギー総合開発機構

石炭技術開発室

010017639-5

目　　次

1. 石炭液化委員会の設置について …… 1

2. 石炭液化委員会の活動状況 …… 2

3. 石炭液化委員会議事録 …… 3

　本委員会議事録 …… 3

　部会議事録 …… 16

1. 石炭液化委員会の設置について

新エネルギー総合開発機構に於て，石炭技術開発業務を円滑に推進するため，石炭技術開発に関する委員会（石炭技術総合委員会，石炭液化委員会，プラント材料・機器委員会，炭種調査委員会，トータルシステム委員会，石炭ガス化委員会）を設置することにした。

委員会は「石炭技術開発に関する委員会運営要綱」（昭和55年10月1日成立）に基づき運営された。

石炭液化委員会は，石炭液化技術に関する審議，評価を行うことにより，石炭液化技術の開発を円滑に推進することを目的としている。

この石炭液化委員会には，本委員会と4つの部会を包括している。

56年度の部会は以下のとおりである。

第1部会 …… 一次液化に関する部会

第2部会 …… 固液分離に関する部会

第3部会 …… 二次水添に関する部会

第4部会 …… 褐炭液化に関する部会

第2，第3部会は，昭和55年度にひき続き，共通の課題を対象とした部会であるが，第1部会は，従来の液化三法（直接水添法，溶剤抽出法，ソルボリシス法）ごとの部会を集めて一部会にし，情報交換のできる場としてた。

また，第4部会として，褐炭液化委員会を石炭液化委員会の部会として組み入れた。

部会は委員会の要請により，「石炭技術開発に関する委員会運営要綱」第5条に基づき，専門の事項を調査・審議することを目的として設置されたものである。

2. 石炭液化委員会の活動状況

1) 石炭液化本委員会

第1回開催	昭和56年 6月12日 (金)
第2回開催	昭和57年 3月26日 (金)

2) 石炭液化部会

① 第1部会(1次液化)

第1回開催	昭和57年 2月18日 (木)

② 第2部会(固液分離)

幹事会開催	昭和57年 2月 5日 (金)
第1回開催	昭和57年 2月22日 (月)

③ 第3部会(2次水添)

第1回開催	昭和56年10月22日 (木)
幹事会開催	昭和57年 2月10日 (水)
第2回開催	昭和57年 2月17日 (水)

④ 第4部会(褐炭液化)

第1回開催	昭和56年 9月18日 (金)
第2回開催	昭和57年 2月23日 (火)

以下に石炭液化委員会の本委員会と各部会の活動について報告する。

3. 石炭液化委員会議事録

５６年度 第１回石炭液化委員会 議 事 録

1. 日　時　　昭和５６年６月１２日（金）　１０：００～１２：００

2. 場　所　　新エネルギー総合開発機構

3. 出席者　（敬称略、順不同）

委員　神谷（東大）、本田（理大）、真田（北大）
吉田（国会図書）、佐藤（北開試）、藤堂（化技研）
吉留（化技研）、木村（公資研）、中村（公資研）
垣山（九工試）

新エネ機構　　坂部、山口、栗木、佐藤

4. 議事内容

(1) 室長挨拶

５５年度はＮＥＤＯが発足して、敷かれたレールをただ走ってきただけであるが、５６年度に入って名実ともに、ＮＥＤＯが中心となって実施していかなければならなくなった。

５６年度は予算も増大して、ますます責任も重大となったが、今後とも指導をよろしくお願いします。

(2) 委員長選出

５６年度の本委員会の委員長として、５５年度に引き続き神谷東大教授を選出した。

(3) 委員長挨拶

委員長に選出されましたが、皆様のご協力により今後も進めていきたいので、よろしくお願いします。

(4) ５５年度報告

事務局より、５５年度石炭液化委員会報告書をもとに報告があった。特に、昨年度の最終委員会で検討された、カナダ炭関係のその後の経過についても報告があった。

(5) ５６年度活動方針

① 委員会関係（資料－１）

石炭液化委員会の５６年度の部会組織についての説明が事務局からあった。

㋑　褐炭液化委員会を石炭液化委員会の部会として組み入れる。

㋺　従来の液化三法（直接水添法，溶剤抽出法，ソルボリシス法）ごとの部会を集めて一部会にし、情報交換のできる場として活用したい。

㋩　「固液分離」・「二次水添」関係の部会は共通課題でもあり今後も部会として活動して頂きたい。

したがって部会は４部会として

第１部会　……　一次液化関係

第２部会　……　固液分離関係

第３部会　……　二次水添関係

第４部会　……　褐炭液化関係

を設置し、各々の課題を検討して頂きたい。各部会の委員については現在検討中である。

これを受けて質疑応答があった。

a．各液化法をまとめた部会の活動として、はじめはぎくしゃくするであろうが、やる価値はありそうだ。

b．第１部会は人数が多くなりすぎるのではないか。

c．第１部会は予算の問題と炭種の問題とがクローズアップされてくる。

d．パイロットプラントは500トン位の処理量で国内立地を考えたい。

デモンストレーション・プラントは海外を考慮する。

e．メカニカルな問題を材料委でやり、エロージョンを化技研でやってもらうことにして、５６年は速度の遅いところを、５７年度は速いところを研究したい。

f．アメリカのようにスラリーポンプだけの委託研究をやるということはできない。

g．パイロットプラントが出来るころには、遠心ポンプが十分使えるようになっているのではないか。

h．他委員会との関係

固液分離などはエンジニアリングの問題が大きくなる。材料の問題は材

料委員会で検討して頂く。

i．他委員会とジョイントする可能性としては？

委員会間の意見を計る必要があるので、総合委員会の設置を考えている。

② 液化標準法について

液化の対象炭種の選定評価を行うに際し、選定基準となる液化性能の評価のための試験法の基準を作成しておく必要がある。特に中国炭について、すでに55年度から液化試験等が行われているが、中国に設置する予定の連続装置での試験法について日本側案を作成して、中国側と協議するときの案として提示したい。

中国炭の試験に関しては、経緯及び試験結果について事務局より説明があり、（資料1－2）これに基づいて、液化標準法について以下の検討がなされた。

㋑ 分析用溶剤について

a. アメリカでは、THF（テトラヒドロフラン）で、0.5μフィルターで沪過する方法へまとまっているようだ。

b. ピリジンは悪臭で高価で健康上よくない。

㋺ 液化試験法について

a．アメリカでは、流通試験にかける前に相当な数をスクリーニングにかけている。

b．ドイツでは、触媒を使って、470℃位の反応温度である。

c．転化率の差を拡大するには低温反応の方がいいのではないか。

d．相対的比較のときの溶剤としては、アントラセン油が妥当ではないか。

e．水分の含有量をどの位にするかを検討する必要があろう。

f．参考としてノースダコタ大で亜炭を試験した結果、15％の水分含有量のとき、転化率が最も高くなっていた。

g．スラリー濃度は30 ～ 40％coalが適当ではないだろうか。

h．全体として、いろいろな試験法があってもいいのではないか。

資料1

56年度　石炭技術開発に係わる委員会

新エネルギー　総合開発機構
石炭技術開発室

石 炭 技 術 総 合 委 員 会

	所 属 ・ 職 名	委 員 氏 名
委 員	東京大学名誉教授	伊木 正二
〃	東京大学工学部教授	神谷 佳男
〃	鉄鋼協会専務理事	木下 亨
〃	東工大資源化学研究所教授	大島 榮次
〃	東京大学名誉教授	今泉 常正
〃	資源エネルギー庁石炭部炭業課長	沢口 健治
〃	工業技術院サンシャイン計画推進本部開発官	寺西 大三郎
〃	（財）石炭技術研究所 顧問	山村禮次郎
事 務 局	新エネルギー総合開発機構石炭技術開発室長	坂部 孜

石炭技術開発委員会名簿

	石炭液化委員会									
	本　委　員　会		第1部会　（1次液化）		第2部会　（固液分離）		第3部会　（2次水添）		第4部会　（褐炭液化）	
委員長（部会長）	東大工学部 教授	神谷　佳男	北大工学部 教授	真田　雄三	工技院公資研 資源2部長	中村　悦郎	工技院化技研 次長	藤堂　尚之	東大工学部 教授	神谷　佳男
委員	北大工学部 教授	真田　雄三	工技院公資研 資源1部1課長	山川　敏男	工技院化技研プロセス開発部 主研	鈴木　守夫	工技院公資研 資源1部課長	山川　敏雄	東大工学部 助教授	古崎新太郎
〃	工技院化技研 次長	藤堂　尚之	工技院北開試 第1部1課長	前河　涌典	東京理大助教授	西田　直矩	工技院北開試 第1部1課長	前河　涌典	工技院北開試 第1部　主研	上田　成
〃	工技院公資研 資源2部長	中村　悦郎	工技院九工試 化学部2課長	有田　静児	三菱重工広研化学プロセス研究室　主任	嶋田　隆文	工技院化技研プロセス開発部 主研	武松　敏弌	神戸製鋼所 部長	中子　敬夫
〃	工技院北開試 所長	佐藤　俊夫	住友金属工業㈱ 第1技術開発部 石炭技術開発室長	仁礼　尚道	住友石炭北海道技研　所長	松井　滋	住友金属第1技術開発部主席部員	細井　卓二	出光興産 室長付	田中賢治郎
〃	工技院公資研 資源1部長	木村　英雄	住友石炭鉱業㈱ 技術開発本部 石炭利用開発部長	川島　勇	三井造船化学プラント事業部 課長	松本　禮一	三菱重工広研 化学研究室　主務	横山　成男	三菱化成 部長	広幸　信義
〃	工技院化技研 プロセス開発部長	吉留　浩	三菱重工業㈱ 技術本部・広島研究所　次長	西本　是彦	神戸製鋼所 部長	中子　敬夫	三菱化成総研 理化学研究所 主研	蔭山　陽一		
〃	工技院九工試 化学部長	垣山　仁夫	三菱化成工業㈱ 黒崎工場・開発部長	青島　昭三	丸善石油新燃料室　次長	岡村　宏	住友金属鉱山 技術開発部技師長	東辻　善夫		
〃	東京理大教授	本田　英昌	三井造船千葉研究所　次長	北岡　洋治	三菱化工機設計部部長代理	吉川　貴士	神戸製鋼 主席研究員	森　憲二		
〃	国会図書館 専門調査員	吉田　雄次	日本鋼管技研 第7研究部次長	原　久			出光興産研究開発室課長代理	吉田　昌弘		
〃			旭化成研究開発本部石炭開発室 副参事	田村　亘弘			千代田化工総研 副部長	志賀　一之		
事務局	新エネ機構石炭技術開発室長	坂部　孜	新エネ機構石炭技術　主研	山口嘉一郎	新エネ機構石炭技術　主研	山口嘉一郎	新エネ機構石炭技術　主研	山口嘉一郎	新エネ機構石炭技術　主研	幸村　勲

石炭技術開発委員会委員名簿

	プラント材料・機器委員会							
	本　委　員　会		第一部会（液化装置材料開発）		第二部会（液化・ガス化補機材料開発）		第三部会（ガス化装置材料開発）	
委員長 （部会長）	日本鉄鋼協会 専務理事	木下　亨	東京大学 生産技術研究所教授	増子　昇	日揮㈱取締役 検査安全センター所長	西野知良	東京工業大学工学部 金属工学科教授	田中良平
委　員	東京工業大学工学部 金属工学科教授	田中良平	住友金属工業㈱ 中央技術研究所次長	寺崎富久長	日揮㈱技術研究本部 材料研究部主任研究員	賀川直彦	㈱日立製作所 日立研究所主管研究員	佐々木良一
〃	日揮㈱　取締役 検査安全センター所長	西野知良	住友金属工業㈱　本社技術 開発調査部次長	柴田　雄	三井造船㈱機械事業本部 技術本部課長	山田　泉	㈱日立製作所 日立研究所主任研究員	桐原誠信
〃	東京大学 生産技術研究所教授	増子　昇	三菱重工㈱　長崎研究所 材料研究室	弘本　晃	三菱重工業㈱技術本部長崎 研究所材料研究室主任	小野修二	大同特殊鋼㈱研究開発本部 中央研究所主任研究員	藤倉正国
〃	大阪大学工学部 溶接工学科教授	向井喜彦	三井造船㈱　千葉研究所 溶接研究室長	岸本宏次	住友金属工業㈱中央技術 研究所化学研究室副主任	志田善明	住友金属工業㈱中央技術 研究所化学研究室主任	富士川尚男
〃	科学技術庁金属材料研究所 エネルギー機器材料研究 グループ総合研究官	山崎道夫	新日本製鉄㈱技術本部 電磁ステンレス 技術部課長	安保秀雄	工業技術院化学技術研究所 プロセス開発部主任	佐々木英次	科学技術庁金属材料研究所 エネルギー機器材料研究 グループ総合研究官	山崎道夫
〃	工業技術院総務部 技術振興課長	林　俊太	㈱日本製鋼所開発部 材料研究所	石黒　徹	㈱日立製作所日立研究所 第１１部主任研究員	宮寺　博	日本プライブリコ㈱ 技師長	江上　煌
〃	工業技術院化学技術研究所 プロセス開発部第四課長	栂野秀夫	㈱神戸製鋼所技術開発本部 中央研究所次席研究員	太田定雄	東京工業大学工学部 化学工学科助教授	梶内俊夫	新日本製鉄㈱技術開発本部 電磁ステンレス技術部課長	安保秀雄
〃			日本鋼管㈱鉄鋼技術部 主任部員	宮部　隆	宇部興産㈱プラント事業部 営業技術部副部長	松浦康夫	バブコック日立㈱ 号研究所	浜田幾久
〃			大阪大学工学部 溶接工学科教授	向井喜彦	出光興産㈱ 製造部工務課課長	中村勝彦		
〃			工業技術院中国工業試験所 防錆技術研究室主任研究官	横川清志	千代田化工建設㈱ 回転機械部二課課長	田中文明		
〃					㈱神戸製鋼所技術開発本部 中央研究所次席研究員	下郡一利		
事務局代表	新エネルギー総合開発機構 石炭技術開発室長	坂部　孜	新エネルギー総合開発機構 石炭技術開発室主任	荻須吉洋	新エネルギー総合開発機構 石炭技術開発室主任	荻須吉洋	新エネルギー総合開発機構 石炭技術開発室主任	津留義通

炭 種 調 査 委 員 会

	本 委 員 会		部 会	
委 員 長 (部会長)	東京大学名誉教授	今泉 常正	工技院公資研 資源1部長	木村 英雄
委 員	工技院公資研 資源1部長	木村 英雄	東大 工学部助教授	井上 外志雄
〃	工技院北開試 所長	佐藤 俊夫	三井鉱山㈱ 調布研究所所長	佐々木 秋美
〃	地質調査所 燃料部長	佐藤 良昭	石炭技研 ガス化研究部 主任研究員	石 栄
〃	石炭技研理事 石炭利用技術 部長	玉貫 滋	地質調査所 燃料部 石炭課長	藤井 敬三
〃	燃料協会 委員	宮津 隆	工技院公資研 主任研究官	山下 安正
〃	工技院化技研 分析化学部 第3課長	川瀬 晃	電発㈱ 火力部化学課 課長代理	五十嵐喜八郎
〃	日本鉄鋼連盟 委員	奥原 捷晃	日本鉄鋼協会 コークス部会	小串 嘉宏
事 務 局	新エネ機構石炭 技術 主研	荻須 吉洋	新エネ機構石炭 技術 主研	荻須 吉洋

トータルシステム委員会

	委 員 会	
委 員 長	東京大学工学部教授	神谷 佳男
委 員	東京工業大学資源化学研究所教授	大島 榮次
〃	東京工業大学資源化学研究所教授	久保田 宏
〃	北海道大学工学部教授	真田 雄三
〃	出光興産㈱新燃料部部長付	志鷹 義明
〃	日本石油㈱技術部副部長	清水 固
〃	名古屋大学工学部教授	白戸 紋平
〃	(財)日本エネルギー経済研究所研究部第5研究室長	田中 紀夫
〃	大阪大学基礎工学部助教授	東稔 節治
〃	名古屋大学工学部教授	外山 茂樹
〃	東京大学工学部教授	西村 肇
〃	京都大学工学部助教授	橋本 伊織
〃	東京都立大学工学部教授	平田 光穂
〃	名古屋工業大学工学部教授	山田 幾穂
〃	(財)石炭技術研究所顧問	山村 禮次郎
事 務 局	新機構石炭技術開発室主任研究員	萩原 弘之

石炭ガス化委員会

	石炭ガス化委員会							
	本委員会		第一部会（高カロリーガス化）		第二部会（高温ガス化）		第三部会（ガス化発電）	
委員長（部会長）	(財)石炭技術研究所 顧問	山村禮次郎	(社)日本瓦斯協会 常務理事	酒井　博	(社)燃料協会 東京瓦斯(株)技術研究所所長	片岡宏文	中央電力協議会 技術開発部長	平山　尚
委員	新燃料油開発技術研究組合 専務理事	小田五郎	バブコック日立(株) 化学装置設計部部長	有崎虔治	流動化研究所 所長	池田米一	(財)電力中央研究所 企画部部長	尾出和也
〃	(社)燃料協会エネルギー部会 第二委員会委員長	片岡宏文	工業技術院 公害資源研究所 主任研究官	海保　守	日本鋼管(株)技術研究所 第六研究部 プラント機器研究室次長	菊池健一	関西電力(株)総合技術研究所 主任研究員	合田忠和
〃	工業技術院 公害資源研究所 資源第一部長	木村英雄	工業技術院 北海道工業開発試験所 主任研究官	河端淳一	日揮(株)企画開発室 開発グループ マネージャー	佐久間精一	高効率ガスタービン技術 研究組合 常務理事	佐野恵保
〃	東京大学工学部 教授	国井大蔵	千代田化工建設(株)総合研究所 第一開発室主席研究員	菅野清六	東京電力(株)技術開発研究所 開発研究室主席研究員	島津春夫	東京電力(株)技術開発研究所 開発研究室主席研究員	島津春夫
〃	(社)日本瓦斯協会 常務理事	酒井　博	大阪瓦斯(株)技術開発室 専門部長	富久　登	(社)日本瓦斯協会 技術開発室室長	水野幸雄	電源開発(株)火力部 火力技術課課長代理	清水達二郎
〃	(社)日本鉄鋼協会 日本鋼管(株)	島田源嗣	(株)日立製作所日立研究所 主管研究員	平戸瑞穂	川崎製鉄(株)技術開発部 技術開発室課長	平谷達雄	石川島播磨重工(株) 石炭技術開発部副部長	杉谷恒雄
〃	中央電力協議会 事務局長	杉山和夫	東京大学工学部 助教授	古澤健彦	宇部興産(株)プラント事業部 営業技術部副部長	松浦庸夫	三菱重工(株)原動機事業本部 原動機開発部主査	仙石忠正
〃	中央電力協議会 技術開発部長	平山　尚	(株)日立製作所産業プラント 技術本部計画部部長	舛井祝男	三井東圧化学(株) 特別補佐役	三島　明	(株)日立製作所 電力事業部部長	田村善助
〃	工業技術院 北海道工業開発試験所 第三部長	山口　弘	電源開発(株)技術開発部 部長補佐	宮谷和夫	電源開発(株) 技術開発部 部長補佐	宮谷和夫	東京芝浦電気(株) 火力タービン技術部 部長代理	中台宏太
〃			東京瓦斯(株)技術研究所 ガス化室長	山本洋平			(財)石炭技術研究所 理事	穂積重友
〃							川崎重工(株)技術開発本部 開発部部長	三木三省
〃							中部電力(株)総合技術研究所 省エネルギー技術調査役	山口　誼
事務局代表	新エネルギー総合開発機構 石炭技術開発室長	坂部　孜	新エネルギー総合開発機構 石炭技術開発室主任研究員	津留義通	新エネルギー総合開発機構 石炭技術開発室主任研究員	津留義通	新エネルギー総合開発機構 石炭技術開発室主任研究員	津留義通

資料1-2

中国褐炭液化試験　実験条件（その1）

実施先	使用装置	試料炭	石炭の調整法	使用溶剤	溶剤/石炭比
神戸製鋼	1ℓ電磁撹拌式オートクレーブ（撹拌速度：500rpm）	勝利炭 霍林河炭 黄県炭	60mesh以下に粉砕	水添溶剤（B.P. 180~450℃）	2.56（石炭量：44g）
住友金属	1) 500mℓ電磁撹拌式オートクレーブ 2) 5ℓ電磁撹拌式オートクレーブ	同上	107℃, 160mmHgで2hr乾燥 100mesh以下に粉砕	1) テトラリン　2) 水添擬似溶剤（B.P. 230~350℃留分/ナフタレン＝4を400℃, 100kg/cm², 1hr水添, ドナー30%）	1) 5（石炭量：30g） 2) 2（石炭量：400g）
住友石炭	3ℓ電磁撹拌式オートクレーブ	同上	常圧N₂気流中にて80℃, 17hr乾燥. 100mesh以下に粉砕	吸収油＋テトラリン＝1:2（吸収油；コールタールの中のB.P. 240~400℃留分）	3（石炭量：375g）
日本鋼管	1ℓ電磁撹拌式オートクレーブ（撹拌速度：500rpm）	同上	60mesh以下を2hr減圧乾燥.	クレオソート油（B.P. 250~280℃留分）	5（石炭量：50g）
日本石油	300mℓ電磁撹拌式オートクレーブ（撹拌速度：500~600rpm）	同上	100mesh以下に粉砕後, 5mmHg 107℃, 3hrで真空乾燥.	クレオソート油：テトラリン＝2:1（B.P. 197~346℃留分）	3.07（石炭量：20g）
三井造船	1) 500mℓ振盪式オートクレーブ（振盪数：90回/分） 2) 70mmϕ, 600mmL（2.3ℓ）半バッチ	同上	振動ボールミルでN₂気流中で100mesh以下に粉砕. 100℃, 10hr減圧乾燥	水添脱晶アントラセン油 200~380℃（水添条件；420℃, 200kg/cm², 1hr）	2（石炭量 バッチ：10g 半バッチ：300g）
三菱化成	200mℓ誘導上下撹拌式オートクレーブ（撹拌回数：80回/分）	同上	75℃, 50mmHgで6hr減圧乾燥後, ボールミルで粉砕し, 200メッシュ以下は平衡水分に調湿	豪州褐炭系平衡溶剤	3（石炭量：15g）
三菱重工	1) 160mℓチュービングボンブ 2) 300mℓ電磁撹拌式オートクレーブ	勝利炭 霍林河炭	20~100meshの石炭を自動乳鉢で1時間粉砕した後, 50℃, 40mmHgで1hr, 真空乾燥.	水添重アントラセン油 320℃以上（水添条件；380℃, 170kg/cm², 3hr, 水素吸収量：2~2.2wt%）	1) 3（全量15g） 2) 3（全量120g）

実験条件（その2）

	反応温度	初期圧力（最終圧力）	滞留時間	水素の添加	触媒	昇温	反応凍結法
神戸製鋼	430℃ 470℃	117~121 kg/cm² 98~104 kg/cm²	60分	ガス状水素 (4~10℃)	Fe_2O_3 + S 石炭に対し15wt%	430℃まで 145~152分 470℃まで 180~197分	
住友金属	1) 400, 430, 450℃ 2) 430℃	1) 70 kg/cm² 2) 60 kg/cm² (189 kg/cm²)	1) 30分, 60分 2) 60分	水素供与性溶剤 (ドナー濃度：30%) + H_2 又は N_2	なし	1) 昇温速度；60℃/hr 2) 〃 ：200℃/hr	
住友石炭	400℃	常圧	30分	水素供与性溶剤 (テトラリン33.3wt%)	なし	昇温速度；6℃/分	
日本鋼管	420℃	60 kg/cm²	30分	ガス状水素	なし	予熱時間；55分	
日本石油	1段目：430℃ 2段目：420℃	50 kg/cm² 同上	30分 同上	ガス状水素(25℃) 同上	1段目：なし 2段目：Ni-W系 石炭に対し2wt%	予熱時間：30分 同上	
三井造船	375~450℃ 460℃	113~120 kg/cm² (270 kg/cm²) 200 kg/cm²	0~60分 30分	ガス状水素(27~31wt%) 水素供給量：1 Nm³/hr	$Fe(OH)_3$ + S 石炭に対し7.8wt% Feで1.5wt%石炭	常温から400℃まで 90分 (平均昇温速度：4.8℃/分) 1.3~3.3℃/min (半回分)	電気炉開放，圧縮空気による強制冷却
三菱化成	425℃	120 kg/cm²G (30℃)	60分	ガス状水素	鉄系 + S MAF石炭に対し 10%		
三菱重工	1) 370~440℃ 2) 440℃	5 kg/cm²G (22~30 kg/cm²G)	1) 0.5~10分 2) 5.5分	水素供与性溶剤	なし	1) 平均昇温時間：15分 2) 〃 〃	水中に投入 (0.5~1分で常温に冷却)

朝日新聞 (B) 51. 10. 50×200 (4)

Ⓟ ピリジン　Ⓗ ヘキサン　Ⓑ ベンゼン　Ⓗ⓪ ヘプタン　Ⓠ キノリン　Ⓣ トルエン　THF テトラヒドロフラン

分析方法および結果の評価

	生成物の分離法	ガス分析法	液分析法	評価
神戸製鋼	ガス抜き. 生成物の蒸留, ナフサ<180℃, SRC>450℃ 回収溶剤 180~450℃		SRCを対象 Ⓟ抽出 —可溶→ Ⓗ抽出 —不溶→ Ⓑ抽出	なし
住友金属	ガス抜き, 生成物を常圧および減圧で蒸留.	ガスクロ { ・有機 C_1~C_4 FID(VZ-10) ・無機 活性炭	液状物; ガスクロ, 元素分析, NMR 固型分(ピッチ): 溶剤抽出, 元素分析 Ⓗ⓪抽出 ——→ Ⓑ抽出 ——→ Ⓠ抽出	1) 石炭中の全活性分の量が多い程, Ⓑ転化率が高い. 勝利炭の転化率が最大 (Ⓑ転化率: 70%, 430℃, 1hr, テトラリン) 2) 勝利炭のⒷ転化率: 85%
住友石炭	ガス抜き, 液生成物は遠心分離, エンプラー蒸留及び真空蒸留(240℃, 6mmHg)	ガスクロ	クーキ, およびSRCを溶剤抽出(遠心法) Ⓗ⓪抽出, Ⓣ抽出, Ⓠ抽出 (それぞれ別々に実施)	・Ⓠ転化率は勝利炭が最大 (80%) ・SRC収率も同様 (63%)
日本鋼管	130℃でガス・水抜き, 生成物を常温でトルエン洗浄し真空濾過.		SS本部 山下法 Ⓣ抽出 —不溶→ Ⓟ抽出 └ 可溶 → Ⓗ抽出	Ⓣ転化率: 勝利炭 40% 黄泉炭 37% 霍林河炭 27%
日本石油	ガス抜き後, G3フィルターで吸引濾過. 濾過残渣, オートクレーブ残渣をトルエン洗浄.			
三井造船	ガス抜き後, 液生成物をヘキサン洗浄し, 濾過.	ガスクロ { ・有機 C_1~C_4 FID ・無機 TCD	Ⓗ抽出 —不溶→ Ⓑ抽出	・3炭種とも 370~430℃, 10~60分の条件でⒷ転化率90%以上, Ⓗ転化率70%以上を達成 (H_2消費量: 4~6%) ・反応温度が低い点で勝利炭が有望.
三菱化成	ガス抜き, 生成物の蒸留. ナフサ+水<180℃, SRC>420℃ 回収溶剤 180~420℃	ガスクロ	SRCを対象 Ⓗ⓪抽出 —不溶→ Ⓑ抽出 —不溶→ Ⓠ抽出	・3炭種とも液化し易い.
三菱重工	1) ガス抜き後, 全量をTHFで洗出し 2) ガス抜き後, 常圧(200℃), 減圧(420℃)で蒸留	ガスクロ	1) THF抽出 —可溶→ Ⓑ抽出. 2) 減圧蒸留残渣をSS本部山下法で溶剤分別.	1) THF転化率: 勝利炭 86%, 霍林河炭 89% (440℃, 8h) 2) Ⓟ転化率: 勝利炭 93% (THF: 88%), 霍林河炭 94% (THF: 88%)

学振用紙 (B) 51. 10. 50×20 (B)

第2回石炭液化委員会議事録

1. 日　　時　昭和57年 3月26日（金）　14:00～16:30

2. 場　　所　新エネルギー総合開発機構　特別会議室

3. 出席者　委員長　神谷（東大）

　　委　　員　本田（理科大）、吉田（国会図書）、佐藤（北開式）、藤堂（化技研）、木村（公資研）、吉留（化技研）、中村（公資研）、垣山（九工試）

　　新エネ機構　進藤、山口、幸村、萩原、栗木、寿原、津久井、佐藤

4. 議　　事

4.1　前回の議事録の承認

昭和56年6月12日（金）に開催した第1回委員会の議事録については、原案通り承認された。

4.2　昭和56年度液化委員会部会の活動報告

各部会の部会長より（第1・4部会は事務局より）、事務局が提出した部会の議事録に基づき56年度の部会活動の報告がなされた。

報告に基づき、質疑応答が行われ委員の意見を反映して一部議事録を修正することで委員会の承認を得た。

4.3　57年度計画

石炭液化関係の昭和57年度計画、予算の概要について事務局より説明があった。

第1回石炭液化委員会第1部会「一次水添」議事録

1. 日　時　　昭和57年2月18日（木）　　14:00 ～ 17:00

2. 場　所　　新エネルギー総合開発機構　29階291会議室

3. 出席者　　部会長　　真田（北大）

委　員　　山川（公資研）、前河（北開試）、有田（九工試）、
仁礼（住友金属）、川島（住友石炭）、梶本（三菱重工）、
田丸（三菱化成）、北岡（三井造船）、原（日本鋼管）、
田村（旭化成）

新エネ機構　　坂部、山口、津久井

4. 議　事

4.1.　石炭液化委員会の運営要綱について説明した。（資料1－1.2）

4.2.　委託研究進捗状況（液化三プロセス全般）について（資料1－3）

各委員より報告された。

1）溶剤抽出液化法（資料1－3－1）

2）ソルボリンス液化法（資料1－3－2）

3）直接水添液化法（資料1－3－3）

上記の報告に対し、次の議論がなされた。

1）予熱器の管内流速と閉塞の問題に対し、

各プロセスによって管内スラリー流速が異なっているが、これは循環溶剤の沸点範囲、石炭濃度及び加熱方式によって異なる

2）灰分の影響について

液化粗油の水添において、特に固定床の場合、灰分濃度が問題となるが、現時点では、どの程度まで脱灰する必要があるのか長期運転データがないため、不明確である。

4.3.　共通単位工程（スラリー調整工程、蒸留工程）の現状及び今後の取り組み方について（資料1－4－1.2.3）

4.3.1　スラリー調整工程について、次の議論がなされた。

1）粉砕粒径について

反応の面及びスラリー供給ポンプにおける機械的な問題点を考えると粒径は小さい方が望ましいが、粉砕動力は増加する。

また、ポンプの大型化により、ある程度粒径の問題は回避されることも考えられるため経済性と技術の両面から最適な粉砕粒径を決める必要がある。

2）粉砕方式について

EDSでは、乾式は瀝青炭用、湿式は褐炭、亜瀝青炭用と使い分けているが、湿式の場合、設計能力に達していない。

今後、溶剤抽出液化、直接水添液化の各PDUで、湿式粉砕機のスケールアップデータを取る必要がある。

乾式の場合、爆発の危険性が指摘されるが、現実に事故はない。

3）スラリー調整システムについて

装置的な面からだけでなく、熱効率、物性、液化反応の面からの検討も必要であろう。

4.3.2　蒸留工程について次の議論がなされた。

1）腐食について

常圧蒸留塔では、塩素（アミン塩酸塩）による腐食が問題となったが、SUS321または、チタンで対処出来たという海外での事例がある。

腐食については、今後PDU運転後の開放点検時に調べる必要がある。

2）蒸留方式について

各プロセスにより、原料により、また何を最終製品とするかにより蒸留方式、カットポイントは異なると考えられるため、現時点では一律に論ずるのは難しい。

3）装置的な問題点について

各プロセスに共通な問題点としては、減圧蒸留塔のボトムの抜き出し法（塔の下部構造、抜き出し配管の形状、ホット型式の選定等）が考えられる。

4）今後は、PDUの運転を通して現象を把握し、対処する。

また、海外での事例も調査する必要がある。

4.4.　今後の方針

4.4.1　前項（4.3）の議論より、今後の方針として

1）スラリー調整工程、蒸留工程とも、今後はテクノロジーベースでの検討が必要であり、PDUの運転を通してスケールアップデータの取得と共に、問題点の摘出、改良を行っていく。

2）スラリー調整工程、蒸留工程等に関する第1部会の今後の活動は実際の運転データをもとに行うこととする。

4.4.2　特記事項

石炭液化研究に携わる研究員、運転員の健康管理については、労働安全衛生法、

特定化学物質等障害予防規則に照らして注意を払う必要がある。

資　料　一　覧

資　料　1－1　：石炭技術開発に関する委員会運営要綱

資　料　1－2　：石炭技術開発委員会名簿

（石炭液化委員会のみ抜粋）

資　料　1－3　：委託研究進捗状況

1－3－1：溶剤抽出液化プラントの開発

1－3－2：ソルボリッス液化プラントの開発

1－3－3：直接水添液化プラントの開発

資　料　1－4　：液化三法の単位工程

1－4－1：溶剤抽出液化プラントの開発（素案）

1－4－2：ソルボリッス液化プラントの開発（素案）

1－4－3：直接水添液化プラントの開発（素案）

資　料　1－3

委託研究進捗状況

1－3－1　：　溶剤抽出液化プラントの開発

1－3－2　：　ソルボリシス液化プラントの開発

1－3－3　：　直接水添液化プラントの開発

資料 1-3-1

東京都千代田区丸の内一丁目3番2号
住友金属工業株式会社
石炭技術開発室

溶剤抽出液化プラントの開発

○ S57年度実施計画

1. 1t/d PDUの開発（住金）

S56年度　・S55年度設備の運転（S56.2～7）及び S56年度設備の建設（S56.8～11）

運転の習熟と設備の問題点発見，対策と目的とし所期の目的を達成。液収率 28%（但し 反応塔なし）

液化反応塔，溶剤水添反応塔等を追加し基本プロセスに相当する設備を完成させた。

・S56年度設備の運転：S56.12 運転開始，各工程別運転実施中．3月には総合運転に入る予定

結果　液化反応塔　31%のスラリーで運転し　水素供給蒸留塔の放熱大

溶剤水添塔　反応塔の増設により反応の制御が容易になった。

S57年度　・前半　実験用設備として使用可能なものに仕上げる。（120hの運転等）

・後半　1,000h連続運転の達成と基礎実験結果にもとずく設備改造及び運転によるプロセスの実証

2. 基礎研究

(1) 溶剤抽出液化プロセスの研究（住金）

S56年度　・溶剤抽出イクルによる石炭液化－溶剤水添繰り返し実験

4t/h，2t/h小型連続装置においても同様な液収率が得られた（触媒なし）

物質収支代表例

触媒	反応圧 (kg/cm²)	水素消費量 (%) 溶剤水添	水素消費量 (%) 石炭液化	液化油中 (%) (d.a.f.)	生成物分布 (%) ガス	水	C3～C5 ナフサ	100～400℃	400℃～	STC
なし	210	2.0	4.8	63	12	11	20	37 12	3	13
ZnS デラ 2.1% + S 1.2%	170	2.0	3.2	70	12	10	19	31 26	6	31

S57年度　・連続水添装置および1t/d実験プラントより得られる溶剤で適正な抽出条件の調査実験および種々な原種での実験を行なう。

・連続抽出装置および1t/d実験プラントより得られる溶剤で，適正な水添条件の調査実験を行なう。

・連続抽出装置を用い，抽出工程における触媒の効果を評価し適正な触媒を探索する。

・以上の実験研究により，1t/d実験プラントへのフィードバックを図るとともに，プロセスの改善をおこなう。

(2) 固液分離法の研究（住石）

S56年度　・3t/d PDUによるSRCのAsh含有率 0.15%を達成（12Run 400hの運転）

S57年度　・3t/d PDUによる運転研究を主眼とする。（抽出スラリー，生成ナフサによる運転）

(3) 2次水添の研究（住金鉱）

52年度
- 水添用溶剤の沸点範囲の拡大：b.P 180～430°C留分（現在使用）と同様に現行触媒でb.P 180～538°C留分も水添可能。
- 小型連続水添装置（反応容器 50cc）の完成：S52.2

53年度
- 2次水添触媒の探索では前処理及び本水添工程の2段に分けてそれぞれに最適なスクリーニングを行う
- 選定対象触媒はアルミナ、シリカ、シリカアルミナ、ジルコニア、チタニア、ゼオライト系、天然鉱物、を母体として モリブデン、タングステン、マンガン、バナジウム、鉄、コバルト、ニッケル、貴金属など。
- 対象油は各カットポイントで分けた液化油及びSRC混合油まで行う
- 2次水添反応条件の検討を行う

昭和57年度研究内容の詳細

テーマ名（1t/d 実験プラントの開発）　　実施機関（　　）

溶剤抽出液化技術の開発に関し、昭和56年度に建設した1t/d実験プラントにおいて、

- 目標性能を発揮し、安定運転を達成させるための性能確認運転を行ない、必要があれば設備改造を実施して、実験プラントの完成度を高める。
- 連続運転において、プロセス及び部材の適正化をはかり、プラントの問題点研究結果とあわせて、
- 大型パイロットプラント設計用のデータを取得する。

研究内容の詳細

① 実験プラントの性能試験

イ) 機器、装置の性能試験

新設、改造部に重点をおく。　各工程（スラリー調整、抽出、溶剤水添、蒸留、ガス精製等）毎ならびに全工程を通しての冷熱間運転を行ない、それぞれの問題点を摘出して解決をはかる。

ロ) 運転性能の確認

上記の運転を通して、ノウハウを蓄え、液化・水添反応等の技術検討が実施できる体制を整備する。総合運転等により、長期にわたる連続運転や、　信頼性の高いプロセス運転データの取得を可能にするための検討を行なう

② 設備改造・補修等

イ) 性能向上のための改造・補修等

上記運転研究結果より得られた問題点を解決するため機械機器、計測制御機器等の改造・補修を行ない、プラントの完成度を高める。　併せて、データ処理設備を設置して、運転研究データの管理を充実させる。　又、プロセス基礎研究において、新しい事実が見出されれば、その実証を検討する。

ロ) プラント機器に関する情報収集

液化プラントに付随する問題点等の情報を収集する。　この為ダメージが予想される機器に対し

昭和57年度 研究内容の詳細

テーマ名（　　）　　実施機関（　　）

しては、現場状況を調査するため定期的に開放、点検、および補修を行なう。
上記の改造、補修、点検等の工事期間に合せて、高圧ガス法定検査を行なう。

③ 総合運転によるプロセス確認

イ) プロセス確認の為の運転研究

抽出、水添反応などプロセス操作条件に関する運転研究を行なう。　反応操作条件と運転データ（ガス・液体等物質収支、循環溶剤部分の安定性の変化及び製品性状の変化等）との関連を明確にして、プロセス操作条件の適正化をはかり、プロセス基礎研究から得られた知見等と比較検討する。

ロ) 長期にわたる連続運転の実証

プラントを安定して操作してゆくための諸要因を明らかにして、その対策等を確立する為の運転研究を行なう。

- 運転技術上の要因、
- 塔類の析出、重質油取扱、初期のコーキング、油水分離の不良といった長期運転上の要因

等の問題解決をすすめ、所定の操作条件において長期にわたり、安定した連続運転を達成する。

④ 大型パイロットプラント設計のための基礎データ取得

原料、製品物性、物質収支等
残渣、残料の適性、装置構成上の問題
プラント運転操作性の改善、公害、安全上の諸問題　などに関して基礎データを取得する。

昭和57年度研究内容の詳細

テーマ名（溶剤抽出液化プロセスの研究）　　実施機関（　　）

1t/d実験プラントの補完研究および任意プロセスの確立改善をめざし、運転研究を推進する。

研究内容の詳細

I 連続抽出装置

(1) 連続抽出装置および連続水添装置とを併用し、くり返し実験を実施し、循環溶剤成分および軽質油成分を評価し、液収率を検討する。

抽出条件　(a) 温度 430～450℃ (b) 圧力 150 kg/cm² (c) 反応時間 30～60 min (d) 水素ガス供給量 1～2 Nm³/h

水添条件　(a) LHSV 1～5 (b) 圧力 80～100 kg/cm² (c) 水素ガス供給量 2～3 Nm³/h (d) fa（芳香族性指数）一定

(2) 溶剤抽出液化プロセスにおける液収率向上を図るため、抽出工程における触媒の効果を評価し、適正な触媒を探索する。

抽出条件　(a) 温度 430～450℃ (b) 圧力 150 kg/cm² (c) 反応時間 30～60 min. (d) 水素ガス供給量 1～2 Nm³/h (e) 溶剤比 1.5～2.

抽出工程触媒　(a) 赤泥　(b) CGSダスト　(c) 鉄鉱石　(e) 合成ダスト.

(3) 1t/d実験プラント循環溶剤等による抽出条件調査実験を実施し、抽出反応の速度論的検討を行なう。

抽出条件　(a) 温度 430～450℃ (b) 反応時間 10～60 min. (c) 触媒　有無

(4) 触媒担持による液収率の検討を行ない、炭種の評価を検討する。

炭種　ソルドワン炭を中心とし、褐炭、レキセイ炭の検討.

II 連続水添装置

(1) 連続抽出装置および連続水添装置とを併用し、くり返し実験を実施するに、同一水添度（同一ドナー濃度）を得る水添条件を検討する。

水添条件　(a) 温度 触媒床温度 320～380℃ (b) 圧力 80～150 kg/cm². (c) LHSV 1～5 (d) 触媒 Ni-Mo

(2) 溶剤沸点範囲の広大を図るため、重質油分添加時の適正水添条件を検討する。

水添条件　(a) 温度 320～380℃ (b) 圧力 80～150 kg/cm². (c) LHSV 1～5 (d) 重質油添加量 2～5%/溶剤

(3) 1t/d実験プラント循環溶剤等による水添条件調査実験を実施し、水添反応の速度論的検討を行なう。

水添条件　(a) 温度 320～380℃ (b) 圧力 80～150 kg/cm² (c) LHSV 1～5

III 個分式反応装置

(1) 炭種および抽出工程用触媒について連続抽出装置のバックアップ研究を行なう。

昭和57年度 研究内容の詳細

テーマ名（固液分離法の研究開発　）　　実施機関（　　）

1. 固液分離装置の運転研究（示平3t/日プラント）

昭和56年度に引き続き全設備の運転研究を実施して諸問題の解決を図る。

1) 昭和56年度の運転研究によって得られる適正条件（アンチソルベント等の添加量，分離温度等）により長時間運転（100h以上）を繰り返し行い，装置上の問題点，特に摩耗等の発見に努め，その対策を図る。

2) 次期1t/日実験プラントに組み合せる固液分離プラントを検討する。その為に同プラントの抽出スラリーを用いた研究を重点項目の一つとする。

3) 固液分離プロセスの物質収支データ並びにスケールアップデータの集積を図る。

2. 連続沈降分離装置（5kg/h）の運転研究

1) 昭和56年度に引き続き当装置を用いて分離効果を高めるための添加剤等の研究を行い，3t/日プラントの運転研究に反映させる。

2) 仕分プロセス生成スラリーを用いた研究を行い，その効果を確認する。

3. 分析・調査研究

上記運転研究に関して固液分離効果を評価する為の分析方法並びに解析方法の研究を行うとともに国内外の文献および分析研究機関の研究方法等を調査し運転研究および分析研究に反映させる。

4. 基礎研究

1) 固液分離に伴い，固形分に随伴する溶剤類の回収は液化プロセスの溶剤バランスを維持する上で重要であり，この為の基礎研究を行う。

2) 原炭に由来するSRCの性状によりアスファルテンの分離が必要であるのでこの為の基礎研究を行う。

昭和57年度研究内容の詳細

テーマ名 2次水添の研究開発　　実施機関（　　）

研究内容の詳細

溶剤抽出液化法による石炭液化プラントを開発するため石炭液化油の2次水添の研究開発をS56年度に引続いて行う。

(1) 2次水添用触媒の探索のスピードアップを図ると共に前処理及び水添触媒のテストを行う

(2) 石炭液化油の2次水添触媒は液化油の状況からかなり厳しい物理的、化学的性状が要求されるものと考えられ前処理及び水添処理の多段に適した触媒の探索に備える。この場合前処理では高い脱灰、脱メタル能を、水添処理では高オイル収率を有するものが必要、また寿命も長いことが必要、かかる観点から触媒は厳密にコントロールされた細孔構造、表面酸性質を有していることが必要。

対象とする
- 担体 --- アルミナ、シリカ、シリカアルミナ、マグネシア、チタニア、ジルコニア、ゼオライト、その他天然鉱物 等
- 金属 --- モリブデン、ニッケル、コバルト、タングステン、マンガン、鉄、白金、パラジウム 等

(3) 液化油… 液化油のカットポイントで分けた場合沸点が高い程2次水添の困難さが増大する
沸点 180～400、180～510、180～550、180～SRC と各成分でテストする

(4) 2次水添条件の検討… 反応条件の検討を行い、触媒性状と処理油の性状の関係を知る基礎データの収集に努める。

資料 1-3-2

ソルボリシス液化プラントの開発

昭和57年　2月

三菱重工業株式会社

1. 1t/日実験プラントによる研究

○1t/日実験プラント液化部を短時間接触反応器に改造し、コーキングトラブル等なく運転試験を実施。現在、生成物についての特性を解析，検討。

2. 連続装置による研究

○連続装置（55年度製作、0.1t/日規模）を延べ約1500時間、計6Run実施（ワンスルー運転 3Run，リサイクル運転 3Run）

・第1段目の反応ではオートクレーブ等の基礎試験結果と同等の転換率を得た。

・連続循環運転では約250時間の連続運転を実施し、12循環を達成

3. 要素研究

○3炭種について基礎試験を実施し、反応条件を解析

○連続装置で得られたSRCサンプルの水添試験を実施

・反応温度410℃でのオイル収率は約60%

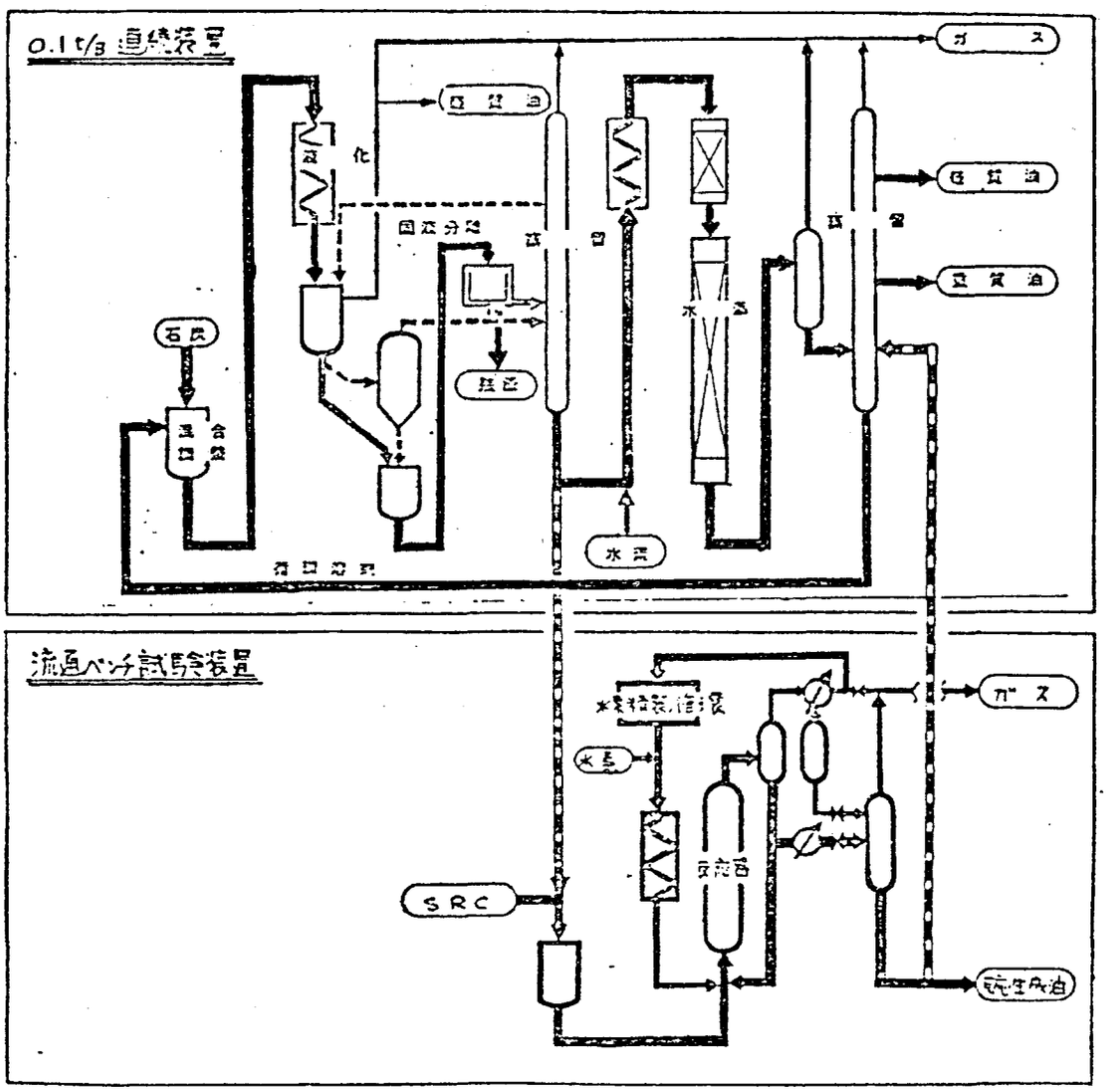
・Ni-Mo系，Co-Mo系の触媒ではNi-Mo系の方が少し高いオイル収率を得た。

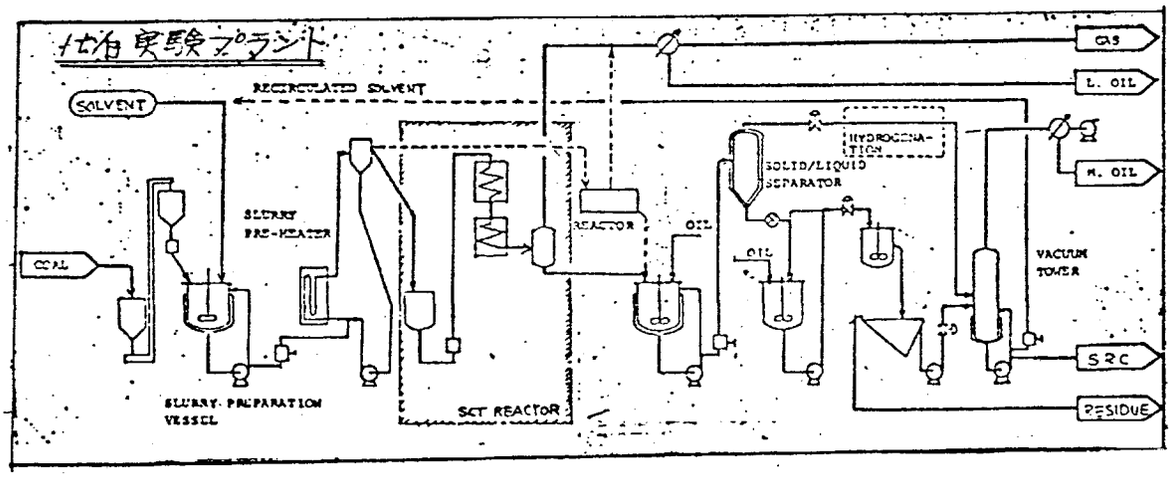
・市販触媒，自作触媒 9種について 2次スクリーニングテストを実施

・現在 連続装置で使用している Ni-Mo系触媒と同程度のオイル収率を得るもの数種見いだしている

・高温領域でのSRC水添分解を目的とした流通ベンチ装置を製作． 57年2月完成，3月試運転を予定

・触媒流動状態での水添反応器 操作性，装置化のためのデータを取得するコールドモデルを製作，3相流動層での流動データを解析，検討中


0.1t/日 連続装置
ガス
石炭
水素
流通ベンチ試験装置
ガス
水素
SRC
流通管
硫化水油


1t/日 実験プラント
SOLVENT
RECIRCULATED SOLVENT
COAL
SLURRY PRE-HEATER
SLURRY PREPARATION VESSEL
SCT REACTOR
REACTOR
OIL
SOLID/LIQUID SEPARATOR
HYDROGENATION
VACUUM TOWER
GAS
L. OIL
M. OIL
SRC
RESIDUE

資料1-3-3

直接水添液化プラントの開発

昭和57年2月18日
日本鋼管株式会社
三井造船株式会社
旭化成工業株式会社

1. 2.4T/D実験プラントの開発

(1) 研究の現状

i) 機器類の製作・調達並びに据付・保温工事を、12月中旬に完了した。

ii) 配管工事は、蒸溜系を除いて、2月上旬に完了した。

iii) 電気工事は、1月末にほぼ完了した。

iv) 計装工事は、蒸溜系を除いて、2月上旬に完了した。

従って、

v) 蒸溜系の配管工事を現在行っている。

vi) 配管の保温工事も現在行っている。

vii) 高圧配管のフラッシングを完了し、現在気密テストを行っている。

viii) 運転準備のための作業も、現在鋭意中である。

(2) 今後の方針

i) 高圧ガス関係の官庁検査を、2月中に受検する。

ii) 危険物関係の官庁検査は、3月中に受検する。

従って、

iii) 建設工事は、3月末までに完了する。

iv) 4月初めから試運転を開始する。

2. 鉄系触媒による液化反応の研究

(1) 研究の現状

i) 鉄-イオン系化合物を主体とする各種鉄系複合触媒の触媒活性を調査中である。

ii) 上記鉄系複合触媒の量と液化石油の組成との関係を調査中である。

(2) 今後の方針

i) 連続式触媒性能試験装置を用いて、触媒の循環使用の

可能性を検討する。

ii) 安価で触媒活性の高い鉄系複合触媒を探索する。

iii) 経済的に最適な添加量を検討する。

iv) 上記触媒の製造方法を検討する。

3. 触媒分離及び再利用法の研究

(1) 研究の現状

i) 触媒の大きさ、形態、化合物型と液化生成油の物性によっては、触媒が分離可能である事が判明した。

(2) 今後の方針

i) 液体サイクロン等の分離試験装置を試作し、分離実験を行う。

ii) 上記分離実験結果をもとにまとて、プロセスの経済性を検討する。

4. ベンチスケール装置による液化研究

(1) 研究の現状

i) 小型連続装置を用いて、太平洋炭及び隅内炭の液化実験を行っている。

ii) 媒体油を循環使用して、媒体油の平衡化実験を行っている。

iii) 回分式及び半回分式実験装置を用いて、予熱段階における反応の進行状況を調査している。

(2) 今後の方針

i) 小型連続装置を用いて、媒体油としての最適溜分の探索を行う。

ii) 平衡媒体油による液化実験を行う。

iii) 半回分式実験装置により、炭化防止方法の探索を行う。

5. 固液分離法に関する研究

(1) 研究の現状

i) 回分式遠心沈降管により、固液分離に関する基礎研

究を行っている。

(2) 今後の方針

i) 引き続いて、回分式遠心沈降杯を用いて、固液分離に関する基礎研究を行う。

6. 予熱及び脱気の効果に関する研究

(1) 研究の現状

i) 石炭化度が平均反射率で0.2～0.6の石炭4種類を用いて、予熱処理が石炭性状に及ぼす影響を調査している。

ii) 予熱処理した石炭ペーストを水添液化し、予熱処理が液化反応に及ぼす影響を調査している。

(2) 今後の方針

i) 予熱処理した石炭ペーストの粘度分布及び平均反射率を測定する。

ii) 予熱処理した石炭ペーストを水添液化し、予熱処理が液化反応に及ぼす影響を調査する。

iii) 予熱及び脱気の効果に関する研究に引き続いて、炭種の選定に関する研究に着手する。

日本測量株式会社

資　料　1－4

液化三法の単位工程

新エネルギー総合開発機構
石炭技術開発室

1－4－1　：　溶剤抽出液化プラントの開発（素　案）

1－4－2　：　ソルボリシス液化プラントの開発（素　案）

1－4－3　：　直接水添液化プラントの開発（素　案）

溶剤抽出液化プラントの開発（素案）

項目	1. スラリー調整	2. 一次水添反応設備（予熱を含む）	3. 溶剤水添反応設備	4. 固液分離設備	5. 二次水添反応設備	6. 残渣処理水素製造設備
1. プロセスの要点とテストの範囲	・粗粉砕機により3mm 100%以下に粉砕後 循環油と混合し 湿式粉砕機（ボールミル）で石炭を100mesh以下100%に油中粉砕し スラリーを調整 循環油/石炭＝1.5～2	・水素供与性溶剤及びH2により比較的温和な条件で液化する ・反応条件は450℃, 150kg/cm² 60分を基準 ・予熱器はコーキング対策	・沸点範囲180℃～450℃の留分を水添し循環溶剤として使用 ・水添条件は300℃, 100kg/cm² 60分を基準	・遠心分離法による脱灰の効果を向上させる為にアンチソルベントとの組合せを検討	・液化油のうち重質分を水添し、軽質化する ・反応条件は基礎研究中	・残渣を水素源として用いる。
2. プロセスの開発目標	・油中粉砕機における粉砕能力（特に粒径分布）温度と脱水効果、発泡現象、および全体の操作性を追求し、大型化への適用性を調べる。	・水添溶剤を工夫することにより反応条件を緩和する。 ・触媒の活用	・最適反応条件 一次水添反応条件との最適組合せ ・最適水添度 水素供与性溶剤の性状及び特性 ・最適触媒	・二次水添との最適組合せ ・長時間運転における機器の安定性。	・固液分離との最適組合せ ・最適触媒の開発 性能及び寿命	・既存技術の活用（委託先でガス化処理技術を開発中）
3. 機器開発の目標	・乾燥、粗粉砕、微粉砕で構成されるスラリー調整システムの開発 ・スラリーポンプは往復動式で対処するが遠心式を開発	・反応器 形状 基数 及び内部構造 ・反応器 材料・製造技術（2¼Cr-1Mo改良材、オーバレイ） ・減圧装置及び材料 ・予熱器は構造・材料	・反応器形状、基数、及び内部構造 ・反応器材料・製造技術（石油精製技術で対処）	・大型化と能力向上 ・長時間運転	・反応器形状、材料（石油精製技術で対処）	特になし
4. 商業プラントへのスケールアップの考え方	・1t/d PDUでエンジニアリングデータ取得して、250～500t/d パイロットプラントのエンジニアリング設計 ・粉砕システムの大型化 ・遠心式大型ポンプの開発	・同左 反応器の大型化にともなう形状、基数、内部構造・製造技術 ・予熱器管内流動はコールドモデルテスト 減圧装置の大型化	同左	・最適規模×基数 ・他のプロセスとの性能経済性比較 ・250～500t/d パイロットプラント前提のエンジニアリング	・大型化は石油精製技術で対処	特になし

アンダーライン部は溶剤抽出プロセスの特徴

菅井印刷（A）56. 5. 50×200（11）

ソルボリシス液化プラントの開発（素案）

項目	1. 原料炭粉砕，乾燥スラリー調整設備	2. 第1段目液化設備（予熱を含む）	3. 固液分離設備	4. 二次水添設備	5. 蒸留分離設備	6. 脱酸性ガス・水素製造設備
1. プロセスの要点とテストの範囲	・粗砕機により5mm以下に粗砕し，さらに微粉砕機で100メッシュ以下に粉砕した後，水分10%以下まで乾燥して，循環溶剤（中質油＋重質油）と混合する。	・直火式加熱炉で急速加熱し，水素・触媒を用いず，水素供与性溶剤を使用して，低圧高温短時間接触反応で液化する。 ・反応条件：～数十気圧 440℃ 10分以下	・プロセスで自生する軽・中質油を加えて反応を凍結するとともに，プロセスに必要な水素源としての炭素分並びに二次水添に悪影響を与える不純物の分離を行う。	・石油系触媒を用いて，沸騰床形式の反応器でSRCを水素化分解し，軽質油，中質油，重質油を得る。 ・反応条件　150～200気圧 380～450℃ 1～3時間	・二次水添反応生成油を常圧，及び減圧蒸留塔で蒸留し，軽質油，中質油，重質油に分離。	・オフガスから酸性ガスを除去し，水素を回収。 ・水素製造の原料として固液分離残渣を使用
2. プロセス開発の目標	・微粉炭の安全対策 ・溶剤と石炭の混合性，親和性，発泡対策。 ・溶剤の顕熱の利用 ・高温度での粉体特性の把握（これらの観点から湿式粉砕についても検討する）	・加熱器及び反応器内でのコーキング防止。（最適スラリー流速の把握） ・高負荷で急速に加熱するための条件の決定。（昇温速度の最適化） ・高濃度スラリー（溶剤/石炭=2）までの処理可能。	・炭素分を分離するに際して，ヘテロ原子を含むプレアスファルテンを選択的に除去。 ・二次水添触媒の性能維持を考慮したSRC中の不純物の除去。	・1段目にリサイクルする溶剤の質的，量的確保。 ・水素消費量の低減（35～40%） ・有効な石油系触媒の改良，開発。（Co-Mo系，Ni-Mo系等） ・二次水添反応器の設計法の確立。	・減圧蒸留塔ボトム液の抜き出し。 ・2段蒸留システム（常圧/減圧）の最適化	・従来のプロセス ・残渣供給システムの開発 ・部分酸化の形式選定
3. 機器開発の目標	・スラリーポンプの材料選定 ・スラリー用計測・制御装置（液面計，流量計）の選定・開発	・スラリー用熱交換器の開発 ・加熱炉の形式・材料の検討 ・管式反応器の形状・材料の検討	・高粘度スラリーの抜き出し機器および制御方式の検討 ・高粘度SRCの輸送機器の検討	・反応器 ・材料及び装置形式（ガス，液，触媒のよく分散方式の確立。） ・触媒の供給・抜き出し方式 ・減圧弁 耐摩耗性材料 ・大容量水素循環圧縮機の開発	・従来の機器 ・耐食性，耐摩耗性材料の選定 ・リボイラー/チャージヒータの開発 ・飛沫同伴対策 ・減圧蒸留ボトム抜き出しポンプの形式選定	・従来の機器 ・残渣供給用のポンプ，バルブの形式選定 ・計装機器の開発
4. 商業プラントへのスケールアップの考え方	・湿式，乾式両システムのスケールアップ性，コストの観点から選定。	・1t/日実験プラントでスケールアップデータを取得。	・要素研究で設計データを取得し，従来の技術を活用。	・流通ベンチ装置及びコールドモデルで装置設計データを取得。	・従来の技術を活用	従来の技術を活用

新エネルギー総合開発機構

アンダーライン部は，ソルボリシスプロセスの特徴

野村印刷 (A) 56. 5. 50×200 (11)

直接水添液化プラントの開発（素案）

項目	原料炭粉砕 スラリー調整設備	予熱設備	反応設備	固液分離設備	蒸留設備	脱酸性ガス・ 水素製造設備
1. プロセスの要点とテストの範囲	粗砕機により5mm以下に粉砕後 循環油（および触媒）と混合され湿式粉砕機（ボールミル）で石炭を200メッシュ80%以下に油中粉砕し スラリーを調整。 循環油/石炭 ≒ 1.5	スラリーは往復動ポンプにて昇圧 直火式（全輻射）加熱炉で反応温度まで予熱 テスト条件；160～260 kg/cm² ～450℃	4基直列の反応器で水素ガス、触媒存在のもと液化。 反応物はレットダウン装置（減圧装置）により減圧 テスト条件；150～250 kg/cm² 440～460℃ 30～60分	減圧された液化粗油中の固形分は、後段の取扱い（減圧蒸留塔のボトムの取扱い）を容易にするため遠心分離機（2段）で除去される。	固形分を除去された液化油はプレフラッシュ塔で水分が除かれた後、常圧および減圧蒸留塔でナフサ、軽油、重油および残渣油に分離される。	反応後分離されたオフガスは、酸性ガスを除去され反応系に循環される。 水素源として残渣も使用
2. プロセス開発の目標	油中粉砕機における粉砕能力（特に粒度分布） 脱水効果、乾燥理論、および全体の操作性を通じて 別に乾式粉砕法について調査 検討する。	安定した予熱技術 特にコーキング対策 循環油/石炭 ≒ 1.5 を目標	反応における最適水添度 各反応器への水素供給量 触媒；反応圧力、温度の低減化のための触媒開発	処理温度と固形分除去率と段数、低温遠心分離機における油分の回収率向上 他の方法としてフラッシュ法も比較検討	減圧塔ボトムの粘度、固形分量と抜出しの操作性（固液分離と関連） 蒸留塔予熱器のコーキング対策 プレフラッシュ塔としての蒸留設備の運転方法の確立	在来のプロセス （残渣の低温熱分解＋酸性ガス化の提案あり）
3. 機器開発の目標	スラリーポンプ（往復動タイプ） 既存のもの2種について それぞれの特性、磨耗の状況等について確認。 粉砕機器 乾燥器	スラリーの高粘度域における耐コーキング対策	反応器の形状、基数の最適化 レットダウン装置耐久性の確認	耐久性、長時間安定運転の確認	材質と腐食、および その場所の確認 蒸留塔予熱器設計基準 減圧塔ボトム抜出しポンプ	特に なし
4. 商業プラントへのスケールアップの考え方	PDUでエンジニアリングデータ取得	PDUでスケールアップデータ取得 要素研究で昇温過程におけるデータ取得	PDUでスケールアップデータ取得 コールドモデルテスト実施	最適規模×基数	従来の技術を活用	従来の技術を活用

アンダーライン部は直接水添液化の特徴

半田印刷（A）56. 5. 50×200 (11)

第1回石炭液化委員会第2部会「固液分離」議事録

1. 日　時　　昭和57年2月22日（月）　14時～17時

2. 場　所　　新エネルギー総合開発機構291会議室

3. 出席者　　部会長　：中村（公資研）

委　員　：西田（理科大）、鈴木（化技研）、松井（住友石炭）、
松本（三井造船）、吉川（三菱化工機）、嶋田（三菱重工）、
千葉（丸善石油）、中子（神戸製鋼）

新エネ機構：荻原、寿原、佐藤、津久井、高安

4. 議　題　1.　委託研究進捗状況

2.　固液分離技術の現状

3.　今後の方針

4.　その他

5. 議　事

5. 1.　委託研究進捗状況

1）住友石炭鉱業

a）研究内容：　溶剤抽出液化プロセスの脱灰工程として遠心分離機の技術開発を実施中。

b）主な成果：①　これまでの運転研究で延1,700hr（1回のRUNでは連続100hr 2 RUN実施）しているが、ベアリング損傷、摩耗については改造を実施しており今後の長時間運転（150～200時間）は達成可能である。

②　固形分の除去率アップの為、各種運転項目（アンチソルベント添加率、スラリー・フィード量、スラリー粘度、遠心機回転数等）の検討を行い、適正条件の確立に努めた。

現在の運転技術による除去率は98％以上でありSRC中の灰分は0.15％以下達成可能である。しかし限界は0.1％程度と考えられる。

③　SRC中のアスファルテンは95％以上回収されるが、プレアスファルテンも60～80％回収される為これらを機械的に分離することは困難である。

④　遠心分離機のアンダーフローに随伴する溶剤類の回収が溶剤バランス上重要であることを確認した。

⑤　遠心分離機の分離効果を高めるため、アンチソルベルトの研究を平行して行い、SRC中の灰分とスラリー供給速度及び炭種との関係について基礎的データを得た。

c）今後の課題：①　遠心分離装置の長時間運転による装置化技術及び運転条件の確立。

②　アンダフロー中の溶剤回収技術の検討。

③　溶剤抽出液化プロセスにおける固液分離技術の確立。

2）三井造船

a）研究内容：　直接水添液化プロセスの脱灰工程として、遠心分離機による運転研究を行う。減圧蒸留工程の負荷軽減を目的としている。

b）主な成果：①　56年度設備として2.1t/dプラントに遠心分離機を設置した。（機種は住友石炭鉱業と同じ）

c）今後の課題：①　遠心分離機の運転研究（57年秋以降を目標）

3）三菱重工業

a）研究内容：　ソルボリンス液化の脱灰工程として溶剤脱灰の技術開発を実施中。

b）主な成果：①　56年度の研究では0.1t/d連続装置による1段目の短時間液化反応と2段目の水添反応（固定床）について連続運転を行ない適正運転条件を検討した。なお、現在までのところ0.1t/d装置では2段目の前段階で遠心分離機による固液分離を行っている。

②　2段目は将来沸とう床タイプの反応器を考えており、0.1t/d装置に56年度内に設置する。

③　溶剤脱灰の溶剤量、反応温度、溶剤の性状について現在基礎的研究を実施中。

c）今後の課題：①　溶剤脱灰技術の基礎研究と装置化の検討。

②　二次水添工程へのフィード中の適正灰分の検討。

4）日本褐炭液化（NBCL）

a）研究内容：　褐炭液化プロセスの脱灰工程として溶剤脱灰の技術開発を実施中。

①　液化プロセスは2段液化とし、2段目は固定床と考えている。2段目の前工程として、溶剤脱灰技術を研究中であり、固形分の目標は200PPm以下である。

②　溶剤は液化油のナフサ留分を考えている。

b）主な成果：①　溶剤種と溶剤脱灰特性を検討し、BI成分が少ないと脱灰率が上昇することを確認。

② 液化油のナフサについて留分特性を検討し、低沸点留分について、アロマティシティの高いことを確認。

③ SRCの灰分と沈降速度の関係を検討した。

c） 今後の課題：① ルーマスとカーマギーの中間を狙った溶剤脱灰技術の確立。

② 装置化技術の検討。

③ 一次水添と二次水添の最適化。

5. 2. 固液分離技術の現状

西田委員より米国及び西独の石炭液化プロセスにおける固液分離技術の開発経緯及び現状について、説明を受ける。

1） 固液分離技術の種類

a） ろ過法

b） 遠心沈降法

c） 溶剤脱灰法

2） 各技術の現状と問題点 －省略－

5. 3. 今後の方針

1） 遠心分離技術については、住友化工が基礎研究と運転研究で研究が進んでいる。57年には直接液化プラントで同上装置が稼動することになっており、双方の技術交流は遠心分離技術の確立に有効と考えられる。

2） 溶剤脱灰技術は三菱重工とNBCLで研究中であり、この技術についても今後技術交流が必要と考えられる。

3） 固液分離の技術は二次水添技術と組合せて考える必要があり、第３部会（二次水添）と関連させて進めてもらいたい。

4） 第２部会は年２～３回の実施を目標とする。

以　上

資料1-1

研究開発進捗状況（固液分離法の研究開発）

目次

(I)抽出条件と固液分離性の関連性調査(基礎実験) 1

(II) 5角連続沈降分離装置の運転 2

(III) 3%PVU の運転 3

(IV) 56年度運転実績と計画 12

(V)結論 13

(VI)今后の課題 13

昭和57年2月22日

住友石炭鉱業株式会社

(1) 抽出条件と固液分離性の関連性調査(基礎実験)

抽出条件(3Lオートクレーブ)

温度 400〜430℃

圧力 0〜20 kg/cm² (H₂ IP)

時間 10〜20 min (fixed)

溶媒 ソルベント 重 33%

ト 〃 CMS 仕用。

固液分離条件

分離機 デカンター型遠心沈降機(回分式)

室温, 大気圧, 1400 rpm, 600G

ϕ_{∞} : 1.5×10^{-5} cm/s (3%と同一水準)

凝集剤 使用せず

Fig.1 抽出温度と固液分離性
(H_2 40 kg/cm²G - 20 min)

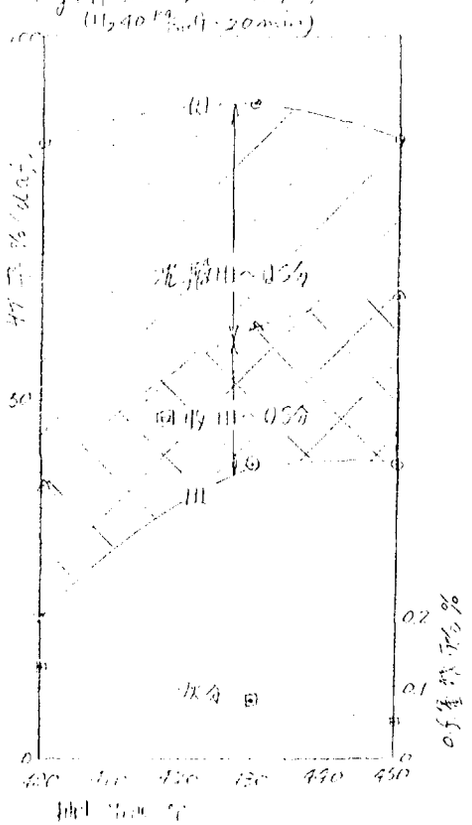


Fig.2 H_2初圧と固液分離性
(430℃ - 20 min)

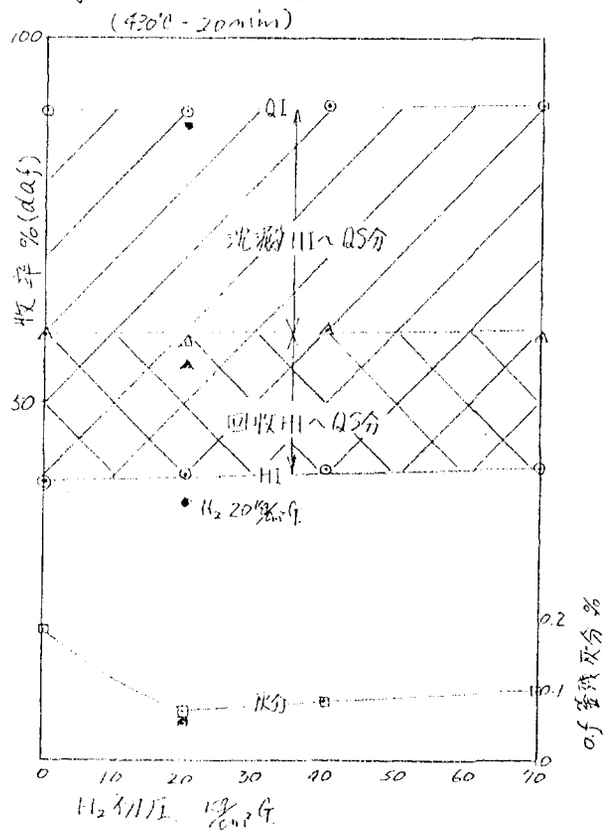


Fig.1及びFig.2の結果から次の事柄が判る。

① 抽出温度の高いほうが固液分離に良い結果が得られる。

即ちSRC成分が少いにし相ほうがより良い回収率と高い脱灰率が得られる。但しSRC-1の報告では転化率の高いほうが分離性が悪い傾向が観られるとされて居り本実験とは反し、今後の検討が必要である。

又水素圧の結果はSRC回収率と脱灰率に対しては実用上も充分適用し得るものと考えられる。

② このCMS触媒の条件下では水素は収率に影響を及ぼさないが脱灰率には若干の影響を及ぼして居る様相を示す。がN_2の場合も略同じ値を示して居る事から水素の影響は小さいと云える。尚初圧20 kg/cm²G付近で灰分が極小値を示して居る様に見えるが今後解明が必要である。

(II) 3段連続流降分離装置の運転（抽出－流降分離）

抽出条件

溶剤 ワンドリン液

中間溶剤抽出

温度 430℃

圧力 40 kg/cm²G（水素ガス）

時間 30 min

石炭濃度 25～33%

ドラム CMS 使用

固液分離条件

分離器 直立円筒底部円錐型 150 kg/cm²G×450℃

有効面積 143 cm²

〃 深さ 106 cm

フィードパイプ深さ 20 cm

温度；150～320℃

圧力；40 kg/cm²G（抽出と共通）

分離部上昇速度；0.4～0.8 cm/min

添加剤；n-paraffin 66 min 沸点 0～50%（対スラリー）

① 溶剤の影響

ワンドリン液と中間溶剤との比較で前者が固液分離性で若干劣る事が判る。Fig II-1 Table II-1, 2, 3.

Fig II-1 スラリー保持時間(hr)とOF基準SR分との関係

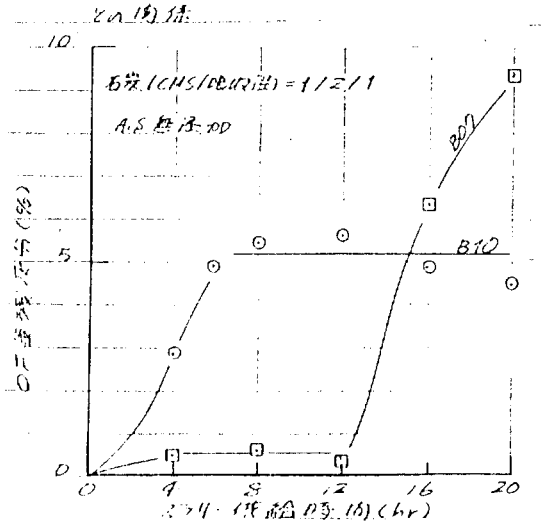


Table II-1 転化率

	転化率(%/d.a.f)			アスファルテン
	QI	TI	HI	ルチン
B07 中間溶剤	82.2	66.4	46.7	15.8
B10 ワンドリン	82.9	59.3	42.0	23.4

Table II-2 固液分離条件

	上昇速度	分離温度
中間溶剤(B07)	0.49 cm/min	300～320℃
ワンドリン液(B10)	0.46	292

Table II-3. 固形分除去率，脱灰率 (%)

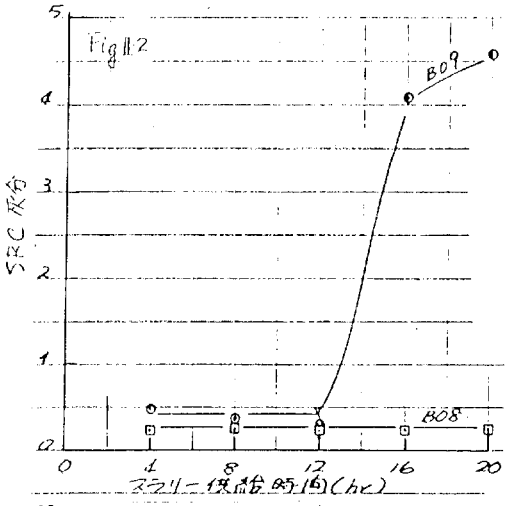
	スラリー保持時間(hr)	4	8	12	16	20
中間溶剤	固形分除去率	-	94.0	98.6	97.3	71.1
	脱灰率	-	96.1	98.6	96.3	68.5
ワンドリン	固形分除去率	63.6	50.0	62.8	63.1	62.9
	脱灰率	63.9	98.5	60.2	62.0	61.1

② 石炭濃度の比較では，ワンドリン液の場合 25% と 33% では，界面上昇速度が凡そ前者の1/2倍となる事が判った。

③ 上昇速度の影響

ワンドリン液 430℃×30 min 抽出スラリーに n-paraffin 66 min 2% を添加した場合分離上昇速度が 0.5 cm/min 附近にある事が判った。Fig II-2

又 上昇速度の違いで回収SRCの性状が異なる事も観察された。Fig II-3

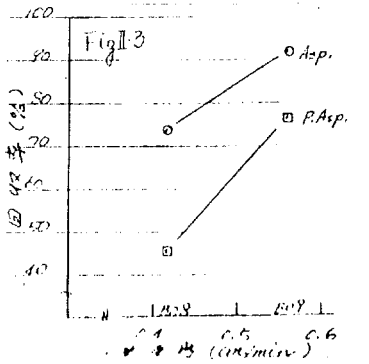


抽出条件(08=09)

ワンドリン/CMS/吸収油 1/2/1

固液分離条件

	上昇速度	A.S.添加率	分離温度
08	0.42 cm/min	25.1%	285℃
09	0.56	23.5	290



[III] 3t/D PDU の運転状況

本項は 遠心分離機 について S56年度の運転データーをもとにした解析結果を記述する
尚 S55年度のデーターも一部採用した.

(1) 基本条項

(a) 組成記号, 各計算ベース

As : アスファルテン ---HI - TI = TS　（AS(アンチソルベント)は使用しない事!）
PA : プレアスファルテン ---TI - QI = QS
IOM : 不溶解有機物質--QI - ASH

アンチソルベント添加率 = AS量/EFL量

$$\text{ASH 除去率} = 1 - \frac{\text{ASH in OF}}{\text{ASH in FD}} \times \frac{OF}{FD} \times 100\ (\%)$$

$$\text{IOM 除去率} = 1 - \frac{\text{IOM in OF}}{\text{IOM in FD}} \times \frac{OF}{FD} \times 100\ (\%)$$

$$\text{As 回収率} = \frac{\text{As in OF}}{\text{As in FD}} \times \frac{OF}{FD} \times 100\ (\%)$$: OFへの回収率

$$\text{PA 回収率} = \frac{\text{PA in OF}}{\text{PA in FD}} \times \frac{OF}{FD} \times 100\ (\%)$$: 〃

$$\text{PA 除去率} = 100 - \text{PA回収率}\ (\%)$$: UFへの回収率

尚 遠心分離機の固形分除去率(回収率)に対しては一般には下記の式が使用される.

$$\text{除去率(回収率)} = \frac{s(f-e)}{f(s-e)} \times 100\ \%$$

ここで f : フィードの固形分濃度(%)
e : オーバーフローの 〃
s : アンダーフローの 〃

CHECKの結果 ASH, IOM 除去率はほぼ同等の値が算出されたが As, PA 回収率については バラツキが大きいため 上段の式を適用した.

(b) 物性

定性且定量的に充分にまとめていないが 各運転条件範囲に於ける代表的数値を下記に掲げる.

	フィード液	オーバーフロー液	アンダーフロー液	洗浄液
比重	(250℃) 0.9～0.95	(250℃) 0.8～0.9	(200℃) 0.85～1.0	(100℃) 0.85～0.95
粘度 (cp)	—	(250℃) 0.5～1.5	—	—

(c) 運転(操作)条件

本体回転数 ; 6000 r/m (遠心力 3,200G) --- S55年度は 6000 r/m (2,100G) も実施
スクリュー回転数 ; Δr = 50 r/m ---- 5～60 r/m の調節が出来る
操作圧力 ; P = 8 kg/cm²G ---- 6～10 kg/cm²G の操作を実施
操作温度 ; T = 180～290℃ ----100～330℃ の 〃 〃
フィード量 ; 280～450 kg/H ----250～1300 kg/H の 〃 〃 (S55年度)
アンチソルベント添加率 ; 0 ～ 35%
炭種 ; ワンドアン炭 ------赤平炭での運転は S55年度に実施している.

運転時間 ; 延1700 Hr
(連続 100 Hr, 50 Hr, 30 Hr の組合せにて)

(2) 解析結果の考察

各因子に対し最も顕著な相関々係を示したのは AS添加率と OF量/FD量 に対する ASH, IOM 除去率 及び ASH/HI, IOM/HI との関係である。他の因子に対するものも おおよその傾向は示している。

この事は 多くの因子の 相互作用により その最適条件を複雑にしている事を物語る。

全体として云える事は 物質収支の精度が今一歩であり ASH, IOM 等の個々の物質収支の精度のバラツキが大きく，本書ではこの精度の ±20% 以内のものをベースとして，以下に解析結果を記載する。

(2)-1 ASH, IOM 除去率に関して

(a) (AS添加率 / OF量/FD量) に対する性能 (Fig- 1, 2 参照)

最も顕著な相関々係がみられ FD量 300~400 kg/H, FD温度 250~290°C の範囲で ASH, IOM 除去率等に対する AS添加の効果は

① OF量/FD量 65~80%, AS添加率 15% 以上 で ASH/HI 0.2~0.5% 以下

② 〃 80~90%, 〃 30% 以上 で 〃 0.6~1.2% 以下

である。

①の場合 SRC中の HI=75% として SRC中の ASH=0.15% 以下が期待出来

② 〃 (即ち OF/FD=80% 以上) は低ASHの脱去は困難であろう

又 FD量が 400 kg/H 以上の場合は OF量/FD量 を下げる必要があると考える。

尚運転実績としては ①附近の条件下で ASH 0.15~0.2% の SRC が取出されて居る。

(b) OF量/FD量 に対する性能 (Fig-3 参照)

FD量 280~450 kg/H, FD温度 180~300°C の範囲で 顕著な相関々係がみられる

即ち AS添加率の夫々に従い OF/FD を下げると除去率はアップする。云い換えれば AS添加率に無関係に OF/FD が除去率と密接な関係にあり，これは遠心分離機の性能より当然の事であるが，運転結果の正しい事を証明している。

Fig - 1

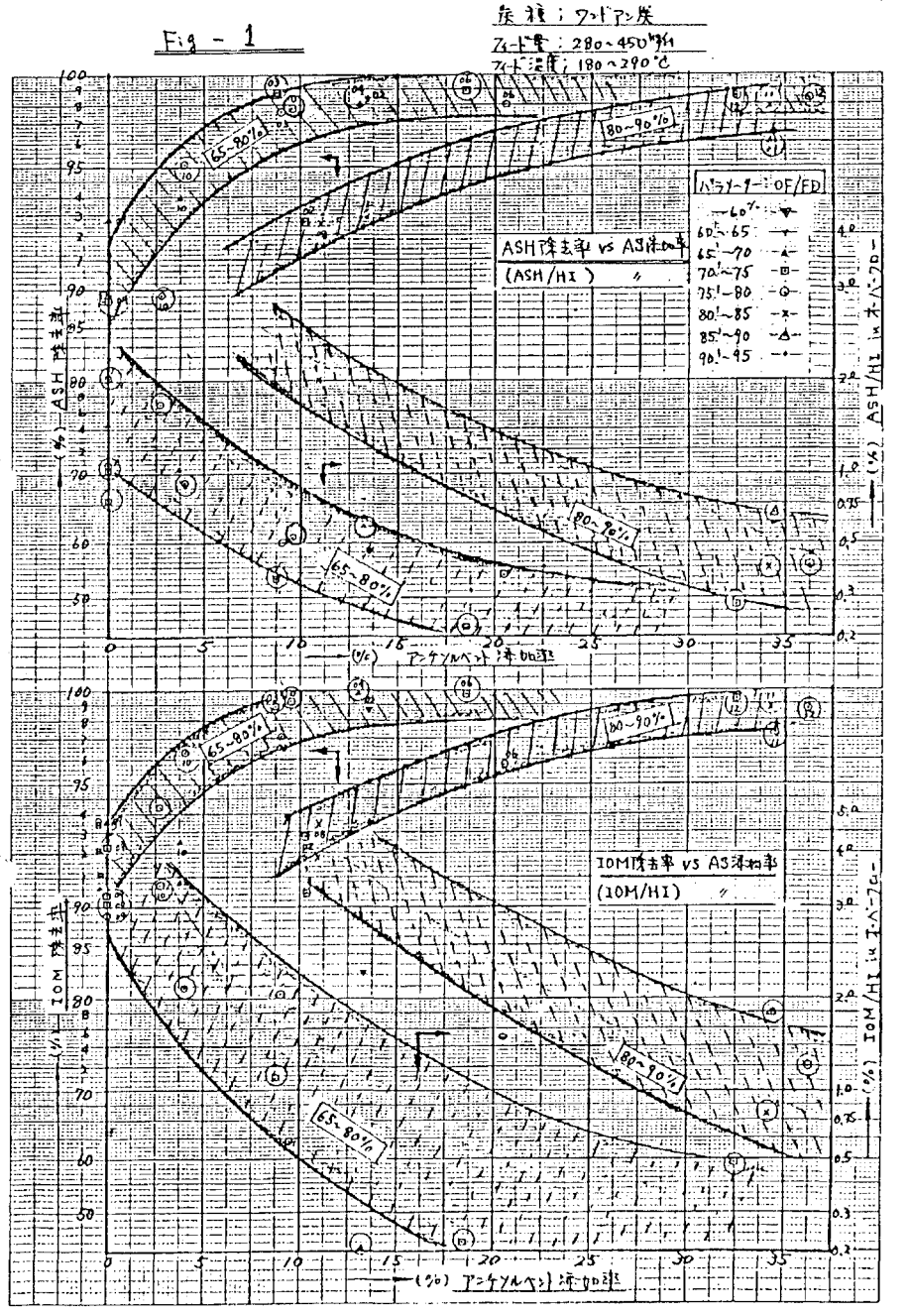


Fig - 2

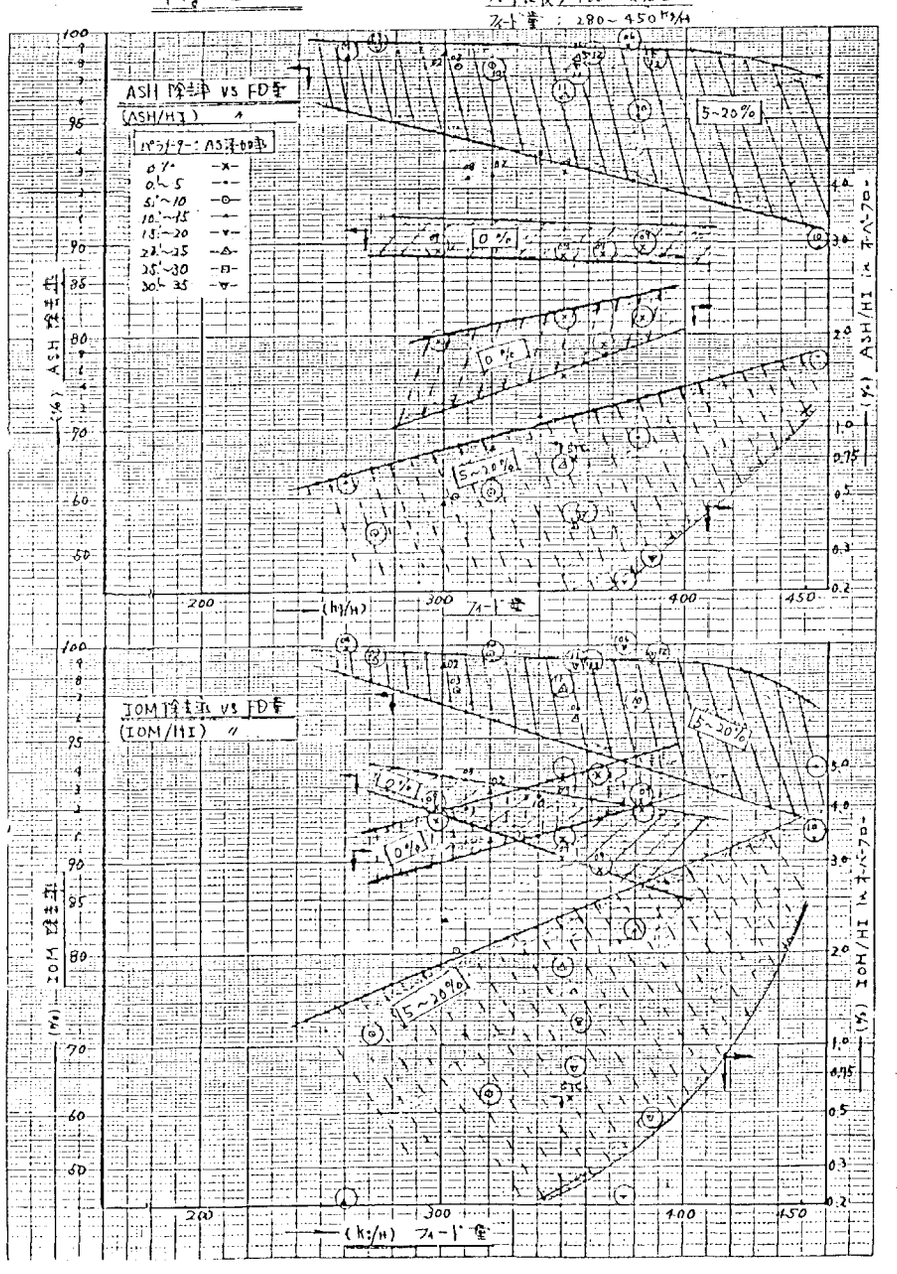
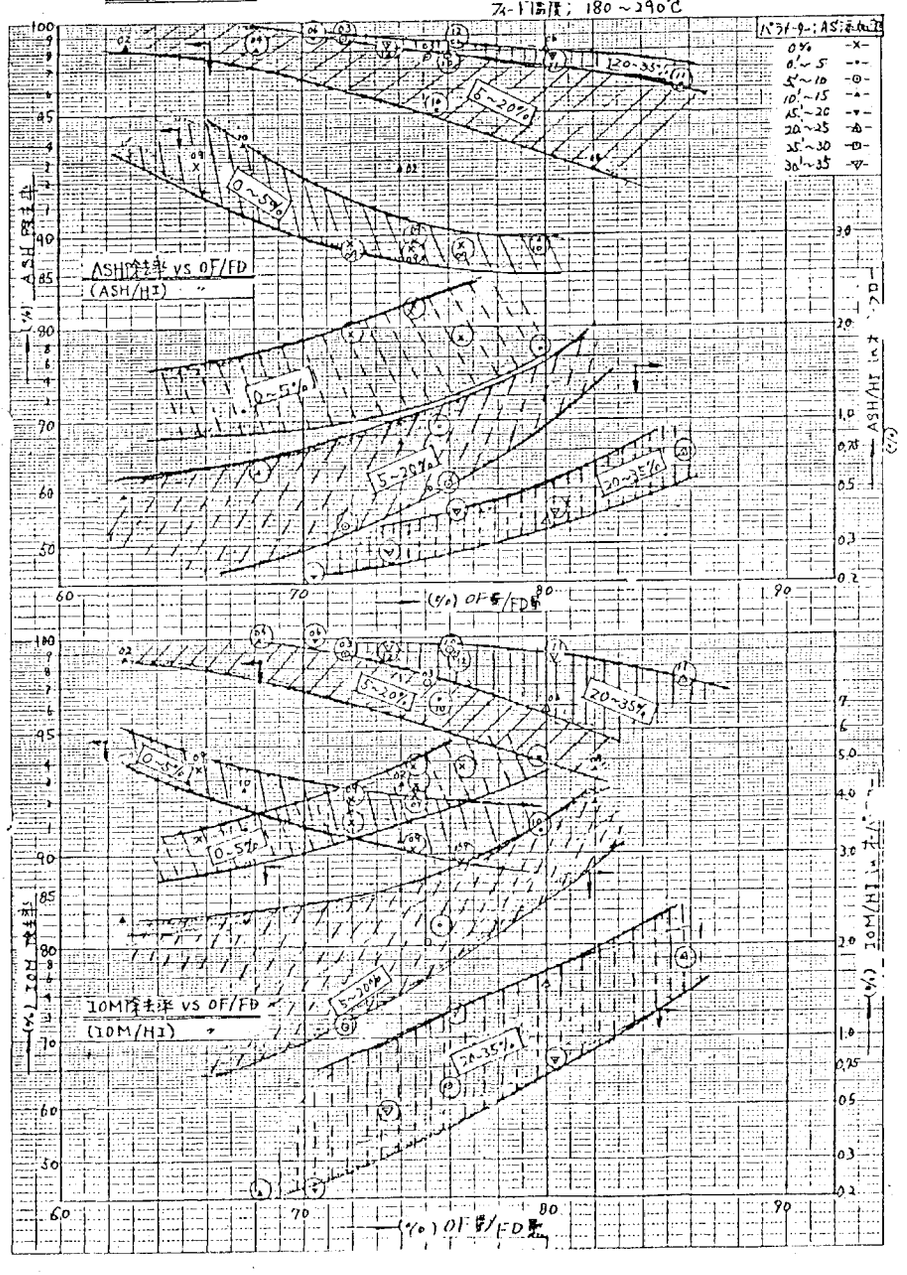

炭種：ワンドアン炭
スート温度：180～290℃
スート量：280～450 kg/H
ASH除去率 vs FD量
(ASH/HI)
パラメーター：AS浮遊率
0%
0.1～5
5.1～10
10.1～15
15.1～20
20.1～25
25.1～30
30.1～35
5～20%
0%
ASH除去率 (%)
ASH/HI に オーバフロー (%)
(kg/H) スート量
IOM除去率 vs FD量
(IOM/HI)
IOM除去率 (%)
IOM/HI に オーバフロー (%)
(kg/H) スート量

Fig - 3


炭種：ワンドアン炭
スート量：280～450 kg/H
スート温度：180～290℃
パラメーター：AS浮遊率
0%
0.1～5
5～10
10.1～15
15.1～20
20～25
25.1～30
30.1～35
0～5%
5～20%
20～35%
ASH除去率 vs OF/FD
(ASH/HI)
ASH除去率 (%)
ASH/HI に オーバフロー (%)
(%) OF量/FD量
IOM除去率 vs OF/FD
(IOM/HI)
IOM除去率 (%)
IOM/HI に オーバフロー (%)
(%) OF量/FD量

(c) (AS添加率 / FD温度) に対する性能　(Fig-4 参照)

① AS無添加の場合　FD温度が高い程　除去率はアップする傾向があり 270～290℃が上限と考えられる。　この時　ASH/HI　2%前後

② AS添加の場合は　200～300℃の範囲では　FD温度の影響はあまりみられない。

この事は AS添加の効果は　FD温度より　OF量/FD量 (又はFD量) に左右されると考えられる

(d) 粘度の影響　(Fig-5, 6 参照)

FD液の正確な粘度の測定が困難 (スラリーによりバラツキが大きい) な為　OF液の粘度による影響を見る事とした。
尚 S56年度の粘度測定ポイントが少ないので　S55年度のデーターを組み合わせ解析を試みた結果

① 粘度低により　除去率はアップし　ASH/HI も下る。

② 赤平炭と WANDOAN炭の比較では　赤平炭の方が　除去率 又は ASH/HI に関しては若干良い傾向を示している。
これは FDのHI濃度 との関係によるものと考えられ、次項にて触れる事とする

* 赤平炭の場合　沪過速度系数は低いが　HI 濃度が低い傾向にある。

(e) FD組成 (HI, QI) の影響

データーのバラツキが大きく　明確な相関は見出し難いが、傾向としては次の事が云える。

① HI 濃度が低い (HS濃度が高い) 程　除去率はアップする
　　従って　ASH/HI は下る傾向にある。

② QI濃度も低い (QS濃度が高い) 程　除去率はアップする

しかしこれらは AS添加率、FD温度により 相当の中でバラツキがあり 定量的な数値はつかめない。

尚 BTC (住金/波崎 スラリー) の除去率は　HI 濃度が低いにも拘わらず 極端に悪い (約64%) のは別の要因と考えられる。

Fig-4

炭種：ワンドアン炭
フード量：280～450 kg/H

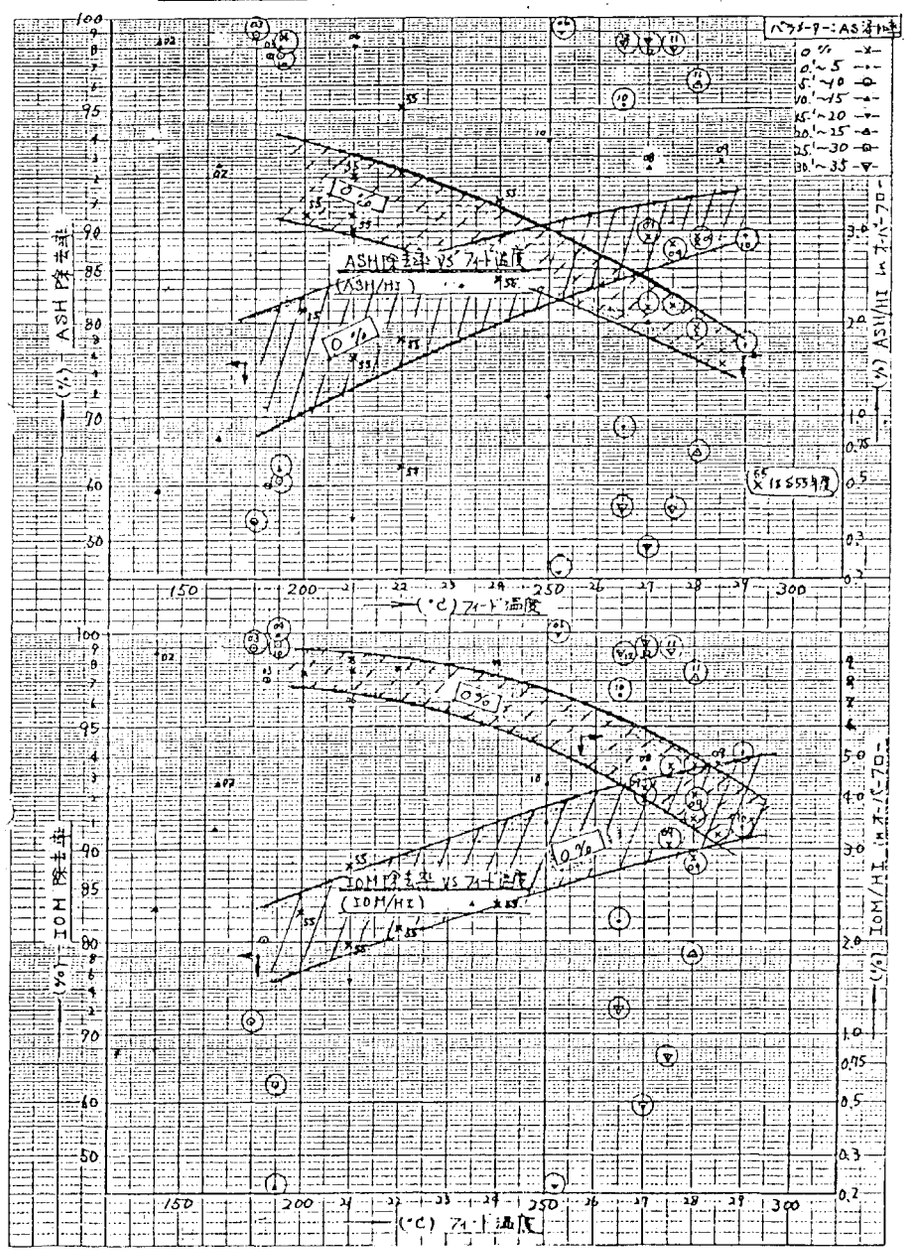


Fig-5

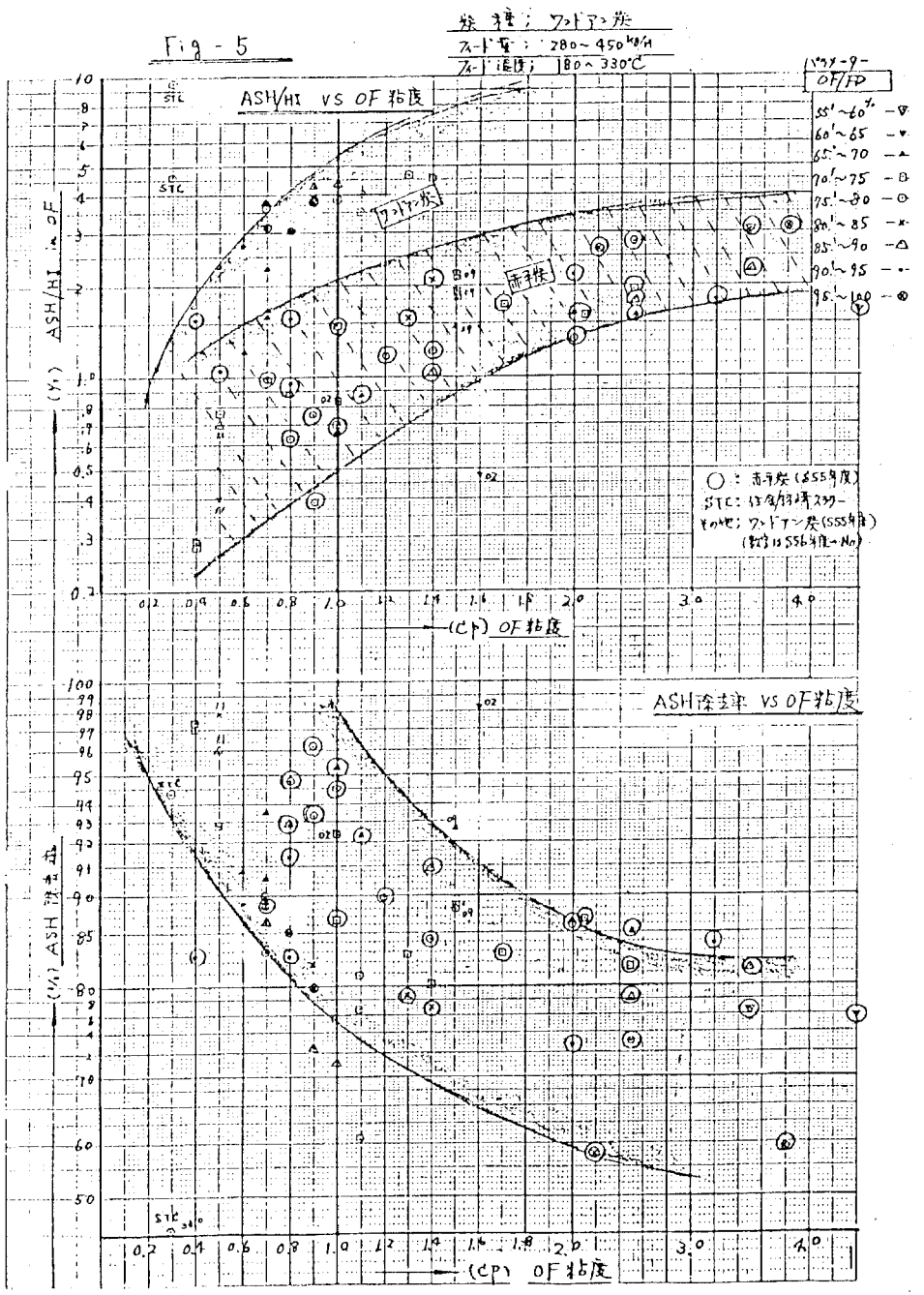
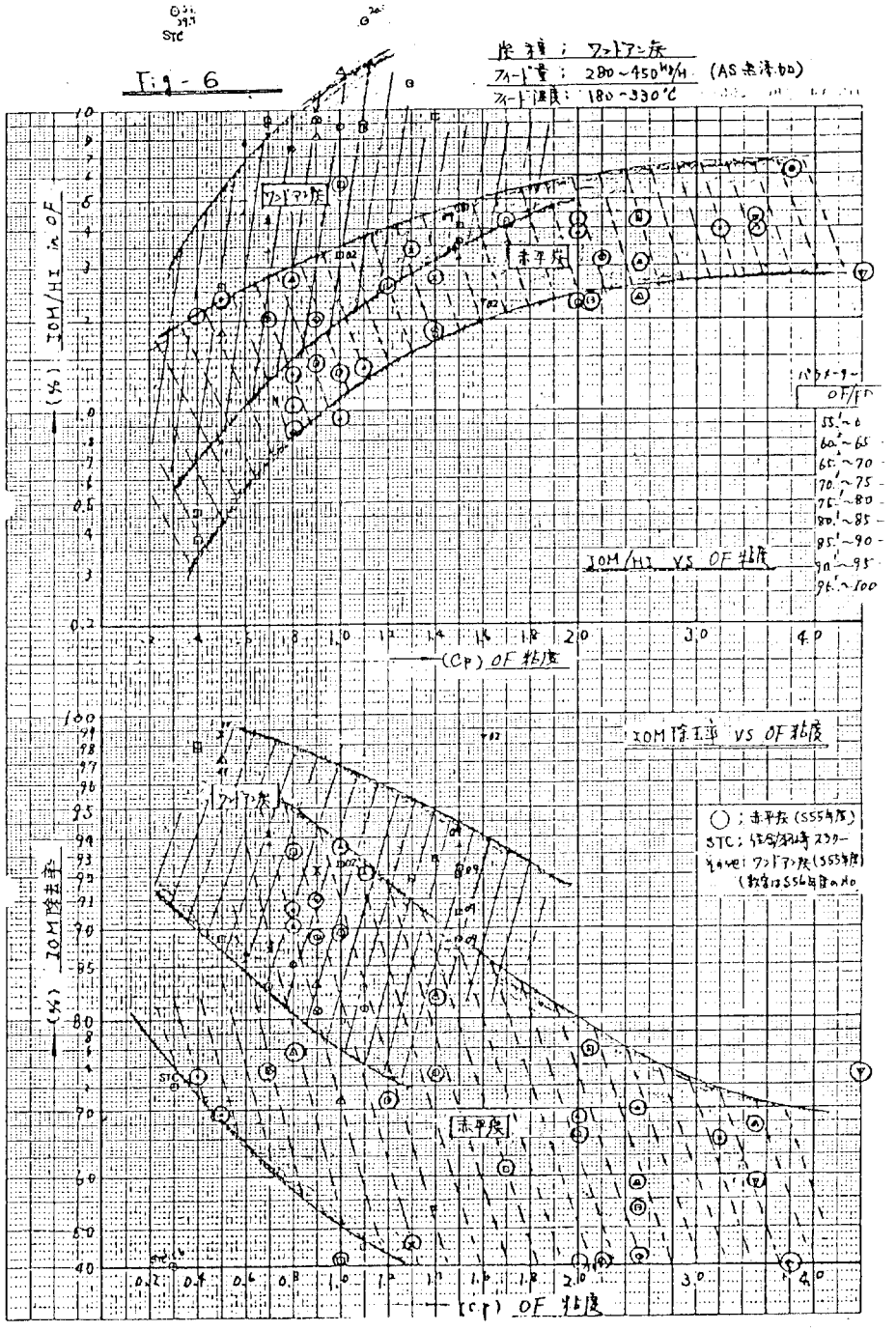

炭種：ワンドアン炭
スート量：280～450kg/H
スート温度：180～330℃
ASH/HI VS OF粘度
ASH除去率 VS OF粘度
ワンドアン炭
赤平炭
パラメータ OF/FD
55'～60%
60'～65
65'～70
70'～75
75'～80
80'～85
85'～90
90'～95
95'～100
○：赤平炭(S55年度)
STC：住金/羽場スター
その他：ワンドアン炭(S55年度)
(数字はS56年度のNo)
ASH/HI in OF (%)
ASH除去率 (%)
(CP) OF粘度

Fig-6


炭種：ワンドアン炭
スート量：280～450kg/H (AS未洗炭)
スート温度：180～330℃
ZOM/HI VS OF粘度
ZOM除去率 VS OF粘度
ワンドアン炭
赤平炭
パラメータ OF/FD
55'～60
60'～65
65'～70
70'～75
75'～80
80'～85
85'～90
90'～95
95'～100
○：赤平炭(S55年度)
STC：住金/羽場スター
その他：ワンドアン炭(S55年度)
(数字はS56年度のNo)
ZOM/HI in OF (%)
ZOM除去率 (%)
(CP) OF粘度

(f) ロト(スクリュー回転数)とUF量との関係

一般にはロトとUF量とは密接な相関関係にあるが本運転データを見る限りにおいては全く関係がなくUF量のバラツキが非常に大きい。この事は物質収支の精度にも影響していると考えられ、この問題に関しては別途「スケールアップの項」にて触れる事とする。

(g) まとめ

以上より除去率アップの為の傾向、最適条件は下表のごとくなる。

条件	ASH, IOM 傾向	除去率 適値	備考
AS添加率のUP	UP	15%～	ASの均一混合がポイント。
OF量/F量のDOWN	UP	～70%	UF量の調節が難しい。
FD温度のUP	UP	250℃～	
OF粘度のDOWN	UP	～1cp	概略値
HI, QI in FDのDOWN	UP	HI ～20% QI ～10%	概略値
FD量のDOWN	UP	～350 kg/H	遠心分離機能力としてはDOWN
回転数(遠心力)のUP	UP	6000rpm～ (3200rpm～)	予測(運転では未確認)

上記の条件にて
- ASH, IOM 除去率 98%以上
- ASH/HI 0.2%以下 (ASH/SRC 0.15%以下)
- IOM/HI 0.3%以下

となり得る。(現状は連続安定に達していない為)。

尚SRC中のASHに相当量のFe分が含まれていると推測され(現在分析手法を検討中)。Fe分を除けば実質、現状より更に低ASH in SRCと考えられる。

(2)-2 As, PA 回収率に関して

(1)-(a)項で触れたごとく算出式によりかなりのバラツキが見られ、物質収支の精度及び分析精度の悪い事が相乗作用として結果に表わされているものと考える。

同時に遠心分離機ではAs, PAを機械的に分離(回収)する事が困難であると考えられる(特にPAの分離に関して)。

従って本項では一応の傾向として現われているものを下記する。

(a) (AS添加率 / OF量/FD量) との関係

① AsはAS添加率, OF/FDとは無関係に95%以上の回収が期待出来る。(但しFD量～450 kg/H, FD温度180～290℃の範囲にて)

② PAはAS添加率のアップ、OF/FDの減少と共に回収率がDOWN(即ち除去率はUP)の傾向にある。

(b) FD量との関係

① FD量280～450 kg/Hの範囲ではAs回収率は無関係に95%以上。

② PAはFD量の上昇と共に回収率はアップする傾向にある。平均回収率は60～70%(従ってPA除去率は30～40%程度)

(c) FD温度との関係 (Fig-7. 参照)

① As, PA回収率共FD温度を下げるに従い回収率は下る傾向にある。

② 特にPAの場合(a)項にも触れたがOF/FDの減少により回収率はDOWNする傾向が比較的明確に現われている。

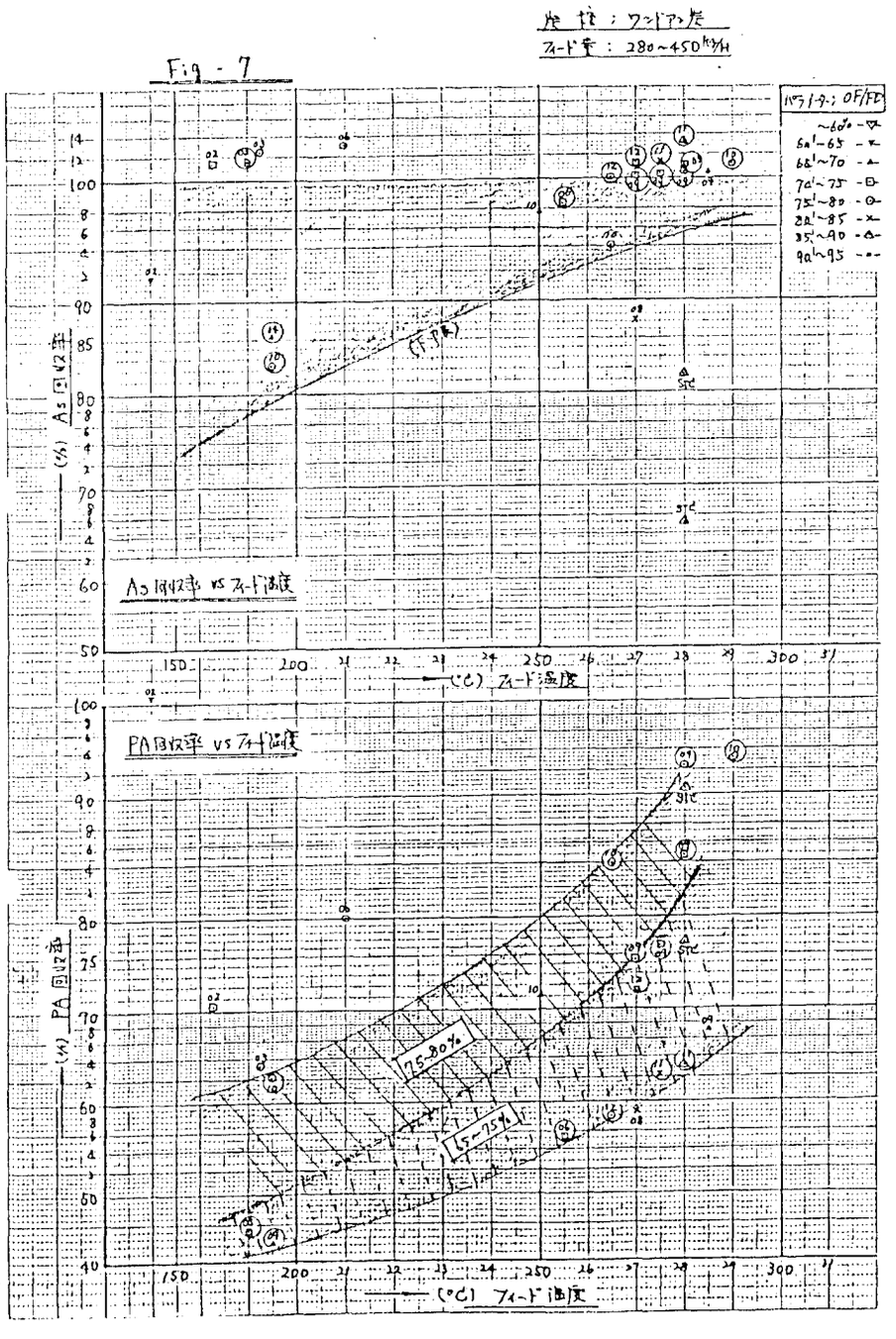
(d) HI in FDとの関係

① AsはHI in FDの減少と共に回収率はUPする傾向が見られるがそれ程顕著ではなく殆ど相関がないと考えた方がよい。

② PAはHI in FDの減少と共に回収率はDOWN(即ち除去率はUP)の傾向が比較的顕著である。

(e) OF粘度の影響

55年度のデーターが少ないので一部55年度のデーターを推定し解析した。



① As の場合 OF粘度が 0.5~1.6 程度の範囲ではあまり関係なく，その回収率は 95% 以上と考えられる．（粘度高で回収率は若干下る傾向がみえる）

② PA は OF粘度低により 回収率は DOWN する傾向が見られる．

(4) まとめ

以上より As, PA の回収率，（除去率）に関する傾向は下表の通りである

条件	PA 除去率	As 回収率
AS 注加率 の UP	UP	あまり影響なく 95% 以上
OF量/FD量 の DOWN	UP	〃 〃
FD 温度 の UP	DOWN	UP
OF 粘度 の DOWN	UP	UP の傾向
HI in FD の DOWN	UP	UP の傾向
FD量 の DOWN	UP	あまり影響なく 95% 以上

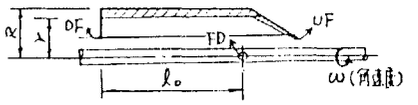
(3) スケールアップの考察

本項は当所に於て採用している遠心分離機 ノーボー(巴工業㈱)との
スタディを参考としてまとめたものであり 現在運転している機種に対し
そのスケールアップ手法，能力比，稼動率(操作性，メンテナンス)，更には機種の
一部改造等につき概要を記す。

(1) スケールアップ手法 及び能力比

デカンターの処理能力は一般には円筒ボールの沈降面積 Σ で決る。
即ち

$$\Sigma = \frac{2\pi\omega^2 l_0}{g}\left(\frac{3R^2+r^2}{4}\right) \quad (cm^2)$$



一方 重力場に於ける沈降速度 V_g は

$$V_g = \frac{\Delta P\, d^2\, g}{18\mu} \quad (cm/sec)$$

ΔP：固体と液体の比重差 (g/cc)
d：固体の最小粒径 (cm)
μ：粘度 (cp)

デカンターの処理能力 Q_0 と Σ, V_g との関係は

$$\frac{Q_0}{\Sigma} \propto 2V_g$$

であり Q_0 は $2V_g \cdot \Sigma$ と比例関係にある

以上より同機種での現在製作されているものの能力比関係は概略
次の通りである。(本表では必らずしも処理能力は Σ に比例していない，
これは大型化によるスケールメリット等実績より決めた事による)

型式	遠心力	Σ (cm²)	耐圧(kg/cm²)	耐熱(℃)	能力比
* P-850 HT	2100G	0.38×10^7	10	370	1
P-4450 HT	↓	1.57×10^7	↓	↓	10～12
P-7850 HT	↓	2.05×10^7	↓	↓	50～60

* NOTE：3T/D PDU に使用の型式は P-850 HT である。

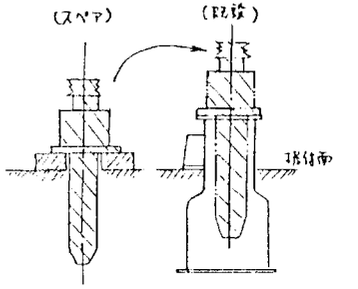
(2) 稼動率

過去の同機種での運転実績よりみて SCALE UP による その操作性，
メンテナンスを考慮して次の事が考えられる

1) 操作上の問題に関しては 全く変らず オペレーター等の人員構は
不要であり 数台の運転監視が出来る。
保全より見た場合，定期的(0.5～1 Year)はオーバーホールも据付現地
にて十分に出来る。この場合 およそ 15～20 MAN-DAY (3人にて) 程度が必
要である。

数台の設備の場合，1台分の据付スペース上に回転筒部分のみをスペア
として常設しておき オーバーホール時に
この部分のみを取替える といった方策
が現在最も一般に行われている。

(右図参照のこと)



従って年間稼動率(1カニカル上)は 通常(トラブル)時の LOSS 等を
見込み 95% 以上は確保出来る。この数字は過去の同機種になる
他のプラントの実績よりみても妥当であるが，長時間運転による問題点は次項にふれる。
尚 現在 日本国内に於て 同機種の大型機 (P-6100) が
稼動中である。 (参考として 構造寸法図を次頁に添付する)

(3) 問題点と今後の課題

(a) 本機種で現在問題となっているのは UF量の調節が難しい
(というより寧ろ コントロールが出来ない) という事のみであり，その為に
安定運転に到らず 非常に良い結果と悪いデータとが混在している。

この原因としておよそ次の事が考えられる。

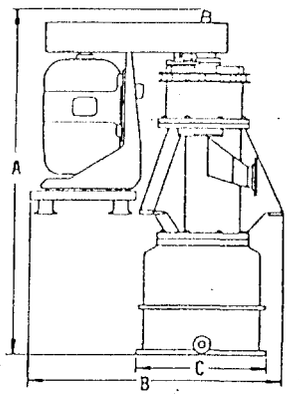
① UF の固形分が完全なる SOLID でなく 50% 程度の
微粉末と As, PA 等がコロイド状となり スクリュー回転数の
調節だけでは 定量的な抜出しを困難としている。
(BPS ケーシングとスクリューとのクリアランス内で UF液がスリップを
起し 定量的な一定流量の排出を阻害している)

② スクリュー部分で固形分が付着→排出を繰返している。

本件に関しては 水処理設備等 よくある現象であり この為に
特殊設計がなされて居り，スケールアップ前 そのような改造
により 充分な性能が保証される事を確認する必要がある。

(6) 長時間運転を行った場合の問題点としては Erosion, Corrosion が ベアリングの寿命が考えられる
現在 延 1700HR の運転（1回のRUNでは連続 100HR 5つRUN実施）を行った結果では ライドロのまわり 及び下部ベアリングに損傷がみられた。
ライドロのまわりは 約1000HR 後に発見されたが，部分改造により現在迄異常は認められていない。
ベアリングについては 型式変更にて解決されたと考えている。
今後は長時間の運転により，その他のメカニカルエの問題点をチェックする必要があり。
以上 現状より見て LONG RUN 及び LIFE については十分保証されると考えている。

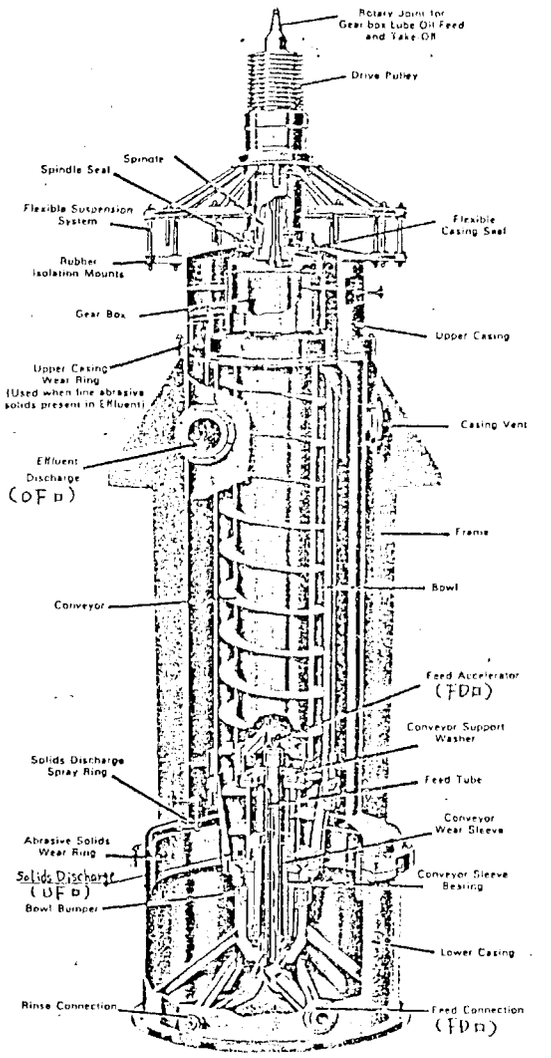
遠心分離機　ディメンジョン概要



ディメンジョン概要

	遠心力 G	耐圧 kg/cm²·G	所要電動機 KW	概略重量 kg	概略寸法 mm A	B	C
P-850	5400	0～10	11～15	650	1530	1530	700
P-4000	3200	0～1	37～45	1100	2020	2300	690
P-4400	3200	0～1	45～55	1360	2510	2500	1000
P-4450	3200	0～10	45～75	1550	2590	2500	700
P-4700	3200	0～1	75～110	3700	3670	3500	1040
P-4750	3200	0～10	75～132	4200	3770	3500	1030
P-4900	3200	0～1	110～132	4300	4320	3500	1340
P-4950	3200	0～10	110～150	4900	4420	3500	1030
P-6000	3200	0～1	150～220	7720	4400	4130	1510
P-6100	3200	0～10	150～280	8720	4550	4130	1280
P-6800	3200	0～1	190～250	10660	5550	4130	1510
P-7700	2780	0～1	220～300	10660	5080	4300	1510
P-7850	2100	0～10	～300	〃	5550	〃	〃

遠心分離機　構造・寸法図
（竪型デカンター）



▲P-6800 SUPER-D-CANTER

竪型SUPER-D-CANTERの分離原理は横型と全く同じですが、密閉用シールの信頼性が高く、ベアリングの保守が容易な竪型SUPER-D-CANTERは

- 供給液が有機溶剤である場合
- 供給液の温度が高く、蒸気圧以上の圧力下で分離する場合
- 脱水された固形物が発火性を有する場合
- 供給液が有毒である場合
- 供給液の臭いが激しい場合の分離・脱水に使用されます。

- PP(ポリプロピレン)
- PE(ポリエチレン)
- PX(パラキシレン)
- TPA(テレフタル酸)
- PTPA(高純度テレフタル酸)
- CMC (カルボキシ、メチルセルロース)
- ポリカーボネート樹脂
- 高分子凝集剤
- アルキルアルミ
- 塩化アンモニウム
- 酸化防止剤
- ベンゼン・ヘキサクロライド
- エチレンジクロライド中の塩
- 触媒回収
- ラクトース脱水
- ナフタリン回収
- 石炭液化工程中のアッシュ除去
- メタノール中の蛋白
- 有機溶剤中の塩除去
- 有機溶剤中のカーボン除去
- し尿汚泥の脱水
- 下水汚泥の脱水

(ハ) 57年度運転実績と計画

① 運転実績（Run 要約）

Run No	日付	時間 Hr	抽出条件	固液分離条件	基油条件	内容
01	3/6 ～24				加温溶剤による調整運転	装置の把握，運転技術の習得 問題点の抽出
02	5/11 ～16	145	ワンドアン法 33% 440℃×32分	A.S. 10% 150℃ 3,100G	仝　上	仝　上 旧設備基油 SRC灰分0.3～0.5%
03	5/26 ～30	17	仝　上	A.S. 10% 200℃ 3,100G	分離液フィード (工程別運転)	減圧塔より抽出出来ず（固化する） 旧設備基油に切替 SRC灰分 0.2～0.3 %
04	6/9 ～12	135	仝　上	仝　上	仝　上	減圧塔 SRC 抽出出来ず（閉塞）中断 常圧塔関係 略 OK、
05	6/29 ～7/1				04の分離液をフィード	仝　上
06	7/1 ～16	19	ワンドアン法 33% 440℃×32分	A.S. 20% 260℃ 3,100G	分離液フィード (一貫運転)	SRC抽出に成功，石炭在庫切れ中断 SRC灰分 0.2% SRC抽出三方弁シート破損
07	7/19 ～20		渡崎1号 ドンコ 抽出スラリー ワンドアン法 440℃	A.S. 0% 260℃ 3,100G		旧設備基油 SRC灰分 2%
08	8/8 ～11	35 50	ワンドアン法 33% 440℃×32分	A.S. 20%, 10% 270℃ 3,100G	分離液フィード (一貫運転)	A.S 20%で再沈殿トラブル，10%時スラリー固化中止 基油 SRC分離不良 SRC灰分 0.4%
09	8/31 ～9/3	100 100	ワンドアン法 29% 440℃×30分	A.S. 0% 270℃ 3,100G	分離液フィード (一貫運転)	略順調に推移した。 SRC灰分 1.7%
10	9/22 ～10/3	91 100	仝　上	A.S 10% 5% 200℃ 3,100G	仝　上	A.S 10%で再沈殿，5%でも同様。 計画しながら継続 SRC灰分 1.2% (A.S. 5%)
11	10/3 ～6	40 70	仝　上	A.S. 30% 230℃ 3,100G	仝　上	F-031, F201, F202・加熱炉3台トラブル F-210 トラブルにより中止
12	11/30 ～12/3	75 150	仝　上	仝　上	仝　上	当初50h 基油安定，SRC抽出良好(F210) F201(基油ライトポンプ)トラブルにより中止 SRC灰分 0.12%，PSRC 0.18～0.45%

② 計画

1～2月度は定期解体点検を行い各機器の状況を把握すると共に3月初旬の圧力容器検査に備える。

検査終了後は直ちに再組立調整を行い中旬に Run (100h) を実施し57年度に備える。

(V) 結論

(1)当初の目標であった低灰分SRCの製造については略達成の目途をえた。即ち実規模プラントにおいてワンドワン法抽出スラリーを遠心分離機とA.S(anti-solvent)の組み合せにより固液分離を行い0.2%以下の低灰分SRCを生産した。又半年前はA.S無添加で同様の成果を得た。別にワンドワン法と赤平炭を混合抽出スラリーを処理して好結果を得ている。

尚このSRCの二次水素化については住友金属鉱山(株)(研究成果)進行中であり成果が期待される。

(2)固液分離機として選定した遠心分離機も機械的な信頼性等当初の目的を達したと云える。即ち100h連続運転を含む全ての試験を通じて遠心分離機に致命的な機械的トラブル発生はなかった。耐久性については他で多数稼働している大型機の実績から問題は少いと推測出来る。

(3)遠心分離機を中心とした固液分離システムについては各機器も略目的とした性能を発揮したがA.S添加時再沈澱のトラブル等が発生した。又精度の高い物質収支データを収集する為に一部の機器を改造する必要が生じた。

特にシステム全体から観るとアンダーフローに随伴する溶剤相の回収ハバランスとから重要である事が認識された。

(VI)今后の課題

固液分離の目標も液化プロセスの要望と共に変りつつあるがやはり重要な部門であるとの認識を持ち固液分離システムの完成とノーハウの蓄積を図り研究を推進する。

①液化プロセスの要求に適応出来る広い性能を持つ固液分離技術を研究する。即ち住友プロセスに於ける位置付けを考慮し現状プロセスの仕上げの他A.Sを用いない粗分離の技術を研究する為に1t/d実験プラントの抽出スラリーを対象にした運転を行う。又二次水素化側からの別の要求に応えてSRC中のアスファルテンを分離する技術を研究する為の基礎実験に着手する。

②遠心分離機にも前一段の工夫を加えより効率の高い機械に改良する為に一部改造を行う。

③固液分離システムを完成させる為に溶剤回収装置が必要な事は前に述べたがこれを目的とした基礎実験に着手する。又物質収支データの精度向上の一部機器の改造を行う。

以上

資料1-2

住友石炭鉱業株式会社

Ⅲ. 3t/d石炭抽出スラリー固形分の粒度分布

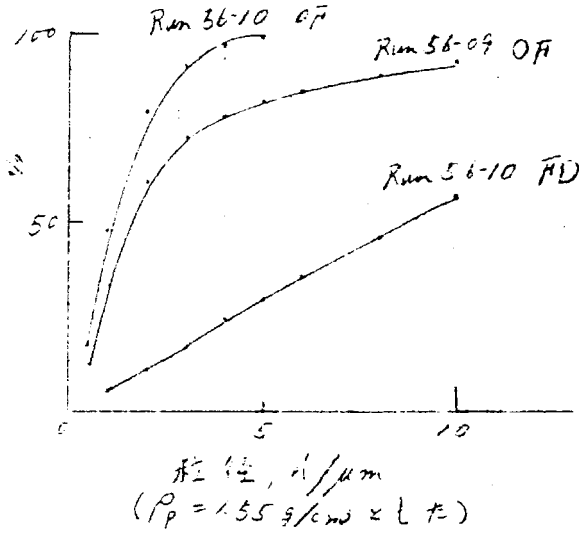
現在示唆の固液分離プラントでは，アンチソルベント無添加で約90%，20%添加で約99%の固形分除去率が達成されており，得られるSRCの灰分も0.2%まで低下する事が確認されている。今後SRC灰分の一層の低下を図る必要があるが，その際固液分離性の重要な因子の一つである固形分の粒径の把握が有益なものとなる。そこで，ここでは遠心分離器の前後における固形分粒度分布の測定を試みた。

試料：Run 56-09（アンチソルベント無添加）オーバーフローのキノリン不溶分
Run 56-10（アンチソルベント5~10%添加）オーバーフロー，およびフィードのキノリン不溶分

測定装置：島津遠心沈降式粒度分布測定装置 SA-CP2-20型

測定結果：

- 遠心分離器フィードには10μm以下の粒径のものが多い。
- 遠心分離器に比べ10倍の固形分粒子群表の代表粒径は5μmであるがアンチソルベント無添加の場合オーバーフロー液中に5μm以上の粒子が含まれている。
- アンチソルベントの添加により，無添加時にオーバーフローに含まれた比較的大きな粒子（5~10μm）はほぼ完全に除去される。



- より高い固型分除去率を上げるには，微粒子の除去が必要となるが，このためには，アンチソルベントによる凝集方法の改善を図り，粒径を増す必要がある。

粒径測定上の問題点：

- 今のところ，測定回数は多くなく，また1回の測定試料も少量（約10mg）であるため，測定精度に難点がある（この点に関しては今後測定点を多くとることにより改善する）。
- 測定試料（キノリン不溶分 at 80°C）とプラント遠心分離器中での試料（吸収油不溶分 at 300°C）とでの粒径の違い。

赤平アンチソルベントの固形分凝集促進能

EPRI Report (AP-1779, RP774-1, Final Report April 1981) には清澄層界面の沈降速度がアンチソルベントの性状（C/H, 溶解度パラメーター δ）によって決定されると報告されている（図参照）。ここでは赤平アンチソルベントの，凝集促進剤としての位置づけに関する知見を得る目的でEPRI Reportの関係式［初期沈降速度 (v_i) = 33.5 − 8 (C/H) − 1.6 (δ)］からアンチソルベント成分についての v_i の算出を試みた。

成分		BP/℃	赤平Ansol (56-5-9 八高, VIF-2) 中の含有量 /wt%	C/H	δ*	v_i /cmhr^{-1}
デカン	n-$C_{10}H_{22}$	174	15.7	0.455	7.72	17.5
ウンデカン	n-$C_{11}H_{24}$	195	50.9	0.458		
ドデカン	n-$C_{12}H_{26}$	215	32.2	0.462	7.83	17.3
トリデカン	n-$C_{13}H_{28}$	234	0.1	0.464		
ヘキサデカン	n-$C_{16}H_{34}$	288	—	0.471	7.93	17.0
イソペタン	i-C_5H_{12}	28	—	0.417	6.63	19.6
イソオクタン	i-C_8H_{18}	99	—	0.444	6.85	19.0

表 1・3 溶解度パラメーター (δ)

溶媒	δ_t $(cal \cdot cm^{-3})^{1/2}$	溶媒	δ_t $(cal \cdot cm^{-3})^{1/2}$
イソペンタン	6.625	メチルイソブチルケトン	9.557
2,2,4-トリメチルペンタン	6.849	cis-1,2,-ジクロルエチレン	9.667
2,2,3-トリメチルブタン	6.942	1,2-ブロムエタン	9.587
n-ペンタン	7.012	アセトン	9.712
n-ヘプタン	7.242	ジオキサン	9.732
n-ヘキサン	7.423	塩化メチレン	9.879
n-ノナン	7.554	1,2-ジクロルエタン	9.910
n-デカン	7.722	メチルイソプロピルケトン	9.917
ジエチルエーテル	7.743	メチル-n-ブチルケトン	9.923
メチルシクロヘキサン	7.816	メチル-n-プロピルケトン	9.980
イソブチル-n-ブチラート	7.822	ジエチルケトン	10.02
n-ドデカン	7.832	ニトロベンゼン	10.4
n-ヘキサデカン	7.920	ブロモホルム	10.56
シクロヘキサン	8.192	ピリジン	10.58
エチル-n-ブチラート	8.223	メチレンヨード	11.8
n-ブチルアセチート	8.283	アセトニトリル	11.80
1,1,1-トリクロルエタン	8.544	アリルアルコール	12.30[1]
四塩化炭素	8.282	エチルベンゼン	8.8[1]
n-プロピルアセチート	8.673	プロピルベンゼン	8.7
トルエン	8.907	イソプロピルベンゼン	8.5
n-プロピルホルメート	8.925	o-キシレン	9.0
エトルプロピオネート	8.990	m-キシレン	8.8
メチルエチルケトン	9.025	p-キシレン	8.8
エチルアセチート	9.044	エチレングライコール	14.5
1,1-ジクロルエタン	9.073	メタノール	14.5
エチルブロミド	9.119	エタノール	12.9
ジイソプロピルケトン	9.123	$CFCl_2CF_2Cl$	7.0
メチル-n-アミルケトン	9.134	n-C_4F_9Cl	6.7
ベンゼン	9.147	n-C_7F_{16}	5.6
クロロホルム	9.210	$ClCH_2CH_2Cl$	10.0
シクロヘキサノン	9.255	$BrCH_2CH_2Br$	10.0
テトラヒドロフラン	9.317	CH_3CN	11.9
エチルヨード	9.490	$(CH_3)_3SiOSi(CH_3)_3$	7.0
クロルベンゼン	9.505		

○ δの値の得られなかった n-$C_{11}H_{24}$, n-$C_{13}H_{28}$ の v_i は n-$C_{10}H_{22}$, n-$C_{12}H_{26}$ の値とほとんど同じであると推定されることから，赤平アンチソルベントの平均的 v_i は約17cm/hr であり，これはEPRI Reportに示されている アンチソルベント中では最高の沈降促進剤に属すると言える。

○ Reportで示されたAnsol以外でも良好と思われるものについて，v_i を試算したが，赤平Ansolのせいぜい10%以下の値しか得られていない。

有機合成化学協会編"溶剤ポケットブック", P13, オーム社 (1967)

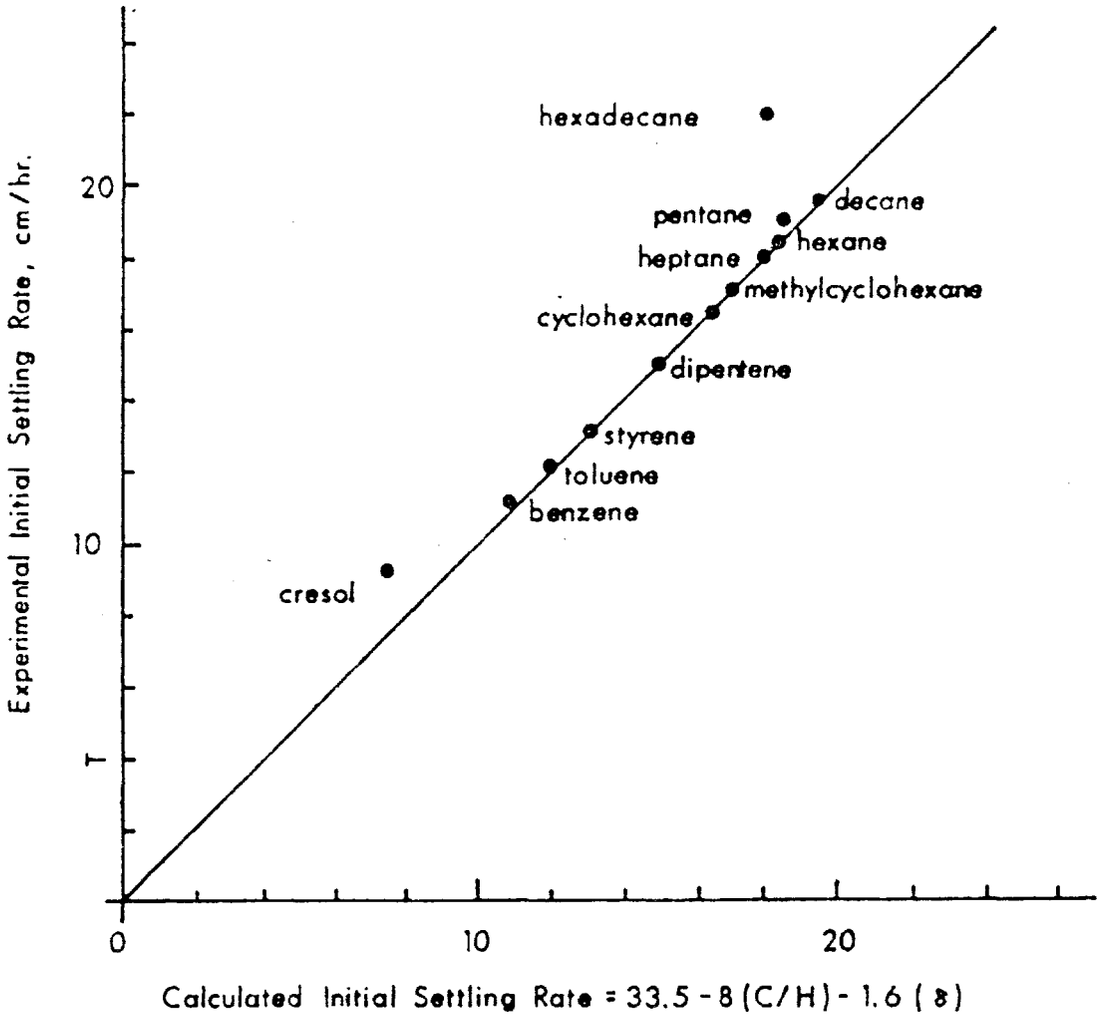


Figure 6-14. Correlation of initial settling rate with a linear combination of carbon to hydrogen ratio and Solubility Parameter of anti-solvent. (Conditions the same as in Fig. 6-5.) 攪拌：550 rpm 2 min at 105℃ → 250 rpm 8 min at 205℃ 沉降溫度 205℃

資料 1-3

2.4T/D 直接液化における固液分離

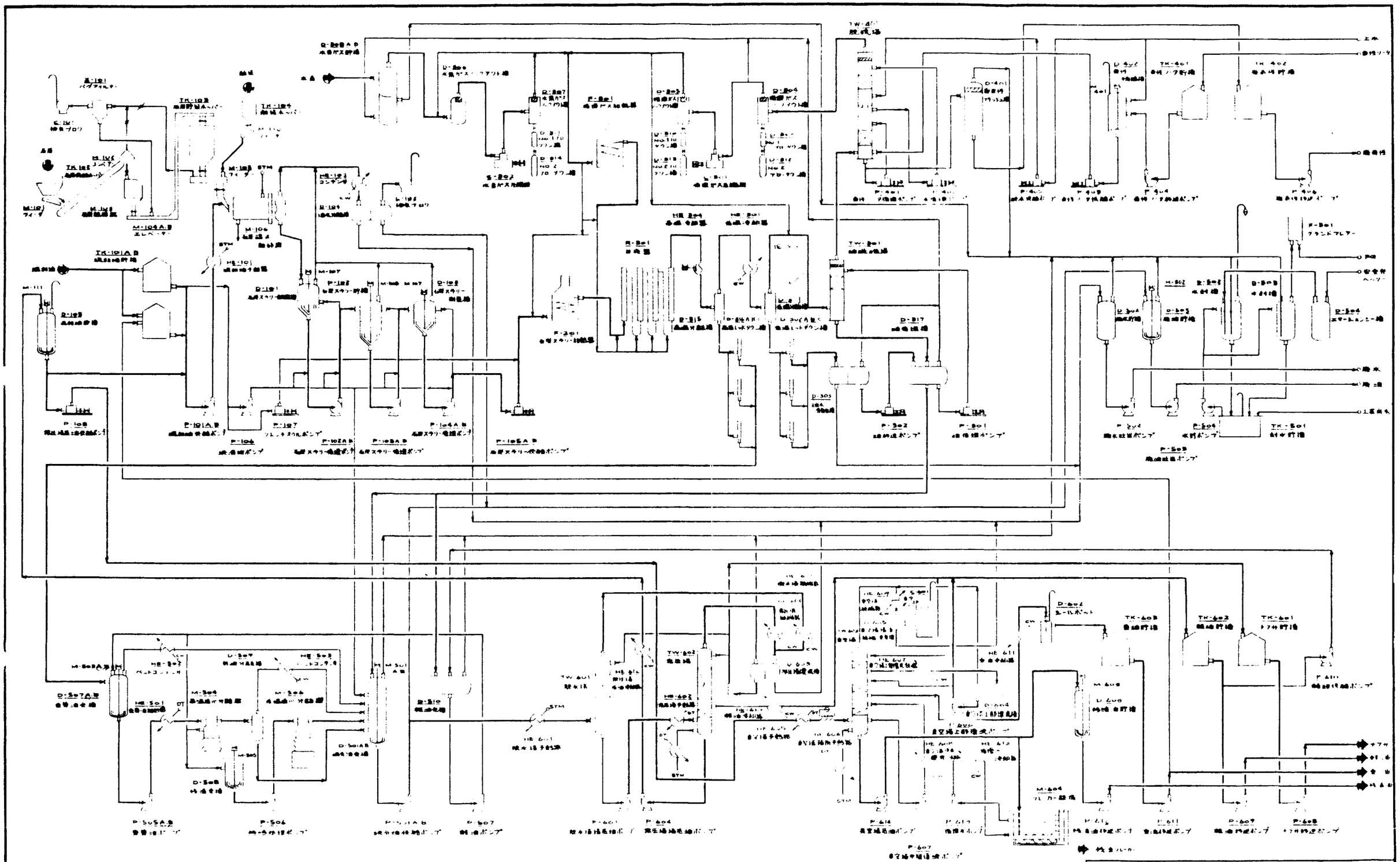
1. 遠心分離機による分離

液化油中の未反応炭，Ash，触媒等の固形分は遠心分離機により除去している。
反応器流出物は高温分離槽で重質油分と残りのガス分とに分離される。分離された重質油分はその中の固形分を分離するため高温遠心分離機に送られ上澄油と固形分に分離され，上澄油は蒸留系に送られる。残渣分は軽質油によりリスラリーされた後低温遠心分離機に送られて上澄油と残渣分に分離される。上澄油は高温遠心分離機よりの上澄油と同様蒸留系に送られ，残渣分は容器に受け入れられた後系外に送られる

2. 遠心分離機採用の目的 理由

1) 目的
蒸留系での固形分による沈降 コーキング等のトラブル軽減。

2) 理由
遠心分離機はメカトラブルがなければ取扱いが容易である。
米国で発生したトラブルは日本では解決出来た。



MITSUI ENGINEERING & SHIPBUILDING CO., LTD.
ENGINEERING & CONSTRUCTION HEADQUARTERS

REV	DESCRIPTION	BY	DATE	CHKD	DATE	APPD	DATE

NOTICE: THIS DRAWING SHALL NOT BE REPRODUCED, REPRODUCED, LOANED OR DISPOSED DIRECTLY OR INDIRECTLY NOR USED FOR ANY PURPOSE OTHER THAN THAT FOR WHICH IT IS SPECIFICALLY PROVIDED WITHOUT PRIOR WRITTEN CONSENT OF MITSUI ENGINEERING & SHIPBUILDING CO., LTD.

DEPARTMENT
APPD
CHKD
CHKD
DRAWN
JOB CODE

TITLE: 2.4T/D 直接液化実験プラント
プロセスフローシート

JOB NO: H651090
DWG NO: 04-AD0001
REV: ◇

資料1-4

ソルボリシス液化プラントの開発

昭和５７年２月２２日

三　菱　重　工　業　株　式　会　社

COAL
1'ST ST. REACTION
SEPA.
2'ND ST. REACTION

FIG. 1

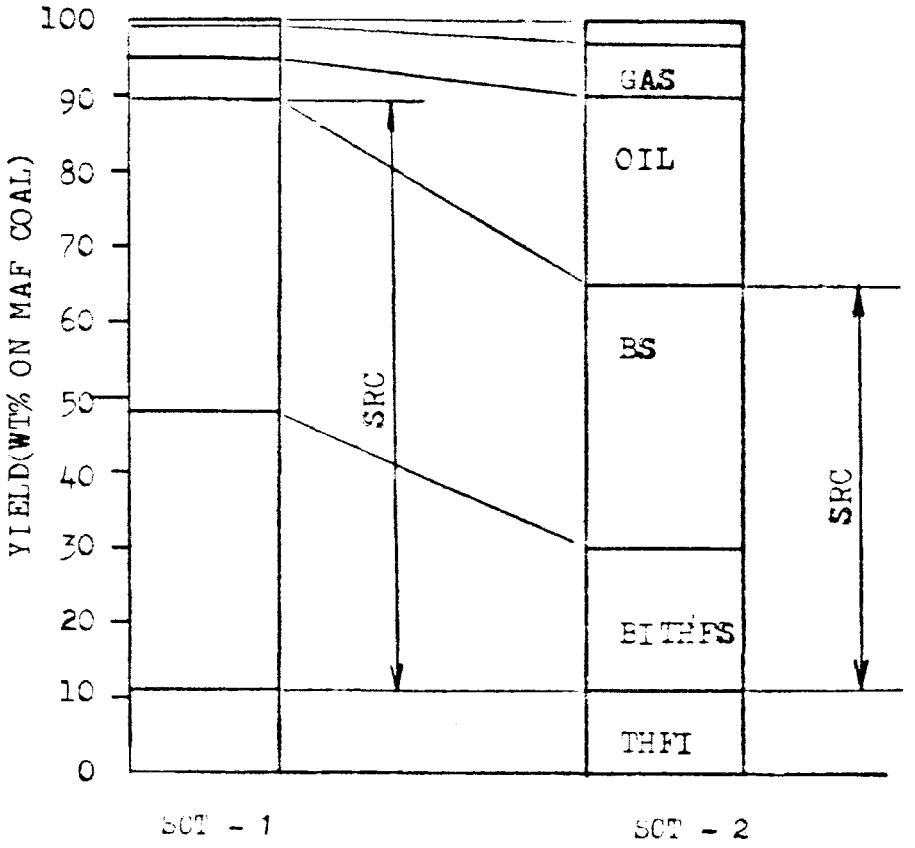

YIELD(WT% ON MAF COAL)
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
GAS
OIL
BS
BITHPS
THFI
SRC
SRC
SCT - 1
SCT - 2

FIG. 2

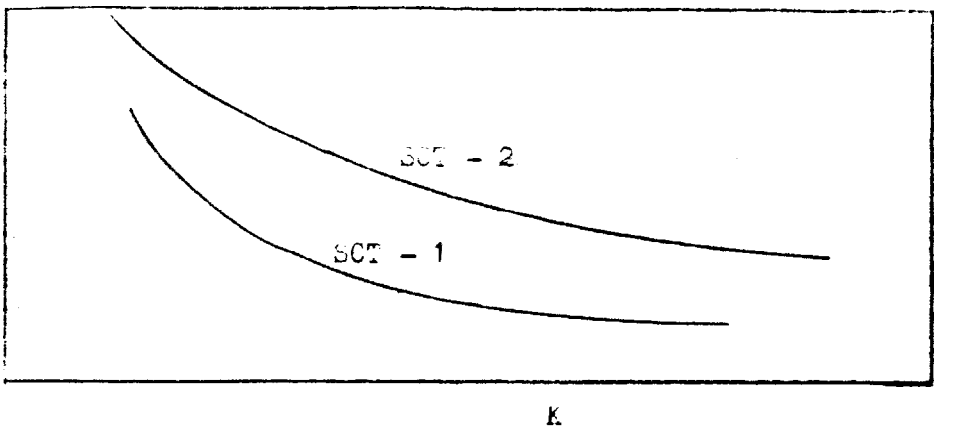


FIG. 3

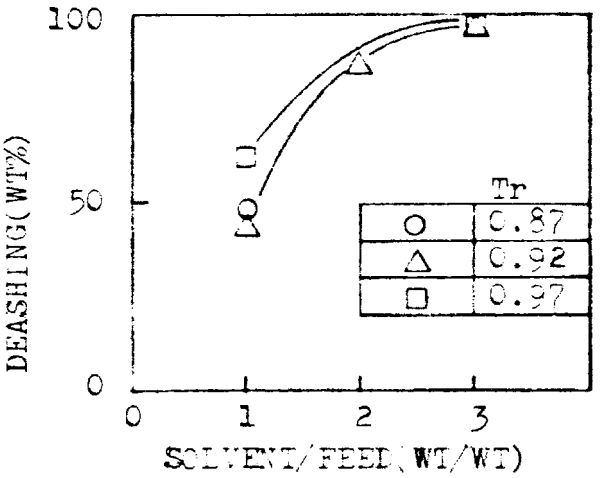


FIG. 4

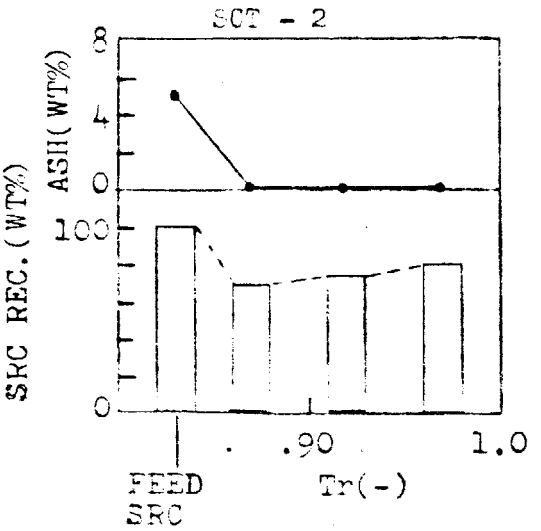


FIG. 5

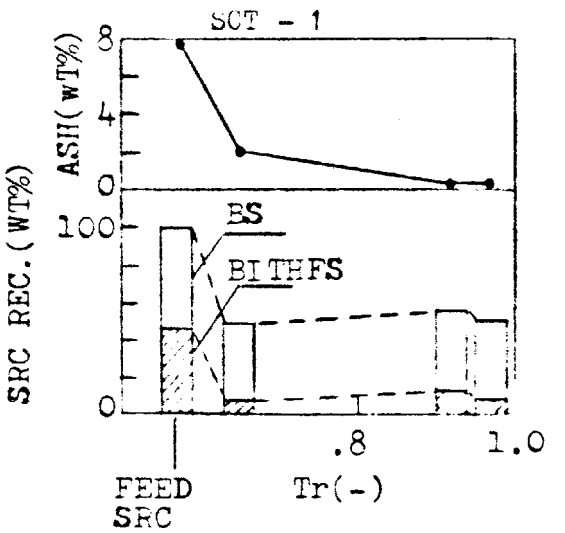


FIG. 6

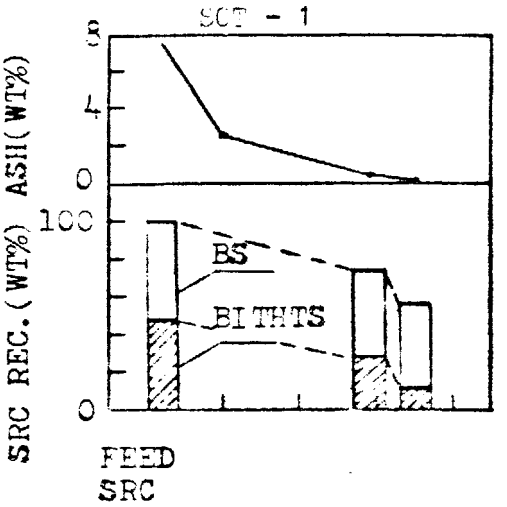
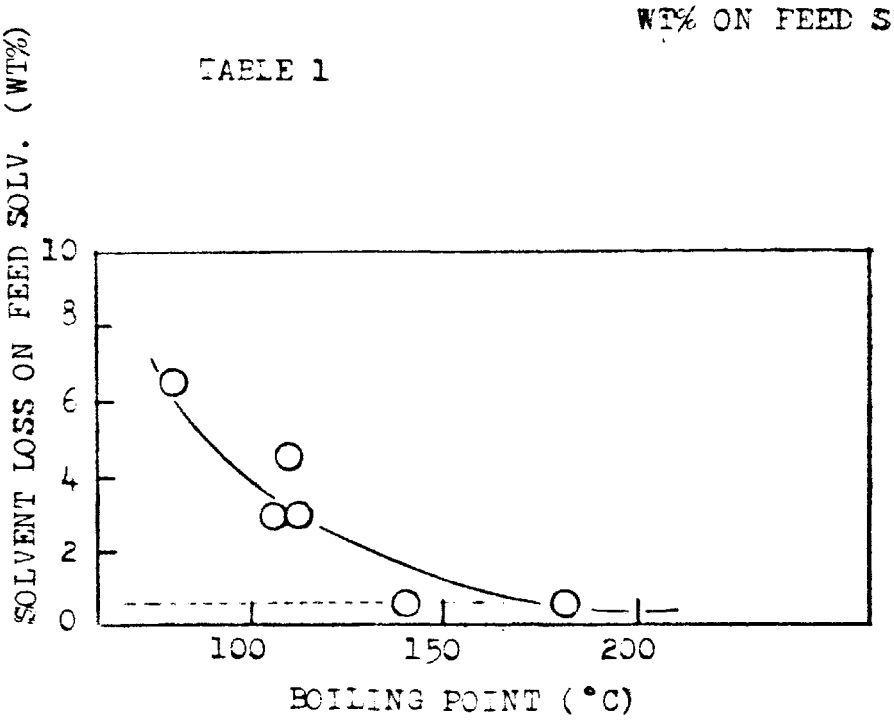


FIG. 7

	B.T.X	BP=80～160°C		
		A	N	P
1ST ST. REACTION	1.01	5.16		
2ND ST. REACTION	(0.95)			

WT% ON FEED SRC

TABLE 1



FIG, 8

資料1-5

1982 2. 22.

溶剤脱灰

日本褐炭液化株式会社

図-1 溶剤脱灰特性と溶剤種の関係

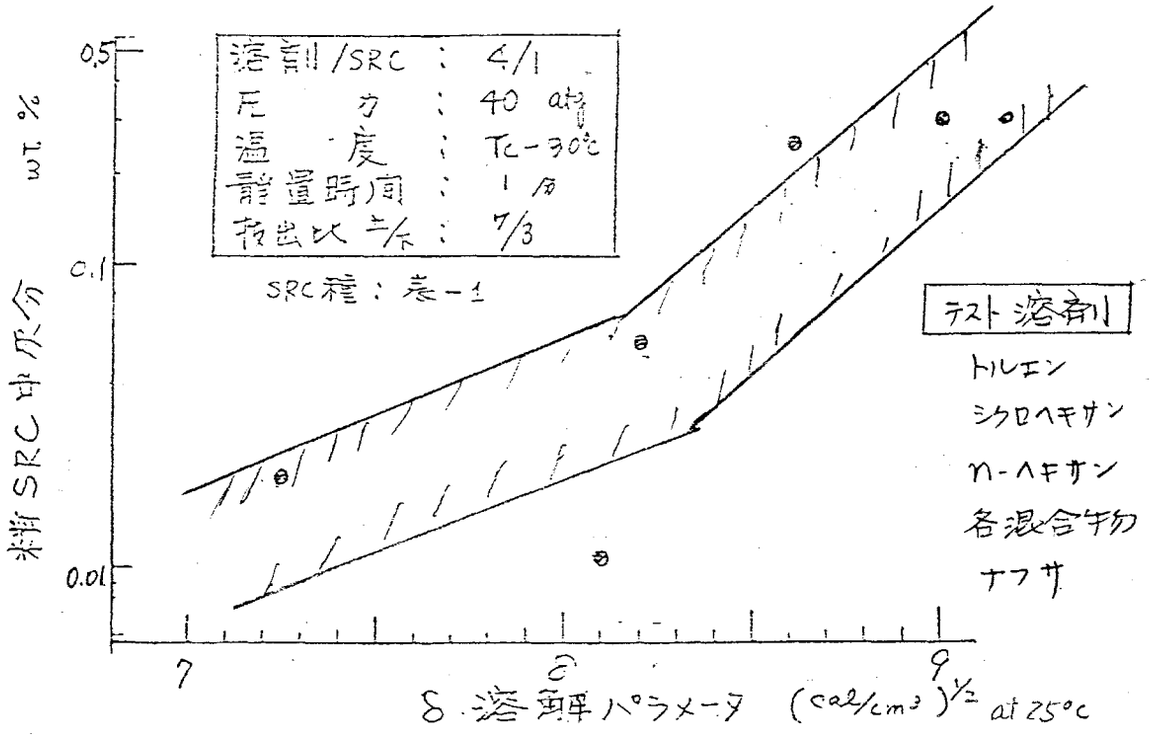


図-2 BI-PS, SRCorg 回収率と溶剤種の関係

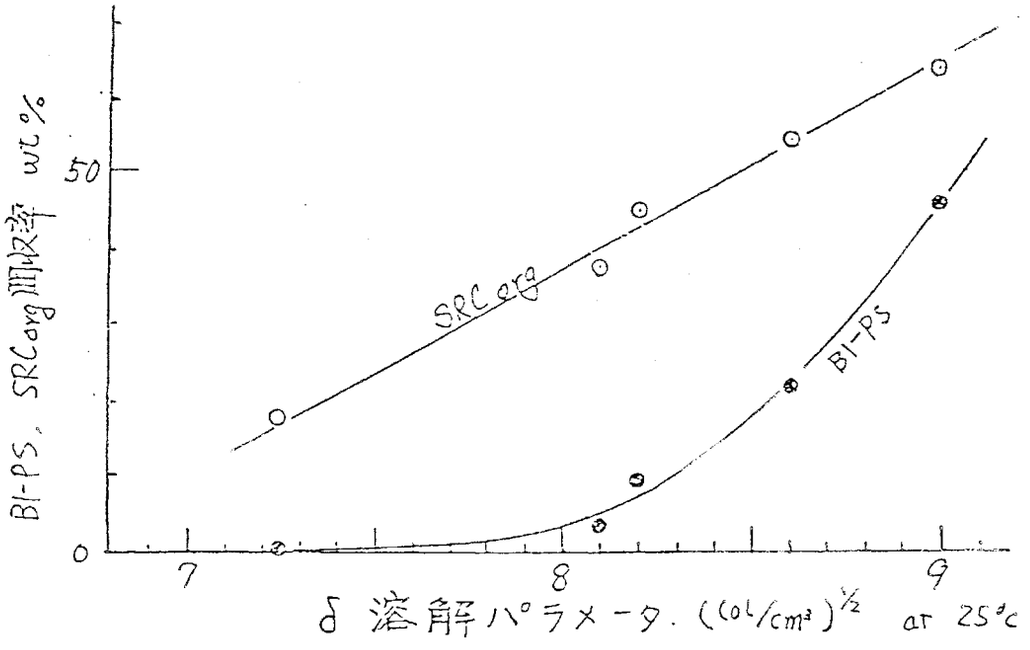


図-3 BI-PS回収率と精SRC中の灰分量

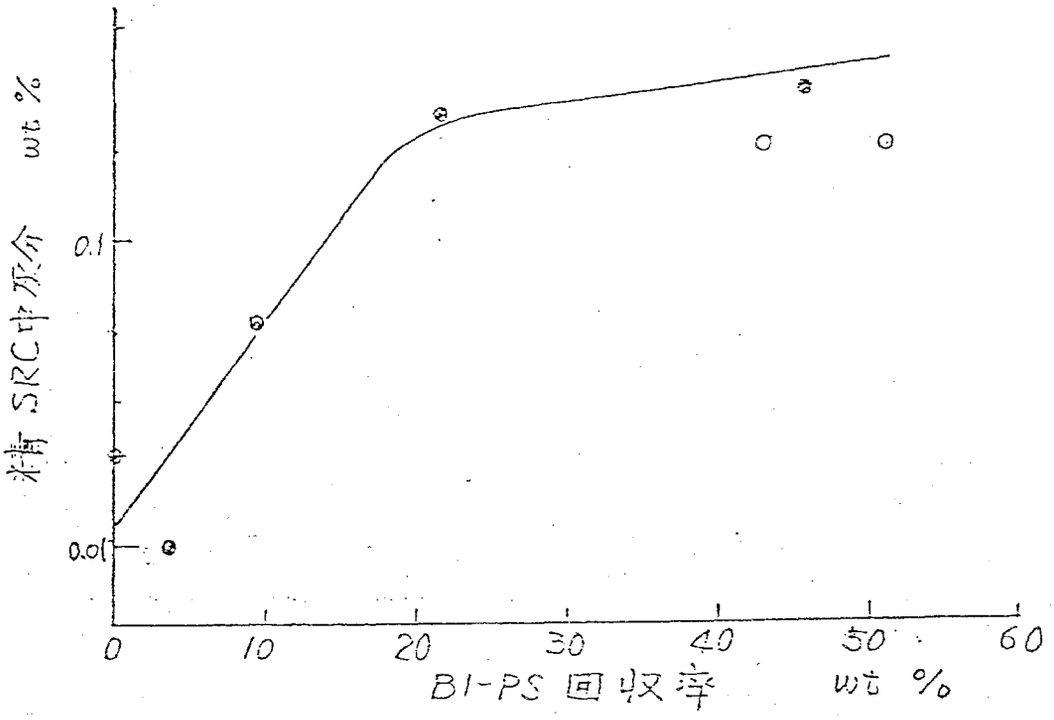


図-4 ナフサの物性（1次水添系）

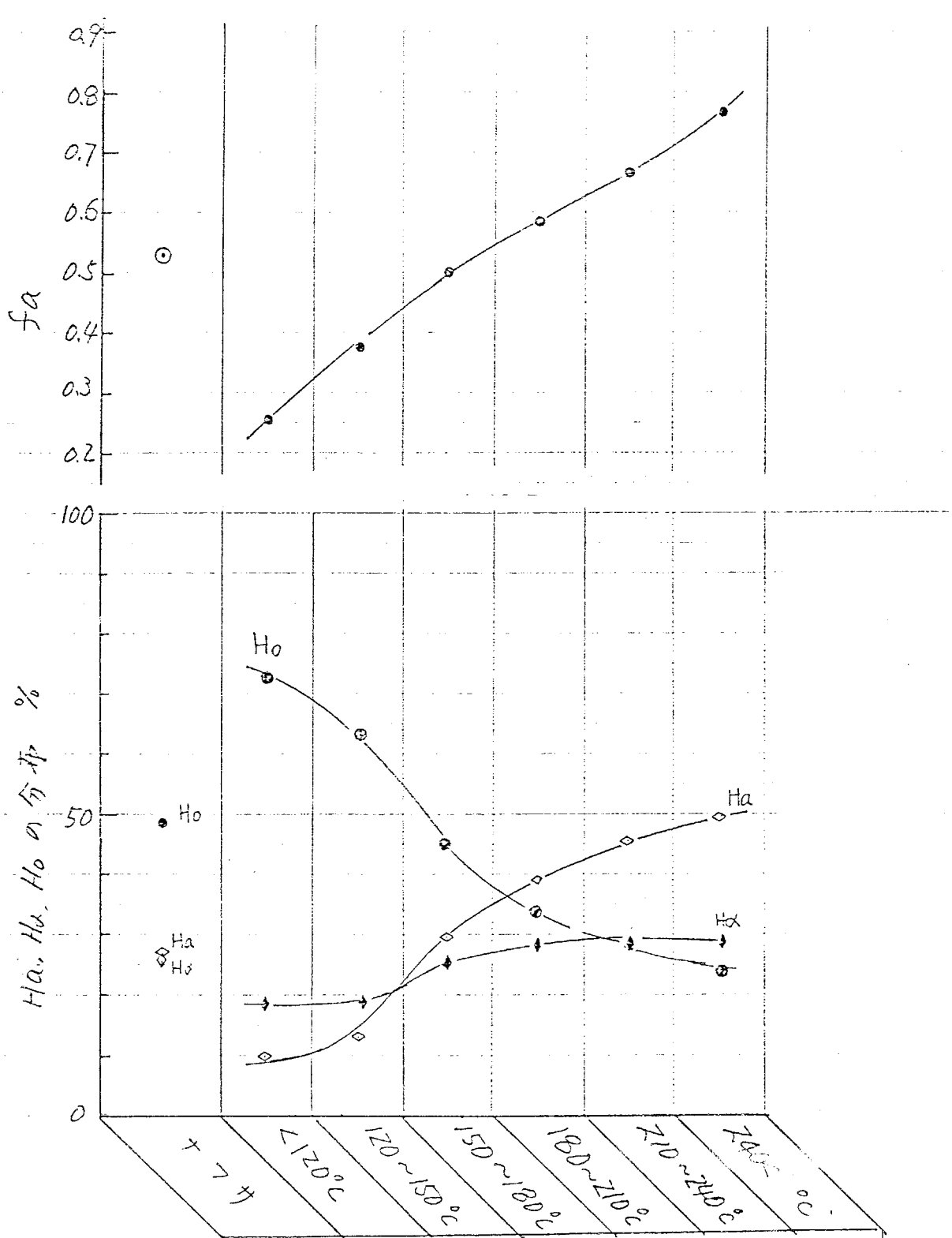
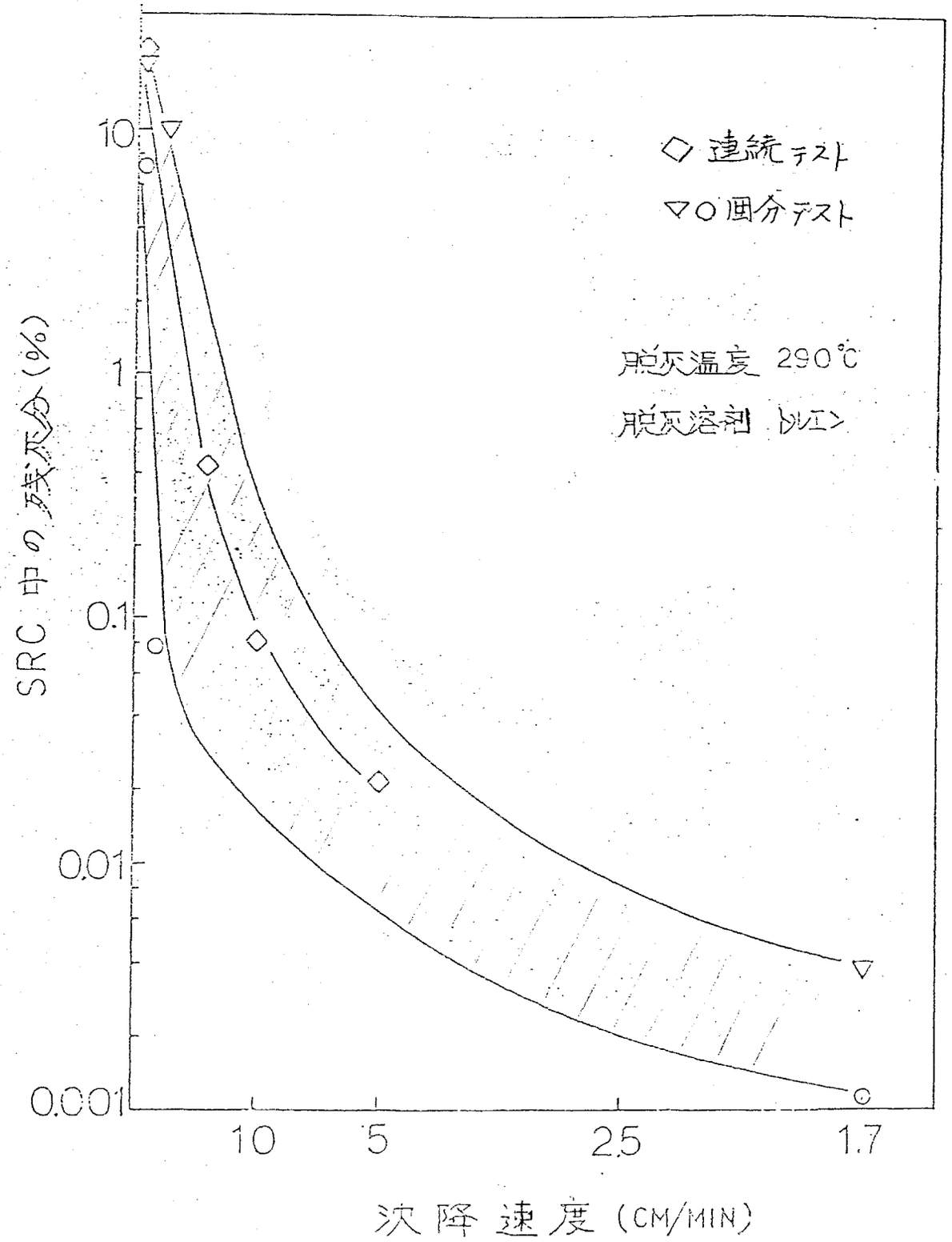


図-5 脱灰率と沈降速度


◇ 連続テスト
▽○ 回分テスト
脱灰温度 290℃
脱灰溶剤 トルエン
SRC 中の残灰分 (%)
10
1
0.1
0.01
0.001
10
5
2.5
1.7
沈降速度 (CM/MIN)

第1回石炭液化委員会第3部会「二次水添」議事録

1. 日　時　　56年10月22日（木）　13：30～17：00

2. 場　所　　新エネルギー総合開発機構　第291会議室

3. 出席者　　部会長　　藤堂（化技研）

委　員　　山川（公資研）、吉田（出光興産）、森（神鋼）、前河（北開試）、武松（化技研）、蔭山（三菱化成）、細井（住友金属）、横山（三菱重工）、志賀（千代田化工）

新エネ機構　坂部、山口、栗木、佐藤

4. 議　事

4.1　会議の運営について

石炭液化委員会の運営要綱に従い、前年度と同様に運営されることとなった。

委員会全般の名簿資料1－1を配布した。

4.2　サンシャイン計画における二次水添法の研究について（資料1－2～1－4）

石炭液化法の委託先における二次水添工程の研究進捗状況について、各担当委員から説明があった。

1）溶剤抽出液化法の二次水添の研究　　細井委員（資料1－2）

2）ソルボリシス法における研究経過　　横山委員（資料1－3）

3）ＳＲＣの水添反応における触媒物性と成績　　蔭山・森委員（資料1－4）

4.3　海外の技術開発状況について

1）米国における二次水素化研究　　武松委員（資料1－5）

ＤＯＥレポート等をもとに、1980年以降の米国における二次水素化研究の状況について、説明があった。

2）西独における石炭液化の開発状況　　蔭山委員（資料1－6）

西独の液化プラントを視察してきた当委員から、最近の西独における開発状況についての説明があった。

4.4　二次水添研究の進め方

各委員からの報告の後に、今後の二次水添研究の進め方について討議された。

○　二次水添の内容はマクロにみると同じであっても、ミクロにみれば異なる部分が多く、独自の方法をとることになろう。

○　民間の活力を出してもらうとすればメーカーごとに研究をしてもらい、共通の問題をＡＩＳＴで担当することが理想である。

○　共通点と相違点の判定はもうしばらく個々にデーターをとってもらってから整理

資料1-2

昭和56年10月22日.

二次水添の研究（中間報告）

住友金属工業（株）
住友金属鉱山（株）

I 検討方針及び概況

石炭液化油の収率向上には二次水添が必要であるが，現状ではQS分まで二次水添にかけることは相当の困難が予想される。当社としては二次水添は溶剤水添の延長と考え，減圧蒸留残渣中に約30％程度存在するTS分に着目し，固定床の水添装置で扱える留分範囲について検討を行なっていく方針である。

溶剤水添及び二次水添の検討は下記の手順で進められており，現在第2段階まで完了し，現行使用触媒(KF153S)が使える見通しが得られている。

以下に検討結果の詳細を示す。

表1 溶剤水添及び二次水添検討手順

第1段階	溶剤水添触媒スクリーニングテスト
第2段階	循環溶剤（沸点180～430°C）
第3段階	循環溶剤（沸点180～530°C）
第4段階	循環溶剤（沸点180～TS分）

II. 検討結果

1. 溶剤水添触媒スクリーニングテスト

（検討触媒）

表2 検討触媒組成及び比表面積

	MoO_3	WO_3	NiO	CoO	P_2O_5	比表面積(m²/g)
KF153S	15.8 wt%	— wt%	2.90 wt%	— wt%	— wt%	255
KF153	15.3	—	2.93	—	—	197
KF165	15.6	—	—	5.02	—	271
KF124	12.3	—	—	3.8	—	274
KF742	14.9	—	—	4.42	—	268
HC-5	—	21.0	6.5	—	—	200
※ACC HDS 9A	16.8	—	3.05	—	6.46	14.1

※ACC HDS 9A（日本サイアナミッド社製）以外はすべて日本ケッチェン製.

（結果）

(1) ナフタレン油の水添におけるナフタレン転化率とデカリン生成率が触媒種に依らず同一曲線上に載ることから，反応の選択性は触媒種に依存しないことが判明した。従って，触媒の活性はナフタレン転化率のみで評価ができる。

(2) ナフタレン転化率に基づく触媒活性の序列は下記の如くとなった。

KF153S > ACC HDS 9A > KF153 ≫ KF165 > KF124 > KF742 > HC-5

←―― Ni-Mo ――→ Co-Mo ――→ Ni-W ――→

スクリーニング用溶剤

ナフタレン油

コールタール b.p. 200～240°C 留分

約50% ナフタレン含有.

ナフタレン転化率(%) = (N_0 − N)/N_0 × 100

デカリン生成率(%) = D/(N_0 − N) × 100

N_0 : ナフタレン油中のナフタレン濃度 (mol.%)

N : 水添ナフタレン油中のナフタレン濃度 (mol.%)

D : 水添ナフタレン油中のデカリン濃度 (mol.%)

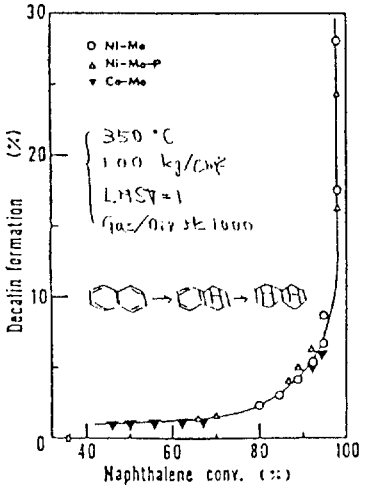


図1 ナフタレン油水添におけるナフタレン転化率とデカリン生成率との関係

2. 循環溶剤 (b.p. 180～430°C) での検討

(検討触媒)

KF153S (Ni-Mo), KF165 (Co-Mo)

(検討条件)

表3 検討条件

温度 (°C)	350	380	410
圧力 (kg/cm²)	100, 125	80, 100, 125	80, 100
H_2/Oil 比 (Nl/l)	1000		
LHSV (h^{-1})	1		
通油時間 (hr)	各ステップ 12～24		

(溶剤活性評価法)

循環溶剤は成分数が多いので特定の成分の転化率でもって活性の評価を行なうことはできない。溶剤水添は本質的には芳香核の水添反応なので溶剤の f_a の変化で評価することとした。また、溶剤成分の転化率と f_a 転化率との間に良い相関がみられる(図2はその一例)

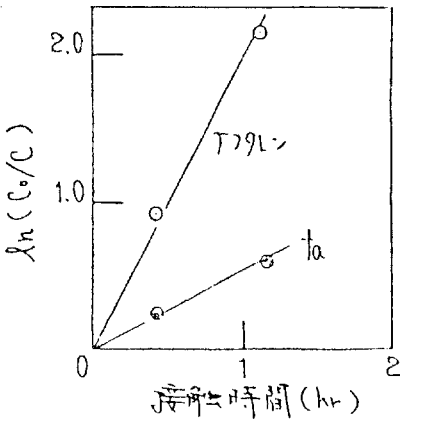


図2 水添反応に対する1次プロット

f_a = (芳香族炭素数)/(全炭素数)

(結果)

(1) KF153S を使用すれば循環溶剤の f_a 値は 0.5 以下にまで低下させることができる.(表4) このことは水添活性に対する目標は十分に達成されていることを示唆する.(図5,6 オートクレーブ実験結果参照)

(2) KF153S は 380°C で最高活性を示し, Co-Mo 系の KF165 も同様の傾向を示した。(図3,4)

(3) 循環溶剤 (b.p. 180～430°C) の場合においても Ni-Mo 系の方が Co-Mo 系よりも活性が高かった.

すべきであろう。

○　一次処理との関係で、二次処理の条件をつめるにしても、データーはまだ不足している。

○　3年目には、まとめていく予定で進めていきたい。

○　ＰＰに二次水添工程をつけるかどうかはまだ未定である。

5. その他

今後の予定については、幹事会を開いて、決めることとする。

提出資料

資料１－１　石炭技術開発委員会名簿

資料１－２　溶剤抽出液化法の二次水添の研究

資料１－３　ソルボリシス法における研究経過

資料１－４　ＳＲＣの水添反応における触媒物性と成績

資料１－５　米国における二次水素化研究

資料１－６　西独における石炭液化の開発状況

表4 循環溶剤(bp 180～430°C)の水添結果

No.	温度(°C)	圧力(kg/cm²)	fa値 (fa0 = 0.721) KF153S	KF165
1	380	100	0.451	0.503
2	380	100	0.475	0.520
3	380	80	0.518	0.561
4	380	125	0.452	0.487
5	350	125	0.564	0.613
6	350	100	0.588	0.635
7	410	80	0.528	0.558
8	410	100	0.498	0.524

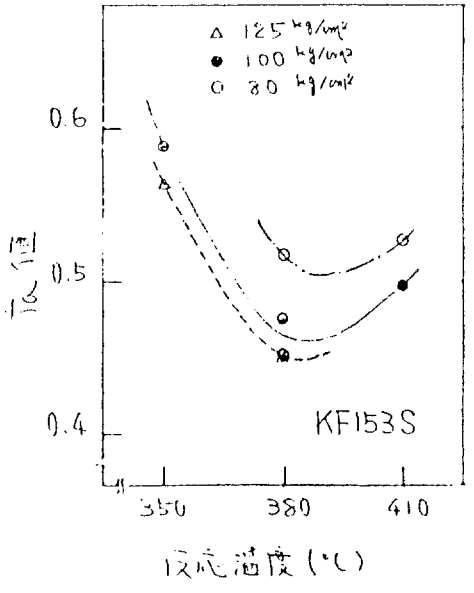


図3 KF153Sの検討結果

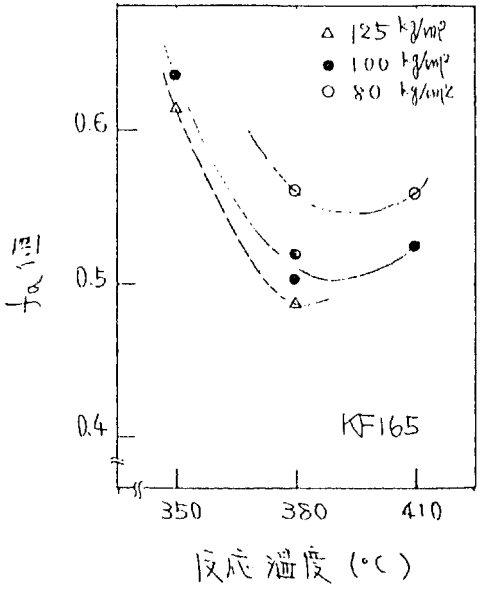


図4 KF165の検討結果

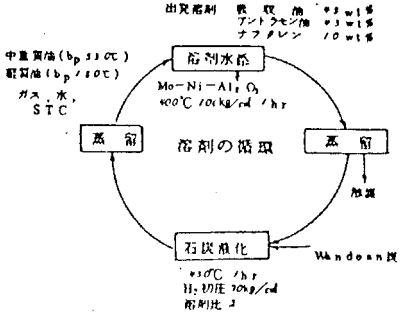


図5 オートクレーブリサイクル実験

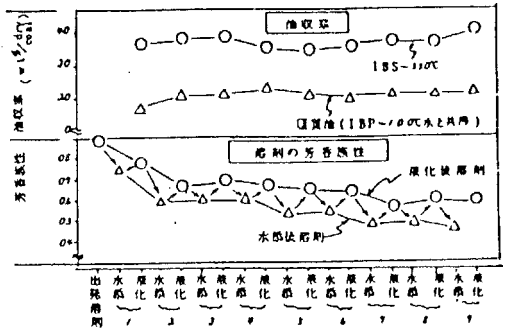


図6 オートクレーブリサイクル実験における油収率と溶剤のfa値

III. 今後のスケジュール

表5 今後の検討スケジュール

	S56年 6	7	8	9	10	11	12	S57年
循環溶剤(180～430°C)	→							
循環溶剤(180～530°C)			↔				→	- - →
装置の改造				↔				
循環溶剤(180～TS)							↔	

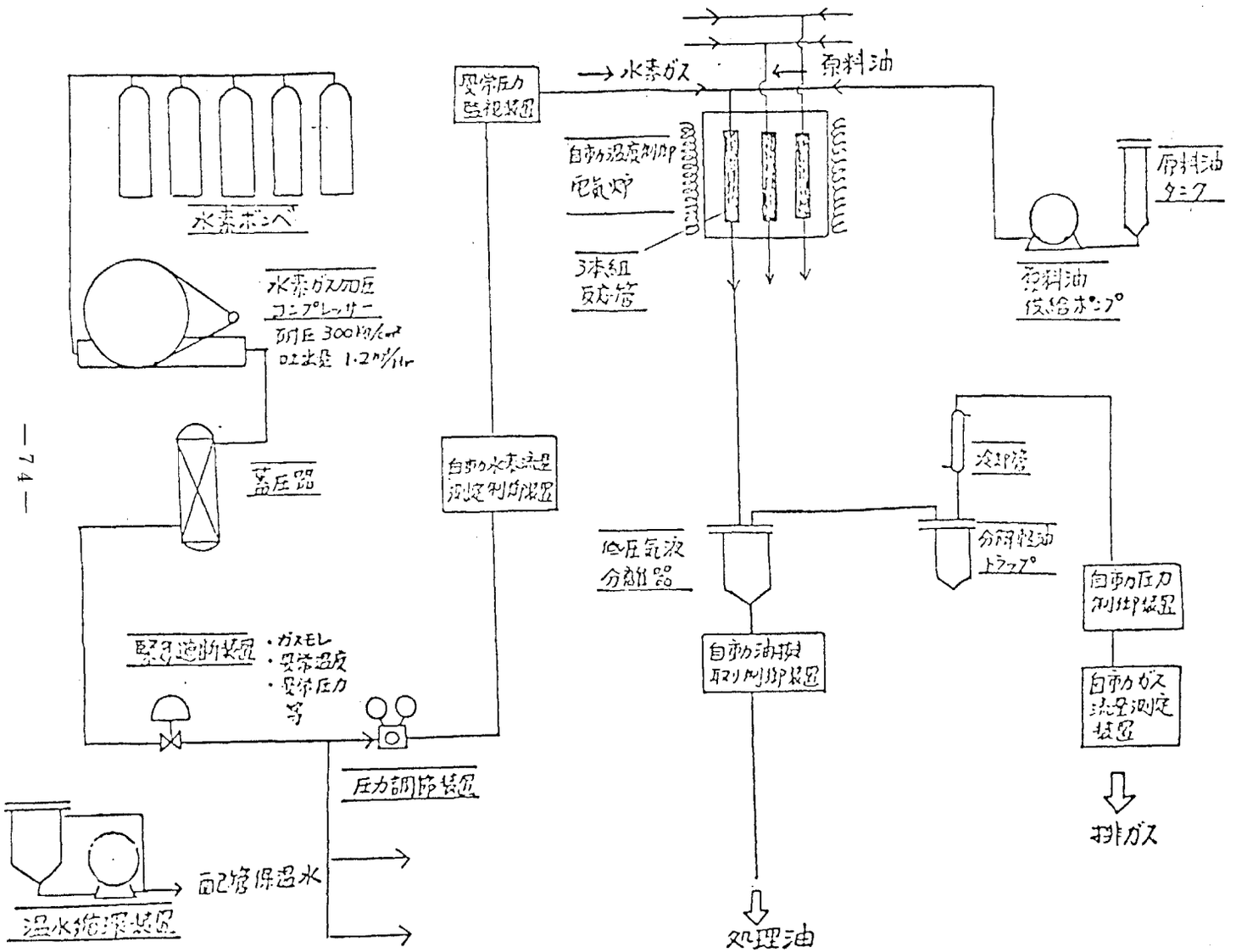
現在、循環溶剤(180～530°C)の検討中である。
12月末 住友 二次水添装置の完成をまって来年1月より循環溶剤(bp180～TS分)の水添実験を行なう予定である。

以上

小型連続水添装置(50cc)の概念図

住友金属鉱山(株)

昭和56年10月22日



反応塔　20φ × 1200H (3塔)

触媒充填容積　50 cc (max. 100cc)

反応圧力　max. 300 kg/cm²

反応温度　max. 450 °C

今までの装置との違い

1. up flow と down flow の検討ができる
2. 触媒充填容積が大となった。(従来15cc)
3. 反応圧力範囲が広くなった。(従来max150kg/cm²)
4. 同時に3つの触媒の検討ができる。

(注) 緊急遮断装置より後方は電気炉を除き各3組の装置を必要とする

資料1-3

第3部会提出資料

「二次水添」

ソルボリシス法における研究経過

昭和56年10月22日

三菱重工業株式会社

広島研究所

1. 二次水添研究項目

1) 触媒の研究

(1) 活性，寿命（劣化原因）

(2) 反応特性

2) 装置形式の検討

400℃以上の水添反応器の装置化

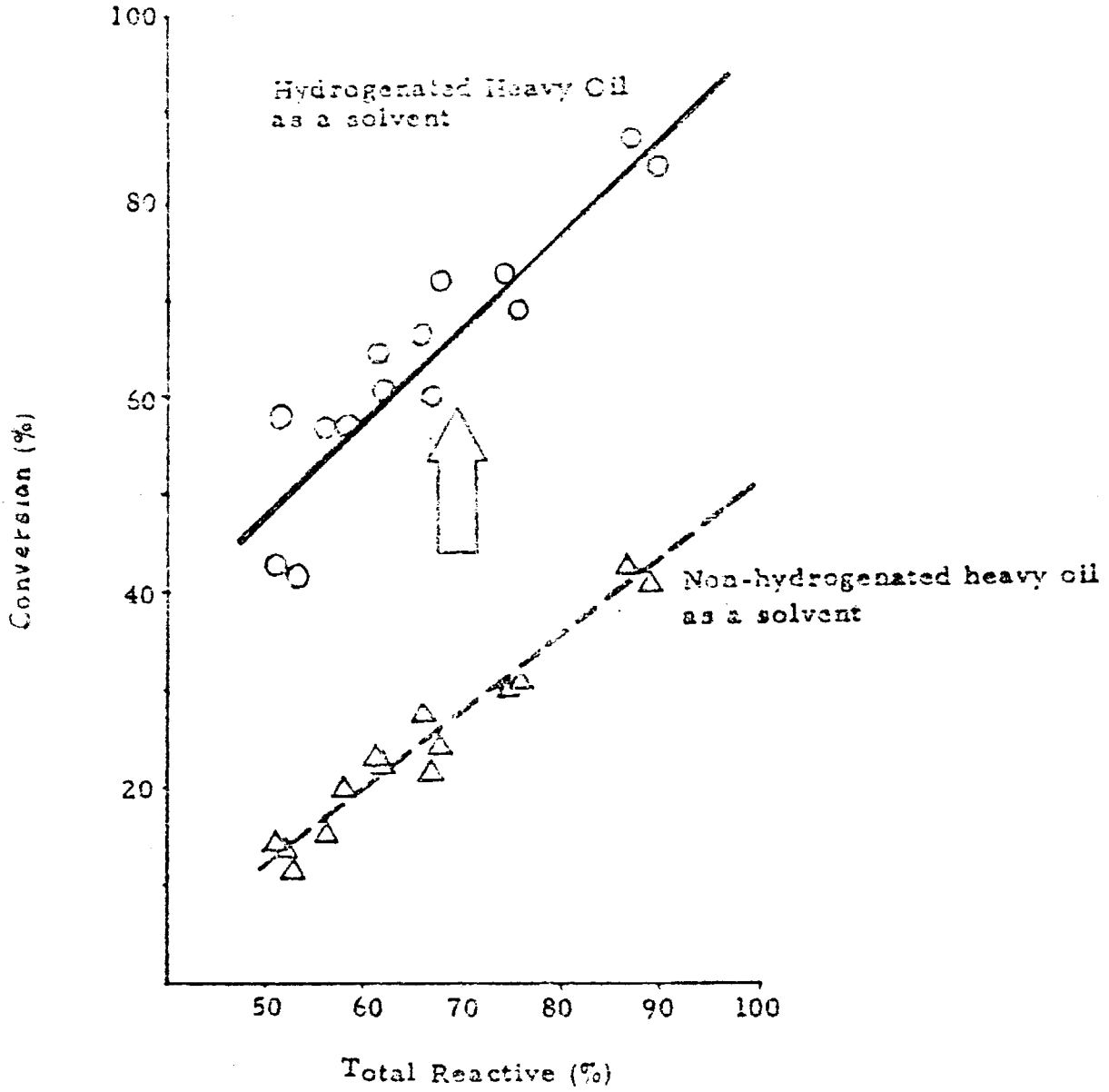
（コールドモデルテスト）

3) 0.1 t/day 試験

プロセスの実証

2 水流の目的

自生溶剤の製造



3. 水添条件の基礎検討

（三菱化成担当分）

1） 水添分解用サンプル

石炭：瀝青炭

サンプル名	溶剤	反応条件				分析値			
		℃	圧力	雰囲気	時間	C／H	N	S	Ash
R-SRC$_{H_2}$	H-H-AO	430	(atm) 150	H_2	(分) 60	88.1 6.0	1.1	0.12	0.99
SCT-SRC	〃	440	数kg	N_2	5	87.0 6.5	1.0	0.19	0.78

2） 試験設備

ミニチュアオートクレーブ

（攪拌付）

3） 試験条件

反応圧力 ： 200atm

触　　媒 ： Shell－324（Ni／Mo）

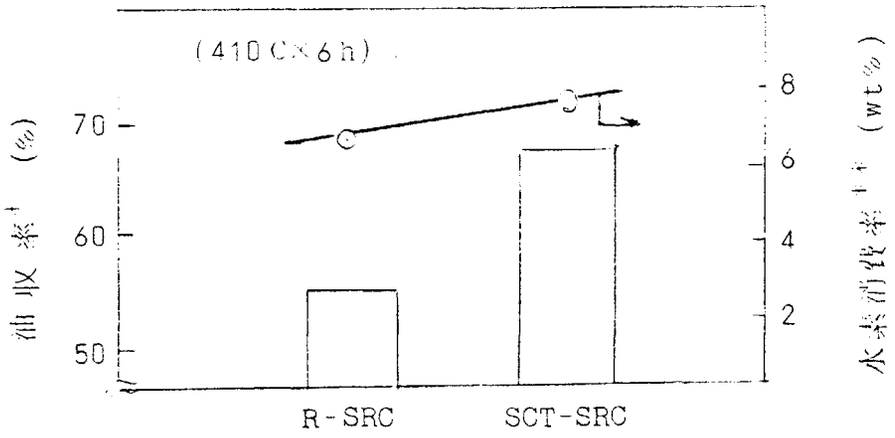
Solvent／SRC／Cata（g/g/g）　35／15／10 ～

反応温度 ： 380 ～ 410（℃）

反応時間 ： 5 ～ 6（h）

4) 試験結果

(1) SRC 特性



油収率* 450℃⁺ → 450℃⁻

水素消費率**(対SRC)

(2) SRCと自生溶剤

反応温度×時間：380℃×3h

Solvent*/SRC/Cata：15/15/12

* 石炭液化後の450℃⁻ Cut分

項目 ＼ SRC種				R-SRC	SCT-SRC
オイル収率 (%)				34	49
水素供与物質収支	原料	DS	m-mol	40.6	40.9
		HDS	〃	6.6	6.6
		TDS	〃	47.2	47.5
	生成油	DS	m-mol	9.7	11.3
		HDS	〃	45.0	40.2
		TDS	〃	54.7	51.5
	TDS		%	116	108

4. 石炭連続液化装置に於ける水添

（重工担当分）

1) 試験規模

0.1 ton／day

2) 水添試験〔固定床〕

内　　径	100 m/m φ
反応器長	6000 m/m L
触媒充填量	15 ℓ

3) 試験条件

サンプル	SCT－SRC	（440℃×6 min）
触　　媒	Shell－324	（Ni／Mo）
温　　度		380℃～400℃
圧　　力		150 atm
L.H.S.V		0.5 h^{-1}　0.3～1.0
H_2／oil.Feed		1000 v/v

4) 試験結果

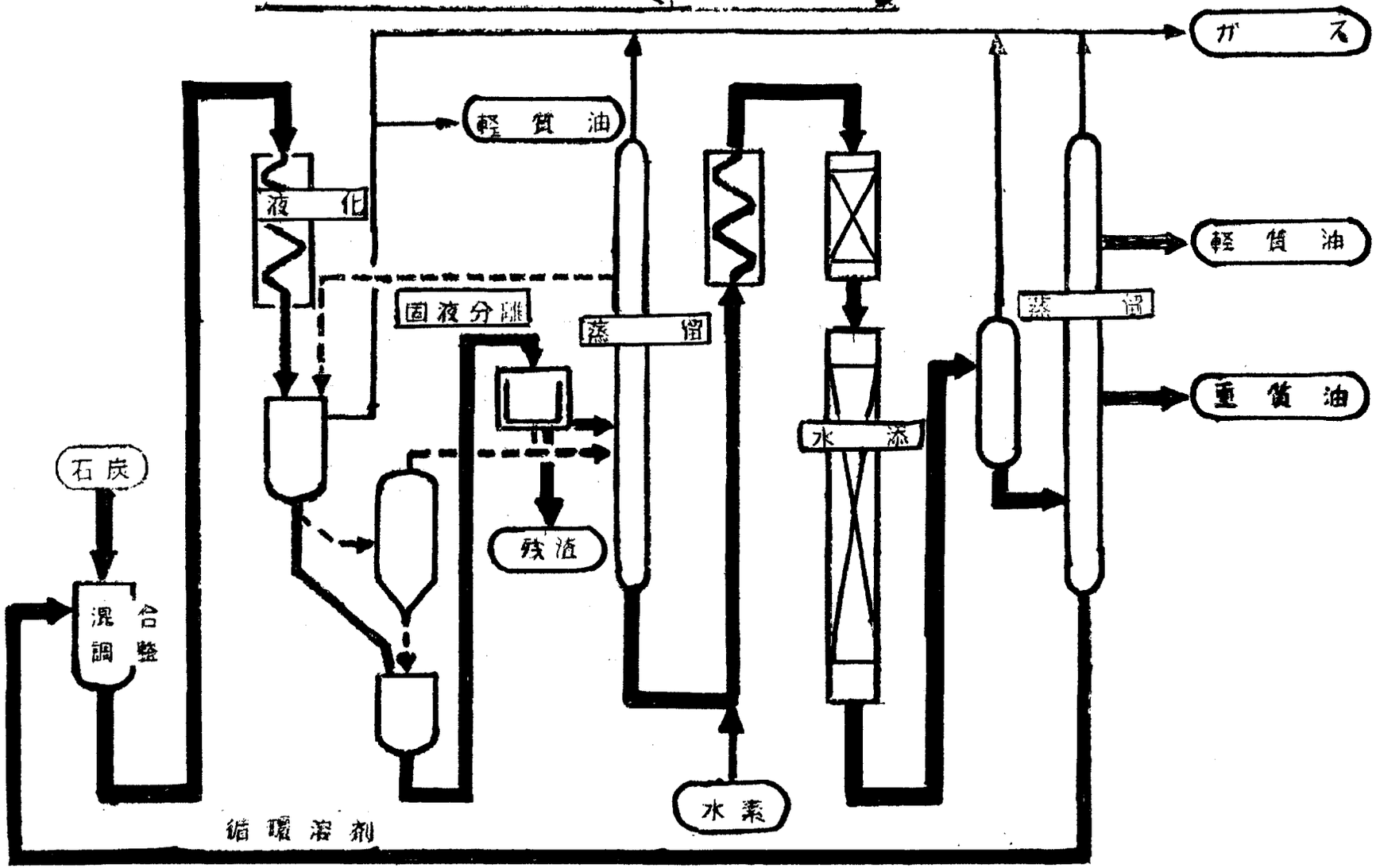
Cata の上のカーボンの挙動

（SRC反応130時間後）

可溶分	量（%）
H・S	29.6
B・S	29.9
THF・S	30.7

SOLVOLYSIS COAL LIQUEFACTION PROCESS

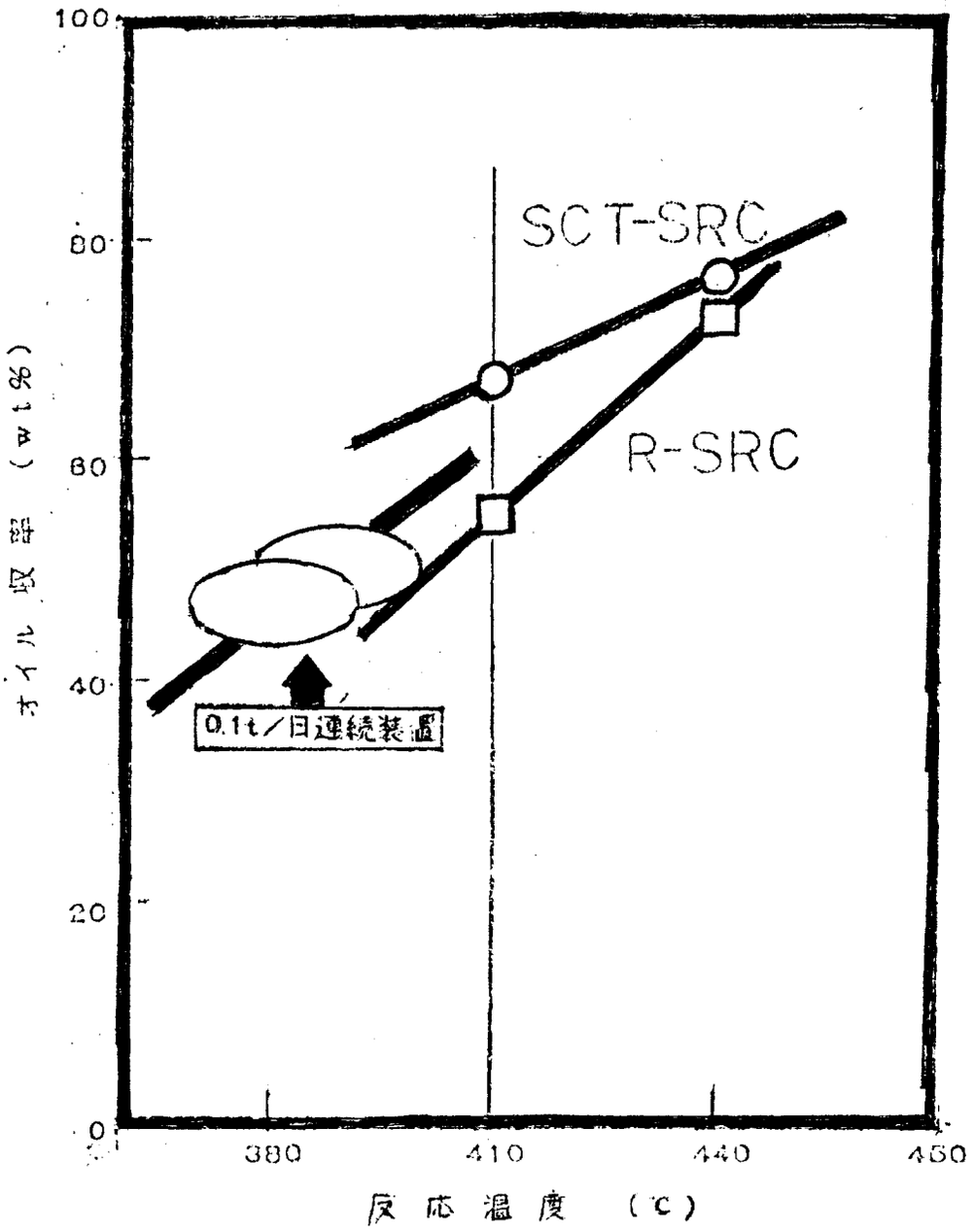
プロセスフロー（0.1t/日連続装置）



第1段目反応工程　　第2段目反応工程

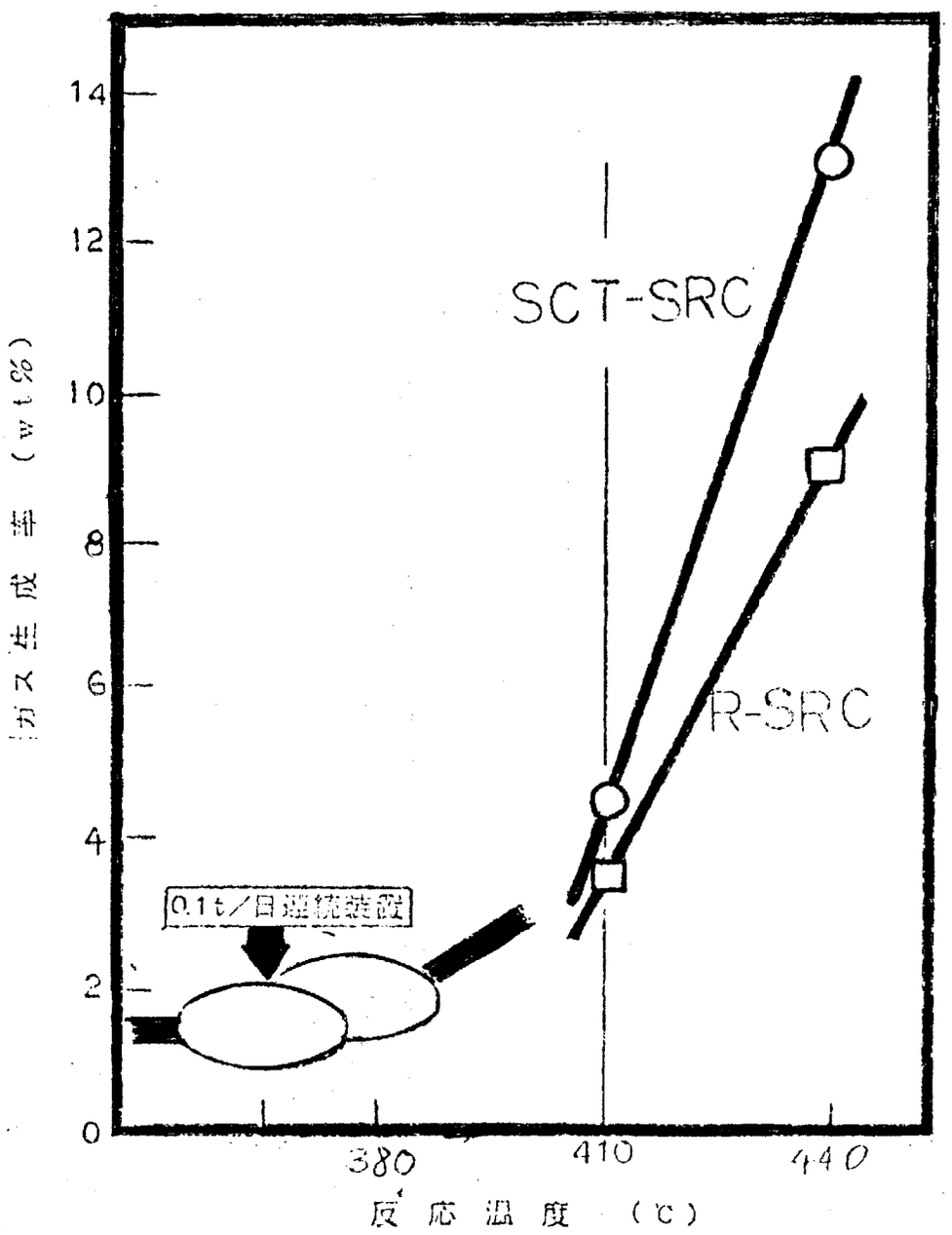
MITSUBISHI HEAVY INDUSTRIES, LTD.

短時間接触反応生成物の水素化分解



ニッケル，モリブデン系
触媒使用

短時間接触反応生成物の水素化分解



ニッケル，モリブデン系
触媒使用

資料1-4

石炭液化委員会第3部会提出資料

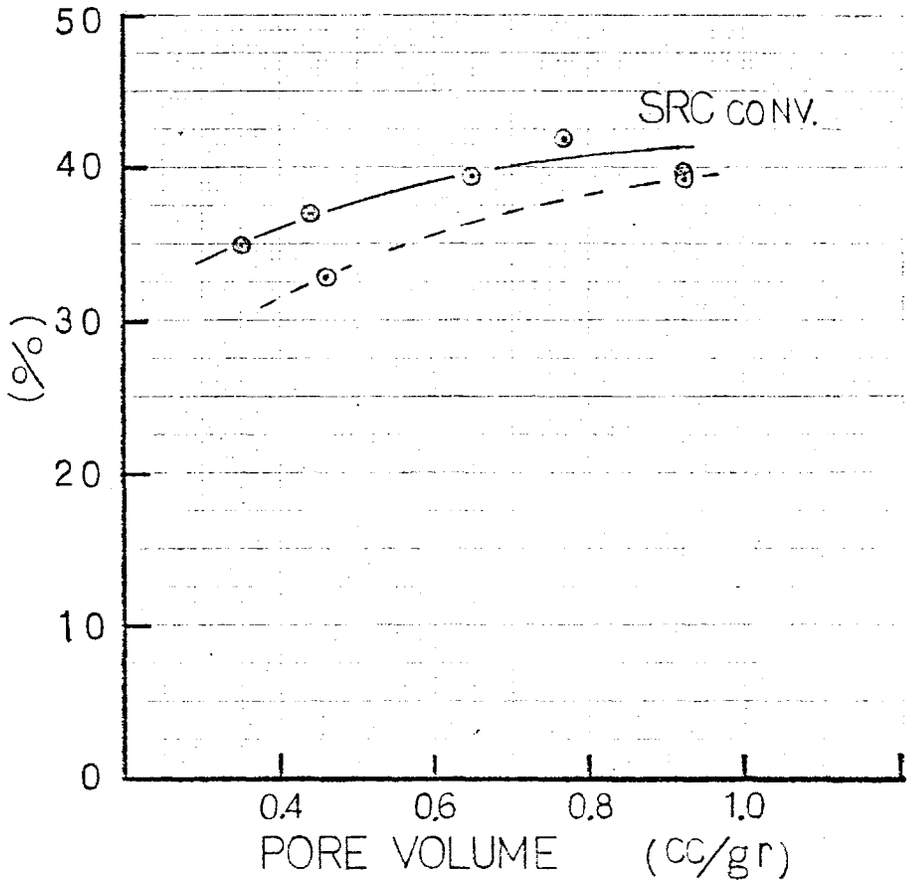
SRCの水添反応における触媒物性と炭積

S 56. 10. 22

三菱化成工業株式会社
石炭液化研究室

触媒物性と反応成績

Cat.No	触媒成分			物性		反応率
	Ni	Co	Mo	SA	PV	SRC
1	4		14	200	0.77	42
2	3		15	270	0.44	37
3	3		20	160	0.35	35
4	3		20	250	0.65	39
5	4		13	190	0.93	38
6		4	12	290	0.46	33
7		4	12	190	0.93	39


50
40
30
20
10
0
(%)
SRC CONV.
0.4
0.6
0.8
1.0
PORE VOLUME (cc/gr)

(株)神戸製鋼所

触媒充填量 2l 固定床連続式 2次水添実験装置を使用し、生炭 SRC の 2次水添を実施中である。

1. 実験装置および反応条件

実験装置の構成は図1の通りである。

反応条件

触媒：市販直脱用 Ni-Mo/アルミナ触媒

触媒充填量：2l

反応温度：360°C

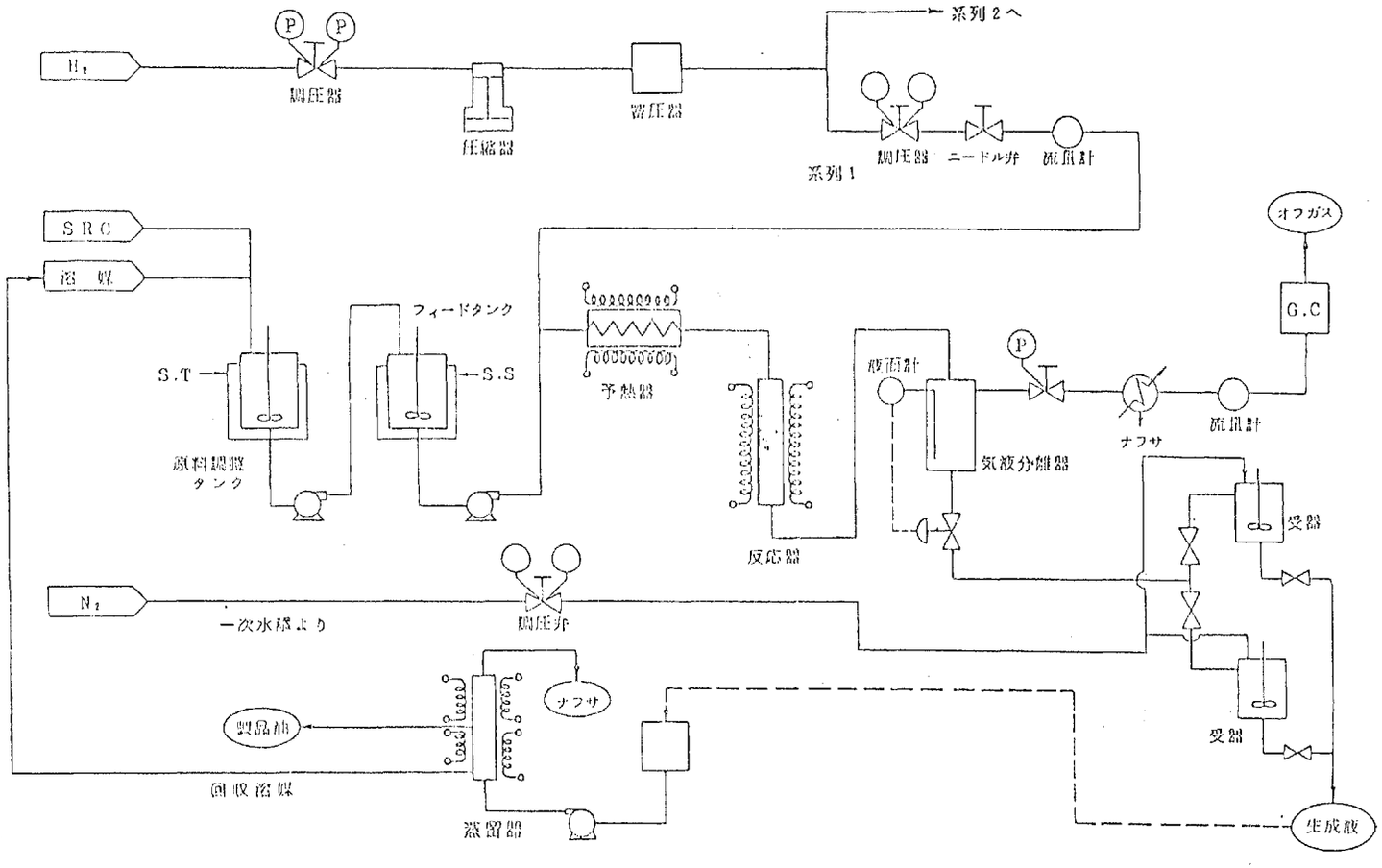
反応圧力：250 気圧g

2. 実験結果

約450～500時間の実験を通じて SRC (420°C+) の転化率 23～34% の値が得られた。反応温度 390°C における転化率は約 50～60% であった。

実験結果を表1に示す。

株式会社 神戸製鋼所



二次水添ベンチテスト装置フローシート

表1. SRC二次水添実験結果 (%)

360°C, 250atg, Ni-Mo触媒

	油分	アスファルテン	プレアスファルテン	Plog	転化率*
原料SRC	18.67	41.81	37.08	2.48	—
生成物	55.6~59.9	35.1~37.9	4~8.5	0.4~1	23~34

* 420°C+SRC転化率 wt%.

資料1-5

石炭液化委員会第3部会資料

81年10月22日　1980年以後の二次水素化研究　P—

化技研
武松

[1] 石炭液化油の水素化

1. 沸騰床によるWilsonville SRCの水素化（DOE/ET/14804-1）

目的：850°F+の転化率とHDNに対する反応条件、溶媒の影響

原料：Kentucky 9を液化し、Kerr-McGeeで脱灰したSRC

溶媒：Koppersの水素化クレオソート油（500～850°F）

水素含量：8.7%（2LCF-22），8.4%（2LCF-23），7.1%（2LCF-24）

原料／溶媒：70/30

触媒：Shell 324 Ni/Mo

反応条件：750～830°F，2400 psi

運転期間：28日（2LCF-22），22日（2LCF-23），30日（2LCF-24）

結果：○2LCF-24の活性劣化が一番少ない。（図1～4）

○2LCF-22～24の活性劣化の差は、溶媒の水素含量によるのでは？ → 触媒活性に対する溶媒の水素含量には、最適値があるのでは？ → 今後の検討課題

2. PAMCO SRC-IIの水素化（FE-2034-21&22）

目的：SRC-IIを従来のリファイナリーに適した油に転換できる触媒の開発 — N含量1.17wt%を0.3wt%にまで下げるのが主なねらい。

原料：PAMCO SRC-II、溶媒添加せず

触媒：CoO（2.4%），MoO_3（2.8%），NiO（1.4%），WO_3（2.8%）の組合せ16種，担体：Nalco-78-6008C-1/32"

反応器：1"(ID)×46"(L)のTrickle bed reactor

触媒60mlを60mlのinert（1/8" Denstone）で希釈

触媒層の上下にDenstoneのinert層

反応条件：425°C，1000 psi，LHSV=1.0，H_2：10,000 SCF/bbl

結果：○HDN、HDSに最も重要な役割をはたすのはCoOで、MoO_3、WO_3は影響ようは小さいが、positiveな役割をはたす。

○NiOの影響ようは殆どない。

○ HDN, HDS に及ぼす Metal 相互の作用は殆どない。
○ Oil 収率に重要な役割をはたすのは WO_3 で他はあまり影響しない。
○ HDN に最も適した触媒組成
4% CoO, 8% MoO_3, 1% NiO, 8% WO_3 or
4% CoO, 13.5% MoO_3, 4% WO_3 (図 5.6)
○ LHSV 小さいと活性劣化小さい。

ハ. H-Coal 液化油の水素化 (FE-2315-52)
目的：H-Coal 合成原油から軽質燃料油を得る条件の探索
原料：Illinois No.6 H-Coal, Wyodak H-Coal
触媒：ICR 106
反応条件：2500 psi (H_2分圧 2300 psi), 750～800°F
リサイクルガス 8,000 SCF/bbl
(1) ジェット・ディーゼル燃料を得る条件
○ Jet A Spec (ASTM D1655-78) に合う LHSV (250°F+)
Illinois H-Coal : 0.5
Wyodak H-Coal : 1.0
Rerun Syncrudes : 1.5
} これらの相違は H_2 含量とアスファルテン等の不純物の差による
○ Illinois H-Coal の 250°F+ はガム状物質が多すぎるが 600°F+ を除けば Spec に合う。Wyodak も同じ (表1)
○ Rerun はどちらも 250°F+ で Spec に合う
(2) 暖房用燃料を得る条件
○ 温和な条件下での水素化 (1800 psi H_2, 750～800°F, LHSV = 1.5
リサイクル 8,000 SCF/bbl)
両 H-Coal とも 250°F+ が ASTM D391-78 の条件に合う (表2)
○ 苛酷な条件での水素化 (2300 psi H_2, 750～800°F, LHSV = 0.5
～1.0, リサイクル 8,000 SCF/bbl)
Illinois H-Coal の 300°F+, Wyodak H-Coal の 350°F+ が ASTM の条件に合う。アロマ少なく、H_2 消費大。(表3)

(3) 軽質化とHDN

○ Rerunによる軽質化 → 水素消費の低減化　(図7)

○ 1200時間の長期連続運転によるHDN活性の低下。(図8)
750°Fで1200時間運転後、775°Fに温度を上げると
750°Fに於ける初期活性より活性が高くなる → 1200時
間で25°F分だけ活性が低下する。

4. SRC-II中重質留分及びこの水素化生成油の接触分解 (DOE/ET/14700-4)

目的：反応条件の探索と触媒の評価

触媒：Durabead-8 (Houdry HZ-1 比較用)

反応条件：375～500°C

原料油芳香炭素含量：64, 52, 46, 40, 12%。

結果：○ 接触分解に先立つ水素化は分解を促進する

○ ガソリン (C5～230°C) 収率は、450～475°Cで最大。
水素化前処理を行うと収率は激増 (Max 66%) (図9)

○ 分解促進の要素 — ヘテロ原子、芳香性の除去、低減

○ 前処理の水素化は、水素消費の点でも有効

[I.] モデル化合物のHDN、HDS、HDO、水素化、分解

1. トリフェニレンの水素化 (DOE/ET/14700-4)

触媒：硫化 Ni-W/Al_2O_3

結論：中央のリングの水素化が340°C, 2600psiの条件下でも、わず
かしか起っていない。→ 立体障害による
→ 実際のCDLでは立体障害はもっと大きいと推定

2. 1,10 フェナントロリンの水素化 (ibid)

触媒：硫化 Ni-W/Al_2O_3

結論：○ HDNは350°C以上でないとあまり進行しない。

○ 硫化 Ni-W/Al_2O_3 は水素化活性は高いが、分解
活性 (C-N切断) は小さい。

3. アクリジンのHDN（DOE/ET/14700-3）
触媒：硫化 Ni-W/Al_2O_3
結論：○中央環のNがとれる前に少なくともこの環が飽和される。
○硫化 Ni-W/Al_2O_3 は、高活性の水素化触媒であるが、C-N切断の活性は低い。

4. 1-テトラロン及び2-テトラロンのHDO（ibid）
触媒：硫化 Co-Mo/Al_2O_3，硫化 Ni-W/Al_2O_3
結論：○1-テトラロンのHDN活性　Co-Mo > Ni-W
○Ni-Wはテトラリンの脱水素（→ナフタリン）を進行させる。
○2-テトラロンの反応 — Co-Moは温度とともにdimerが減少するのに、Ni-Wは増加する。

5. 9,10-ジハイドロフェナントレンの分解（ibid）
触媒：Durabead-8
結果：○液収率 91%（320°C），75%（500°C）
○ガス生成非常に少ない，1.4%（500°C）
○コーク生成、温度とともに減少，9.3%（320°C），3.5%（500°C）
○生成ガスは主として C_3，C_4

6. 担持硫化触媒の性状と活性（ibid）
触媒：Co-Mo，担体 Al_2O_3，SiO_2-Al_2O_3
反応：チオフェンのHDS，ヘキセンの水素化，イソオクテンの分解
結果：
○Al_2O_3の種類の影響（Mo 8%，Co 8%）
HDS，水素化活性は差殆どなし（活性点の分散かわらず）
分解活性に大きな差：γ-Al_2O_3 > η-Al_2O_3 > Pseudo Boehmite
Co，Mo存在下での酸性の差による
○Co塩の相違による影響
HDS活性の差は殆どなし
水素化活性：硫酸 > 硝酸 > 酢酸
分解活性：硫酸 > 硝酸 = 酢酸
未分解の SO_4^{2-} による酸性の差によるのでは？

7. デカハイドロキノリンのHDN (FE-3297-6)
触媒: Ni/MgO, Mo/MgO, Ni-Mo/γ-Al_2O_3
結論: ○ Mo/MgO > Ni/MgO → MoはHDNに重要な役割
○ Ni-Mo/γ-Al_2O_3 > Mo/MgO → γ-Al_2O_3は、MgOにくらべて担体としてすぐれている。 (図10)

8. ディフェニルアミン及びアニリンのHDN
触媒: Ni-Mo/γ-Al_2O_3
結論: リングの水素化なしでもNはとれる。

図 1 FIGURE 6

CONVERSION OF 850°F+

PDU Runs 2LCF-22, -23, -24
70/30 Vol.% SRC/500°F IBP Solvent

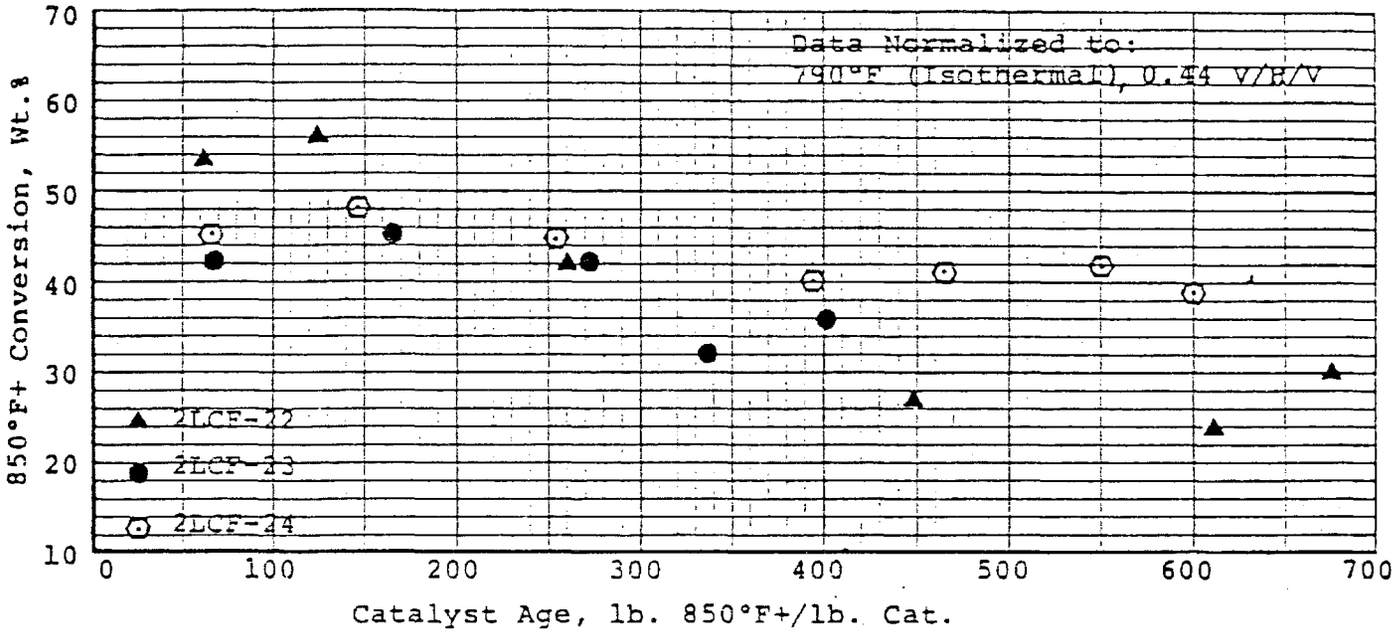
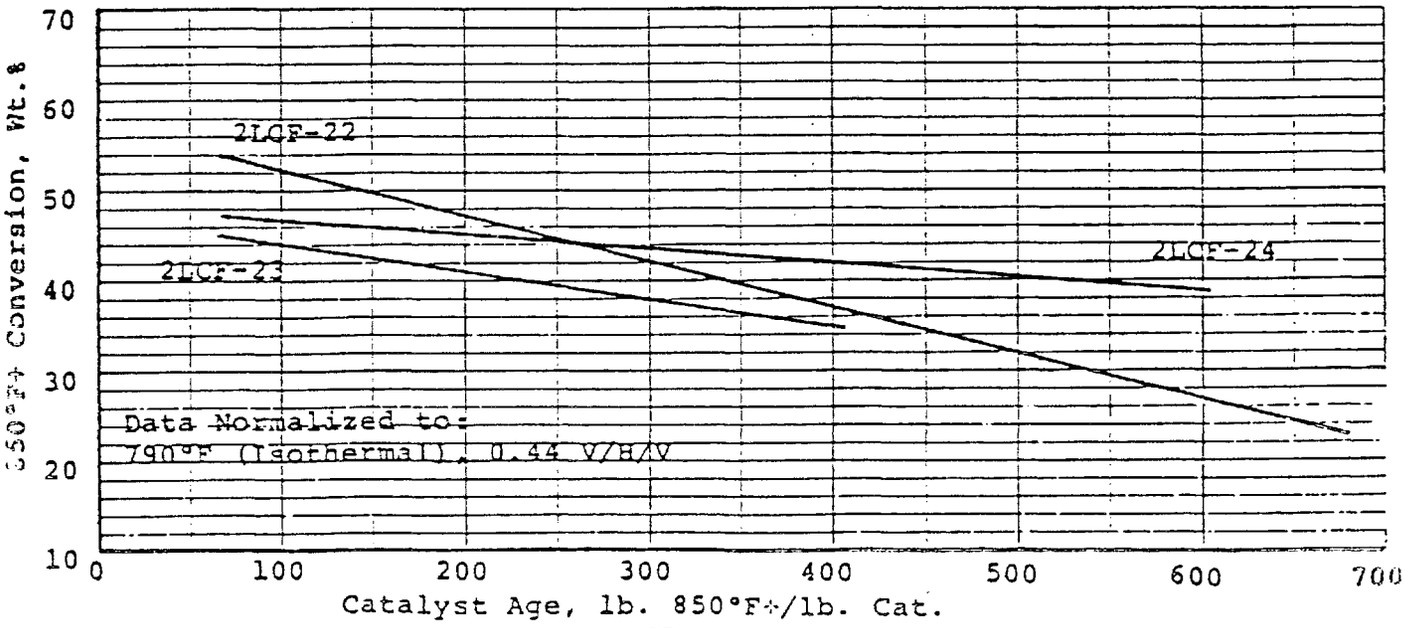


図 2 FIGURE 7

CONVERSION OF 850°F+

PDU Runs 2LCF-22, -23, -24
70/30 Vol.% SRC/500°F IBP Solvent



-25-

図 3

FIGURE 8
PERCENT DENITROGENATION

PDU Runs 2LCF-22, -23, -24
70/30 Vol.% SRC/500°F IBP Solvent

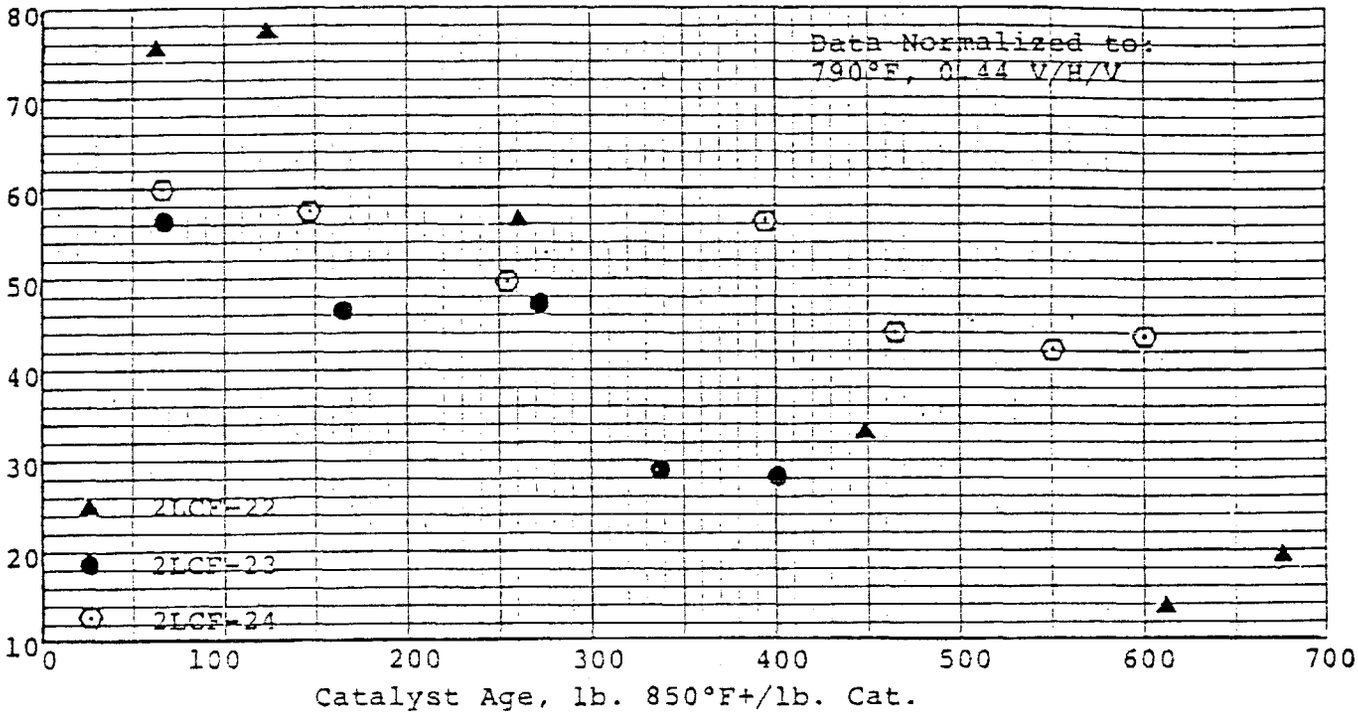
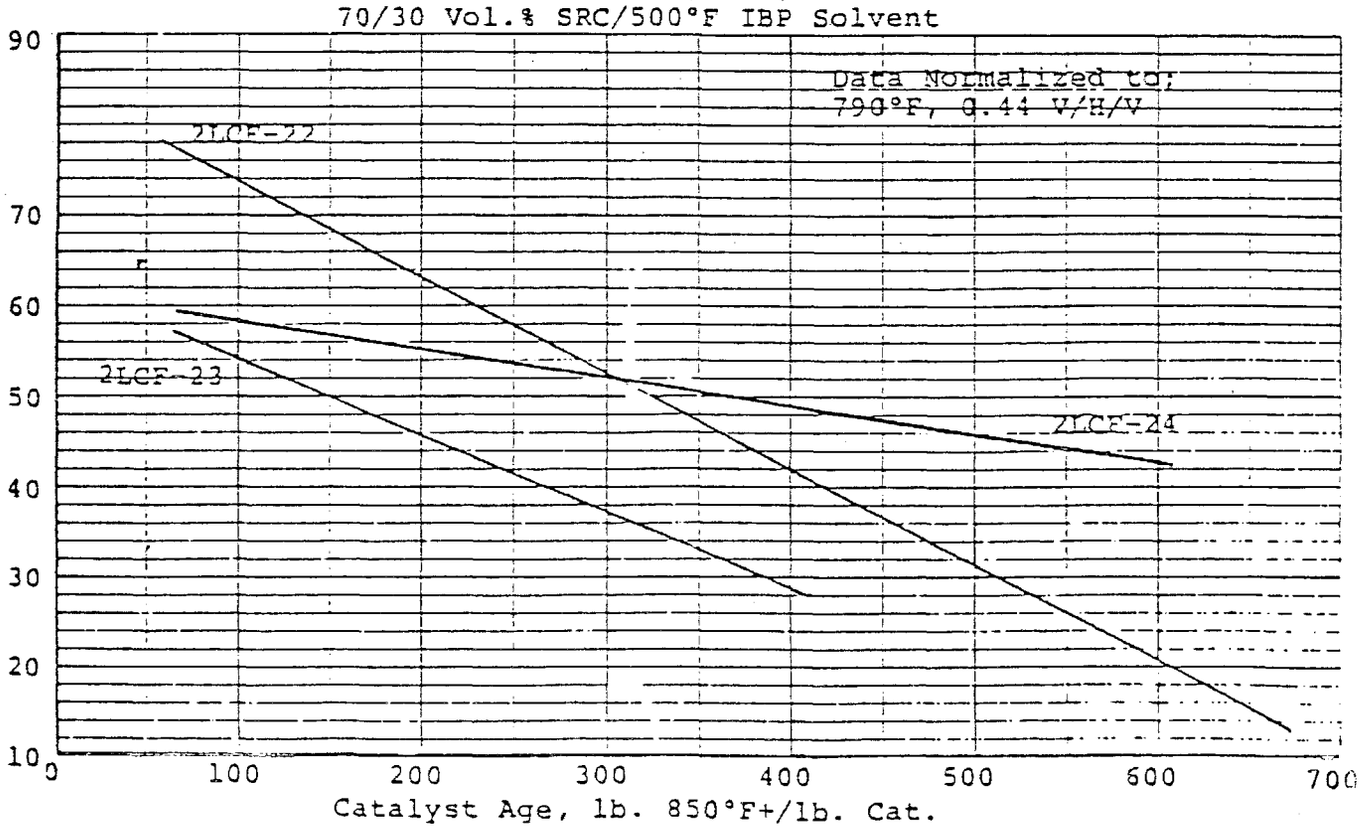


図 4

FIGURE 9
PERCENT DENITROGENATION

PDU Runs 2LCF-22, -23, -24
70/30 Vol.% SRC/500°F IBP Solvent



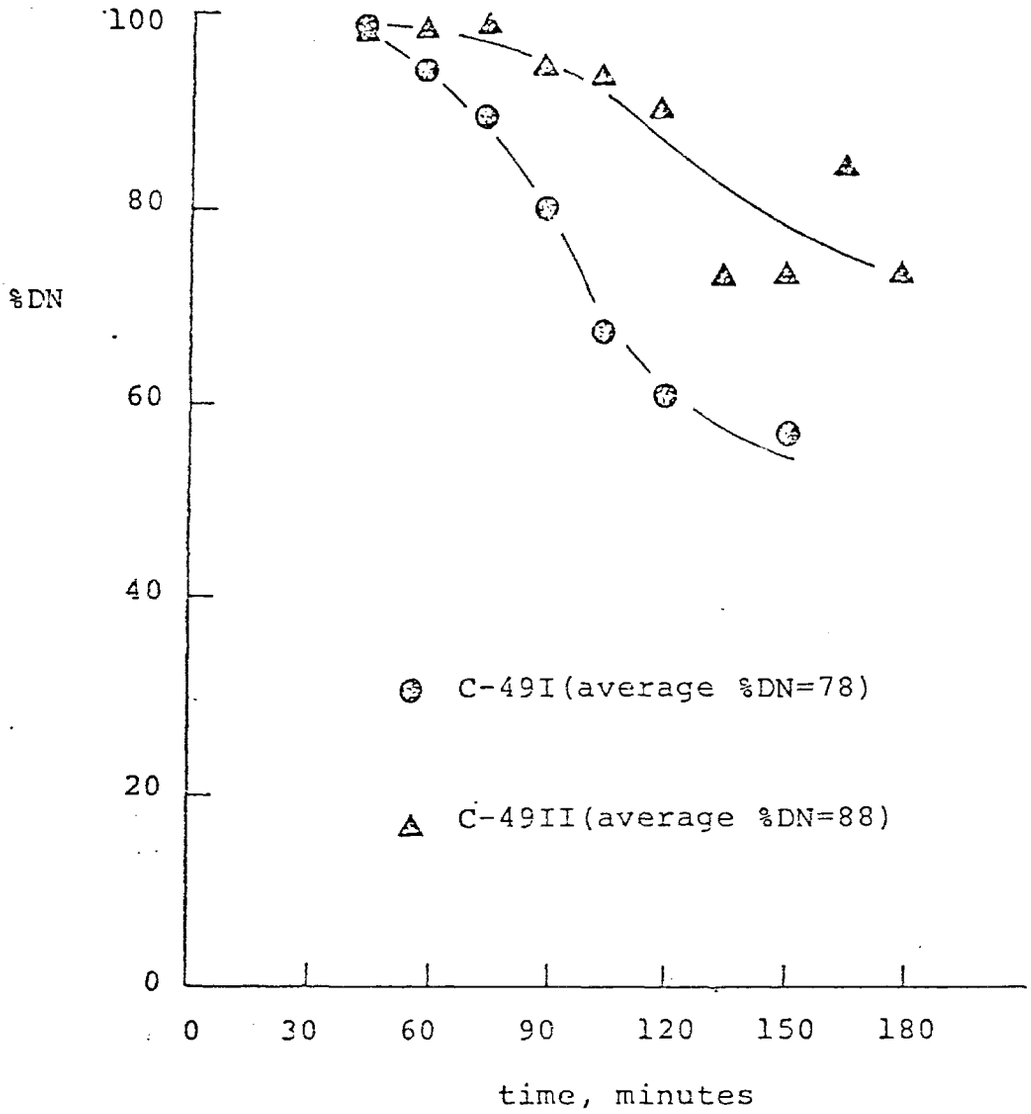


Figure 2. Denitrogenation of the catalyst with a metal composition of 4%CoO, 8%MoO_3, 1%NiO, and 8%WO_3.

図5

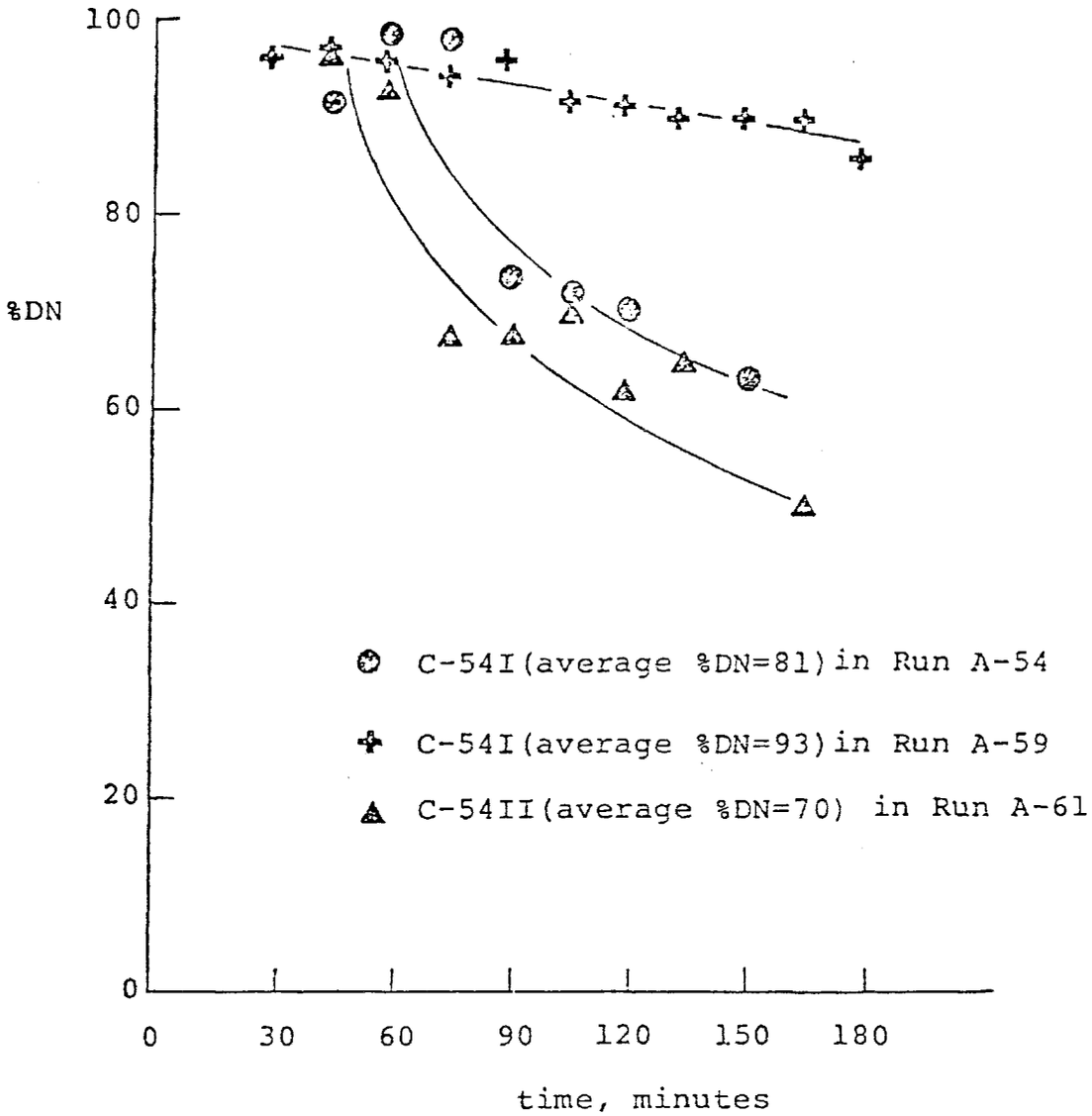


Figure 3. Denitrogenation of the catalyst with a metal composition of 4%CoO, 2%MoO_3, 1%NiO, and 8%WO_3.
(Runs A-54 and A-61 used a space velocity of 1 hr^{-1}, while Run A-59 used 0.5 hr^{-1})

図6

表 1

	Jet A Specification ASTM D 1655-78	250°F+ From Illinois H-Coal	250-600°F From Illinois H-Coal	250°F+ From Rerun Illinois H-Coal
Gravity, °API	37-51	36.3	~37	37.8
Existent Gum, mg/100 ml	<7	500	1	2
End Point, ASTM D 86, °F	<572	589	554	530

表 2

Property	No. 2 Fuel Oil Cold Climate Specifications ASTM D 396-78	250°F+ Products From Moderately Hydrotreated	
		Illinois H-Coal	Wyodak H-Coal
Gravity, °API	>30	27.7	32.7
Flash (P-M), °F	>100	116	114
Pour Point, °F	<0	<-80	-45
Viscosity at 100°F, cSt	1.8-3.6	1.65	1.50
Catalyst		ICR 106	ICR 113
LHSV		1.5	1.5
H_2 Pressure, psia		~1800	~1800
H_2 Cons. (Chem.), SCF/Bbl		825	415
Aromatics, LV %		54	49

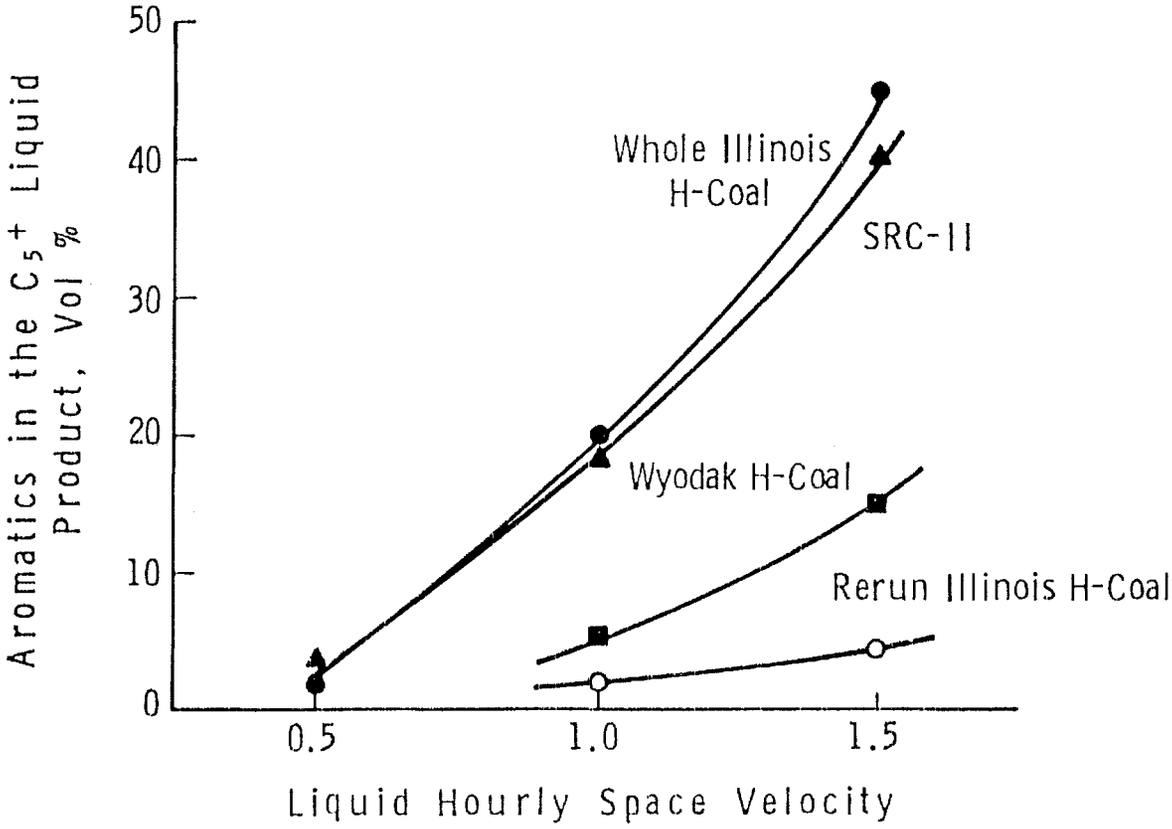
表 3

Property	No. 2 Fuel Oil Cold Climate Specifications ASTM D 396-78	Severely Hydrotreated Products	
		300°F+ From Illinois H-Coal	350°F+ From Wyodak H-Coal
Gravity, °API	>30	34.3	35.4
Flash (P-M), °F	>100	133	~180
Pour Point, °F	<0	-60	~-60
Viscosity at 100°F, cSt	1.8-3.6	1.90	2.00
Catalyst		ICR 106	ICR 106
LHSV		0.5	1.0
H_2 Pressure		2300	2300
H_2 Cons. (Chem.), SCF/Bbl		2150	1225
Aromatics, LV %		2.3	3.8

図 7 FIGURE 2

THE PROCESSABILITY OF COAL-DERIVED SYNCRUDES OVER ICR 106 750°F AND 2300 PSIA H_2

DOE Contract EF-76-C-01-2315



DJO RE 800622

図 8-1 FIGURE 3

FOULING DURING THE HYDROTREATING OF
ILLINOIS AND WYODAK H-COAL SYNCRUDES AND
SRC-II SYNCRUDE AT 2000 PSIG,
8000 SCFB, and 1.5 LHSV

SRC-II and
Illinois H-Coal Syncrudes Over ICR 106

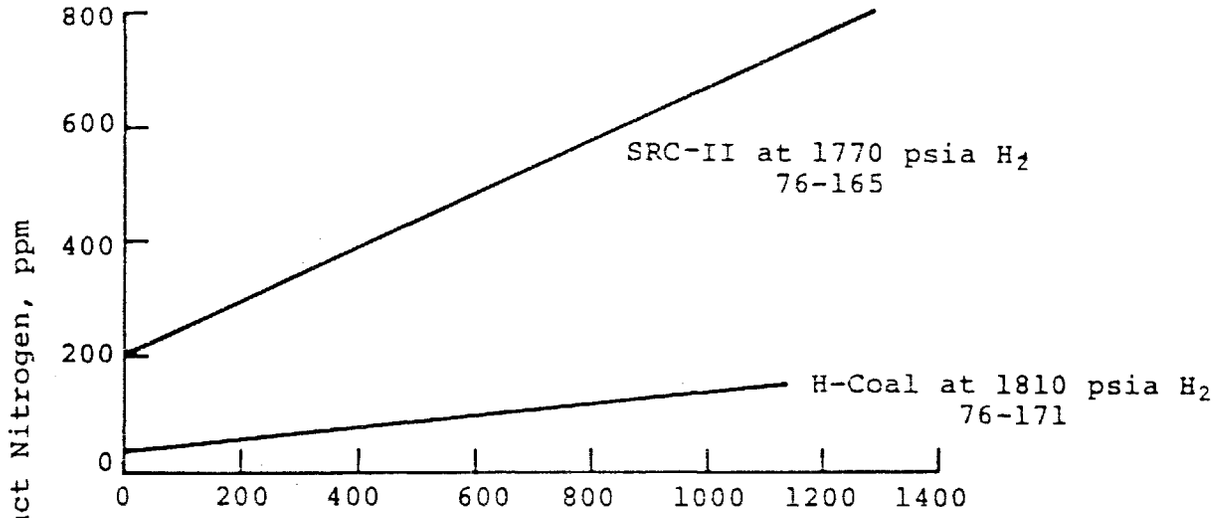
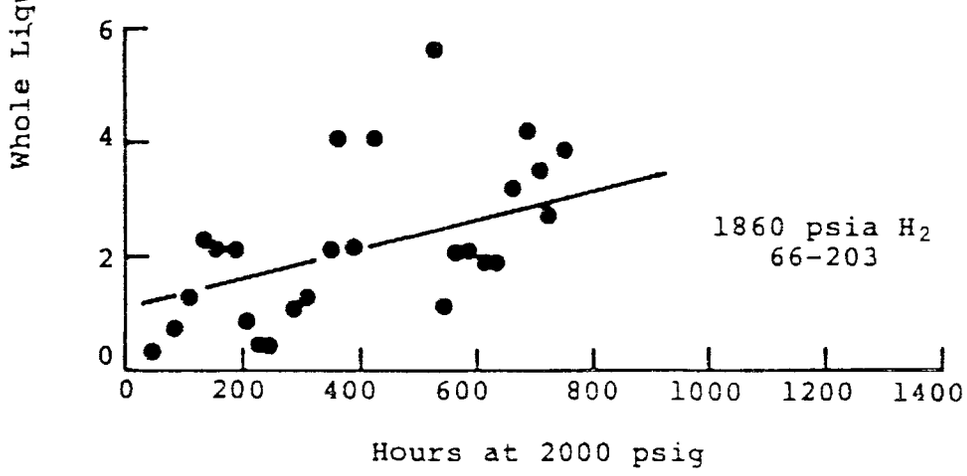


図 8-2

Wyodak H-Coal Syncrude Over ICR 113



DOE Contract EF-76-C-01-2315

1-9-80

*U.S. GOVERNMENT PRINTING OFFICE: 1980-740-145/763

DJO RE 802020

図 9

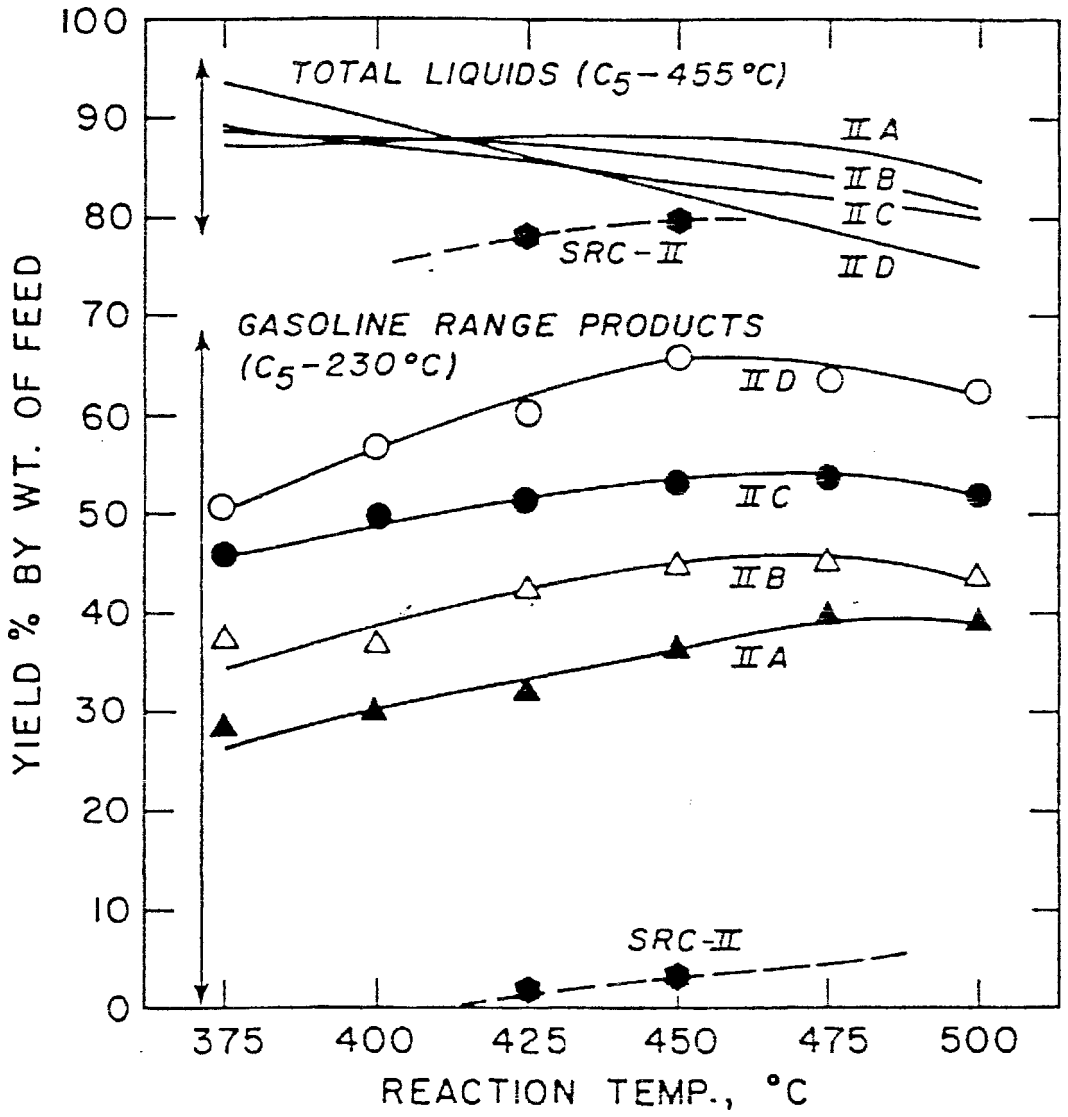


Figure 2. Total Liquids Yield and Gasoline Liquids (C_5 - 230°C) Yield from Cracking of Hydrotreated SRC-II as a Function of Reaction Temperature and Depth of Hydrotreatment (catalyst, Durabead-8; LHSV, 0.38 hr^{-1}; C-aromaticity (%): SRC-II, 64; IIA, 52; IIB, 46; IIC, 40; IID, 12).

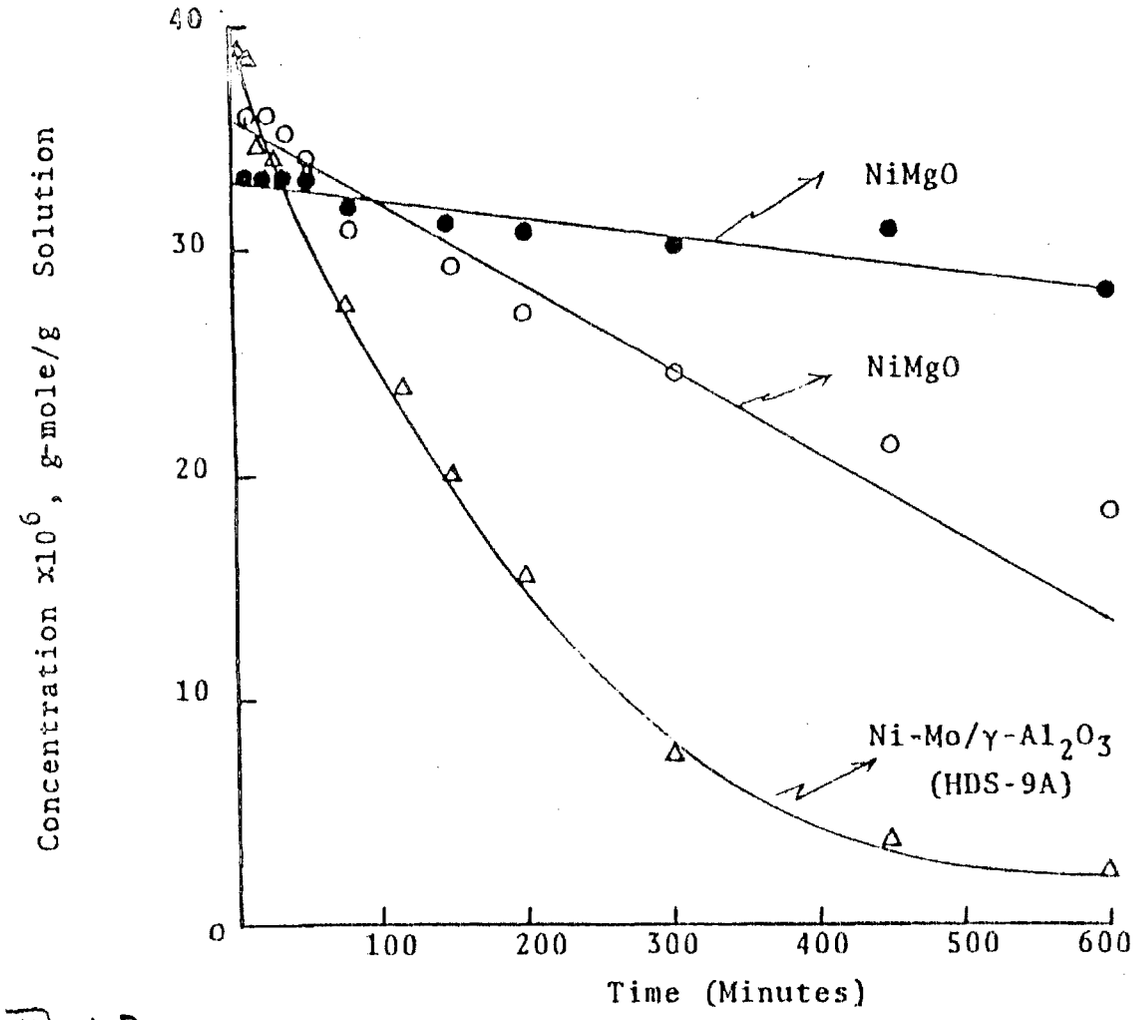


図 10

Figure 1: Comparison of Nitrogen removal rates for hydrodenitrogenation of decahydro Quinoline using Ni/MgO, Mo/MgO and Ni/Mo/γ-Al_2O_3 (HDS-9A Catalysts

資料1-6

▼石炭液化委員会第3部会

日独伯における石炭液化の実態状況

三菱化成工業株式会社
石炭液化研究所
蔭山 陽一

1 概況

OCT. 22. '81

独逸における Energy Consumption
365 million ton coal equiv.

内訳	gas (NG)	17%
	Oil	51%
	Lignite	11%
	Hard coal	21%

原油への支払いが増加しており coal, lignite の有効利用が重要な課題で ガス化、液化、燃焼に関する技術開発、が鋭意に取組められている。

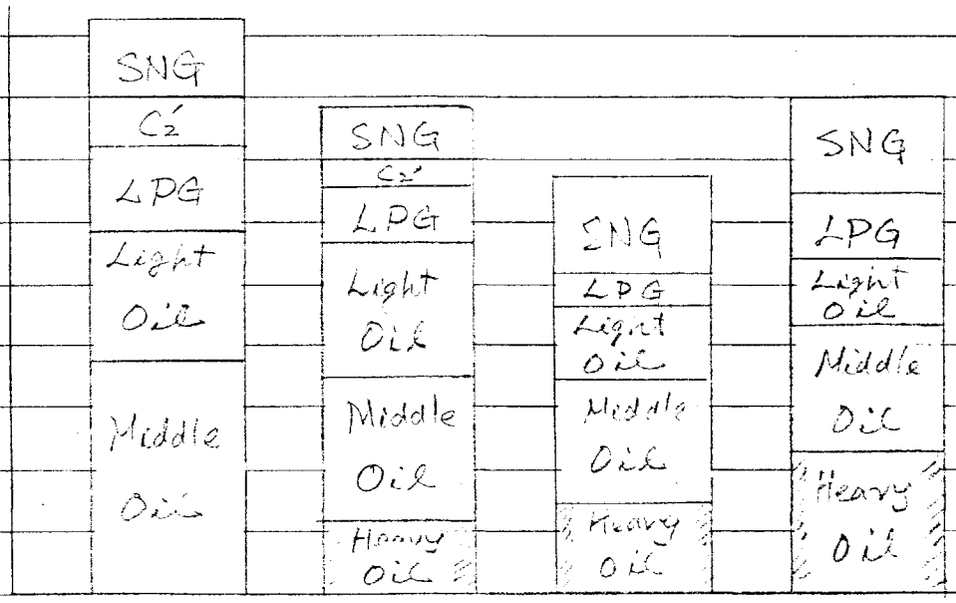
西独で開発中のプロセスは、いづれも 従来の IG 法の改良であって 新法で開発されたものはない。その主な改良点と効果は、

留出油を recycle solvent として用いるので solvent に H1 成分を含まないので、STY が向上する。その効果は反応圧の大巾な低下化と石炭処理量の増加、H_2 消費量の減少にあり、装置の大型化を容易にし、経済性の改善が期待される。

いづれのプロセスも共通して、Fe 系 (red mud) の残渣を用いる懸濁床法であり、米国における状況と対象的で興味ある所である。

又、製品となる油も、独国では、用途、cost 面の点から Heavy oil を取らない というのも 米国との違いで技術の潮流として おもしろい。

独国液化プロセスの考え方 ～ Heavy oil を取らない



Current Coal Hydrogenation Projects
in Federal Republic of Germany

1. Bergbau - Forschung
KOHLEÖL process. 250 kg p.d. since '76

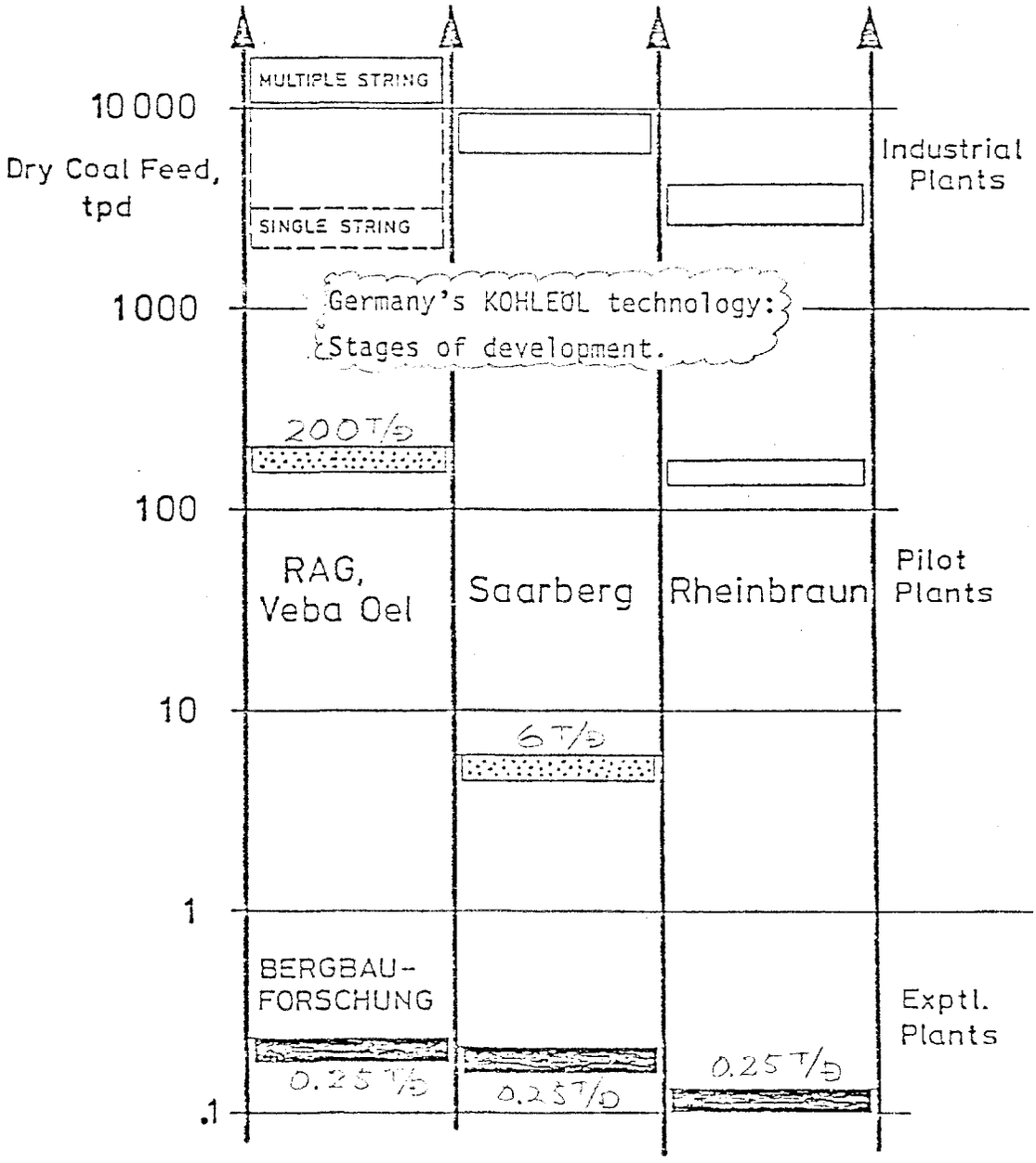
2. Ruhrkohle AG / Veba Oel AG
KOHLEÖL process based on B-I.
200 T/D at Bottrop Ruhr area. since '81
financed by the state government of
Nordrhein - Westfalen.

3. Saarbergwerke AG
KOHLEÖL process. 6T/D since '81
financed by the Saarberg project from
Federal, Saar State Government.

4. Rheinische Braunkohlenwerke AG
Germany's brown coal.
250 kg p.d. since '79.
sponsored from Federal Government.

The KOHLEÖL process (Improved IG-technology)

	IG PROCESS	KOHLEÖL PROCESS
HOT SEPARATOR LETDOWN	•centrifuged, o.f.recycled into reactor, u.f.carbonized at 600 °C	•flash-distilled, distillates recycled, bottoms gasified
ASPHALTENES IN THE RECYCLE OIL	•present	•none
PLANT PRESSURE	•700 bar	•300 bar
HYDROGEN SUPPLY	•atm.gasification of additional coal	•pressure gasification of the liquid bottoms
HYDROGENATION RESIDUE	•carbonaceous, high in ash and sulfur	•gasifier slag only



2. Bergbau - Forschung

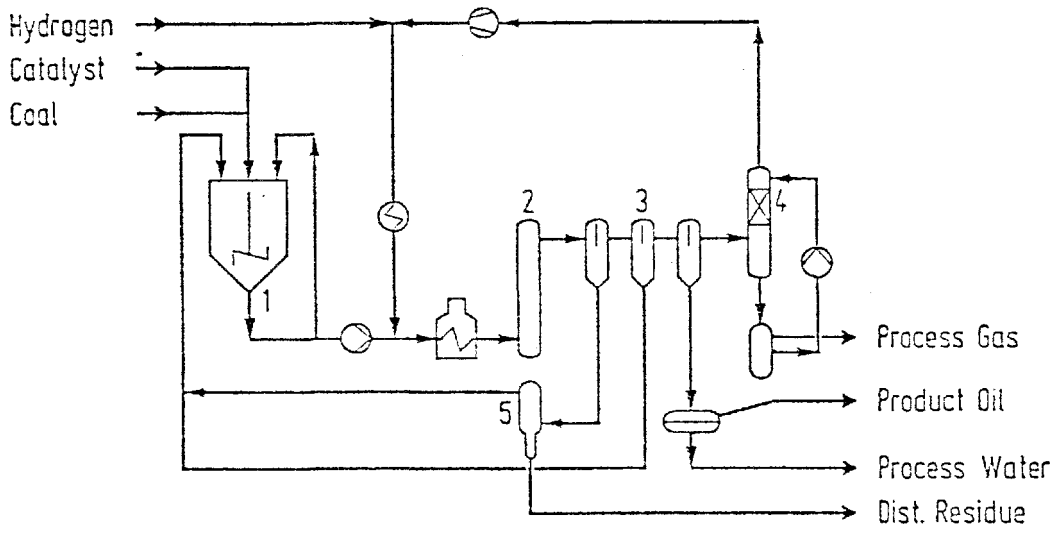
19[illegible] 以降研究開始.

Experimental plant 250 kg/d.

量試試験研究 21,000 hrs.

German bituminous coal

Catalyst Red mud. 30 to 40% Fe_2O_3



BERGBAU-FORSCHUNG EXPERIMENTAL PLANT

1 Slurry Preparation 2 Conversion 3 Separation
4 Recycle Gas Scrubbing 5 Vacuum Flash

Simplified flow scheme of a KOHLEÖL test unit.

EXPERIMENTAL PLANT OPERATION

Reactor temperature	°C	475
Preheater outlet temp.	°C	420
Make-up hydrogen	m^3/kg maf coal	1.00
H_2-Partial pressure at preheater inlet	bar	250
Total pressure	bar	300
Coal throughput	kg/l hr	.5 to .75
Type of recycle oil	middle a. heavy distillate	
Solids concn. in slurry	%	> 40
Coal particle size	mm	< .1

Typical run conditions of KOHLEÖL experiments

PROCESS:	EDS (Exxon)	H-COAL (HRI)	SRC II (Gulf)	KOHLEÖL (RAG/DF)
Feed Coal	US Subbitum.	US Subbitum.	US Subbitum.	German Bitum.
Volatiles, maf basis	45 %	46,5 %	43 %	38 %
Operating Pressure, bar	150	190	150	300
Products, % on maf coal		(Syncrude Mode)		
Hydrocarbons C_1-C_3	7,3	10,7	16,3	18,3
Distillate Oil	38,8	49,7	42,8	54,2
Residue, af	41,8	29,5	34,4	23,9
Water & Inorganic Gases	16,4	15,0	11,3	9,7
Total (100+H_2 reacted)	104,3	104,9	104,8	106,1
FBP of Distillate, ca. °C	530	520	450	350

Comparison of coal hydrogenation processes

3. Pulverkohle / Veba Bottrop Ruhr area.

200 T/日 pilot plant.

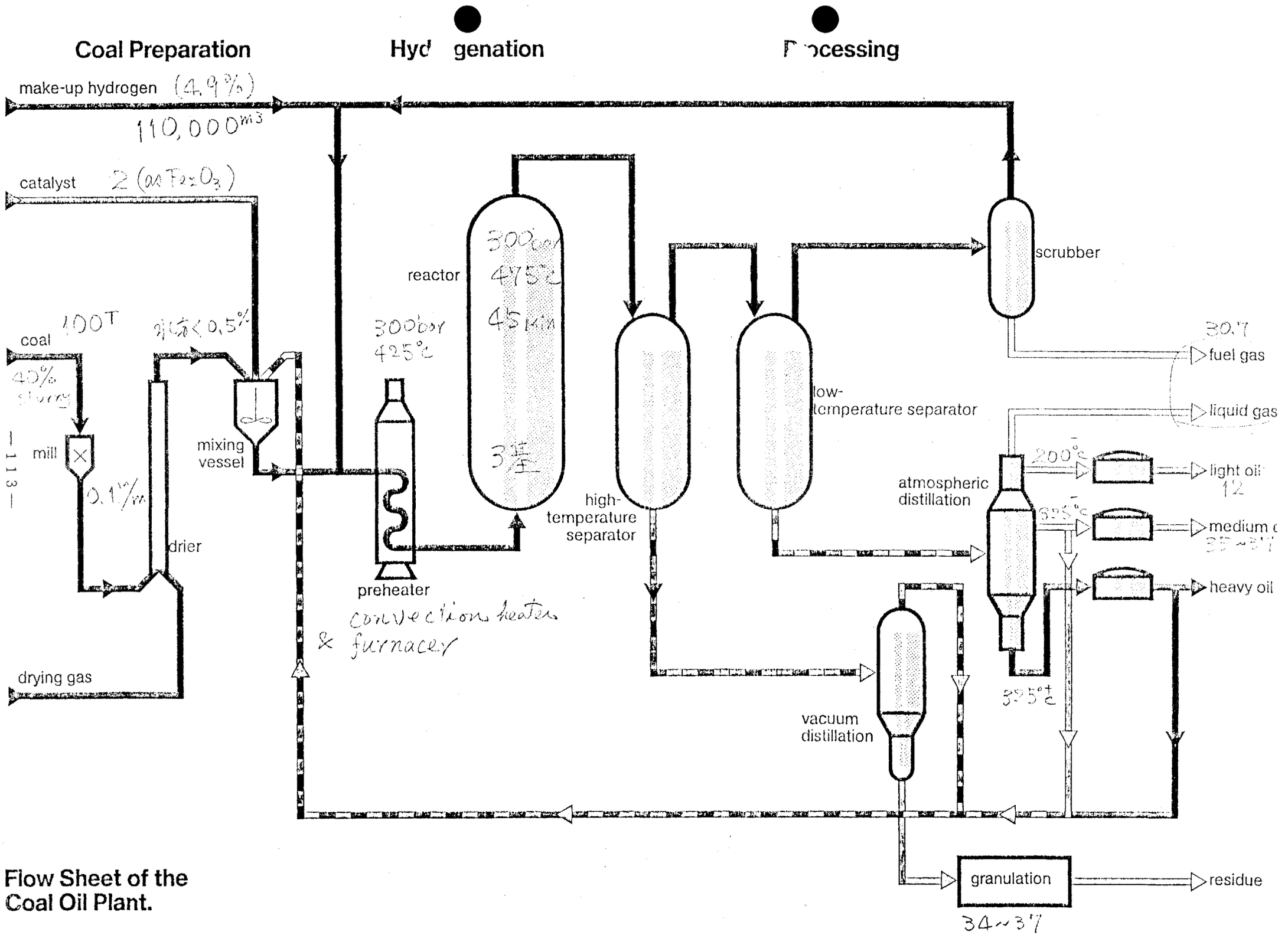
着工 May '79
完成 81/B
現在最終調整中
総予算 350 MDM very cheap
立地

RAG coking plant "prosper" に隣接し crude gas, waste water, residue を処理. 水素は Chemische Werke Hüls より pipe で受ける.

プラント敷地 220m × 270m
要員 350人 (OPE 200, 技術 20, R/D)
基礎技術 Bergbau-Forschung 0.2 T/日

		Standard-Case	Flexibility
Moisture	wt.%(raw)	4.30	3.8 ... 14.4
Ash	wt.%(m.f)	4.52	3.0 ... 17.0
Volatile	wt.%(m.a.f.)	37.9	10.0 ... 53.8
Carbon	wt.%(m.a.f.)	84.30	75.0 ... 93.0
Hydrogen	wt.%(m.a.f.)	4.96	3.5 ... 7.0
Oxygen	wt.%(m.a.f.)	7.23	1,5 ... 17.8
Nitrogen	wt.%(m.a.f.)	1.68	1.0 ... 1.9
Sulphur	wt.%(m.a.f.)	1.67	0.5 ... 5.4
Chlorine	wt.%(m.a.f.)	0.16	0.0 ... 0.4
Vitrinite	vol.%	64	61 ... 77
Exinite	vol.%	17	5 ... 20
Inertinite	vol.%	14	1 ... 14
Minerals	vol.%	5	1 ... 9
SiO_2	wt.%	32.92	32.11 ... 64.8
Fe_2O_3	wt.%	32.20	3.71 ... 36.00
Al_2O_3	wt.%	27.63	18.48 ... 34.60
Grindability	^oH	52	>30
High Heating Value*	kJ/kg(m.a.f.)	34,600	31,500 ... 36,800

SPECIFICATION OF FEED COALS FOR THE PILOT PLANT BOTTROP



Flow Sheet of the Coal Oil Plant.

Feed:

Coal, m.a.f		200	t/d
Hydrogen H_2 make up	4.9% on m.a.f.	220,000	m^3/d
Process Water		41.2	t/d
Catalyst(Fe_2O_3)	Fe_2O_3 2% on MAF (5 ~ 7% solid cat.)	4.0	t/d
Power		108,000	kWh/d

Products:

Gas		30.7% on MAF	61.3	t/d
Naphtha(stab.)	< 200°C	12.2%	24.4	t/d
Middle Oil 200 ...325°C		34.5 ~ 37.4%	69.0...74.7	t/d
Heavy Oil	> 325°C		-	t/d
Residue		34.3 ~ 37.2%	68.6...74.3	t/d

GAS 30.7%
−200° 12.2
200/325° 37.4) 49.6%

FEEDS AND PRODUCTS OF THE PILOT PLANT BOTTROP
(STANDARD CASE)

−200°C 留分は
水素化精製 改質 后 ガソリン 又は 石化原料
とする事を提案.

4. Saarberg　　Saarbrücken

6T/D pilot plant

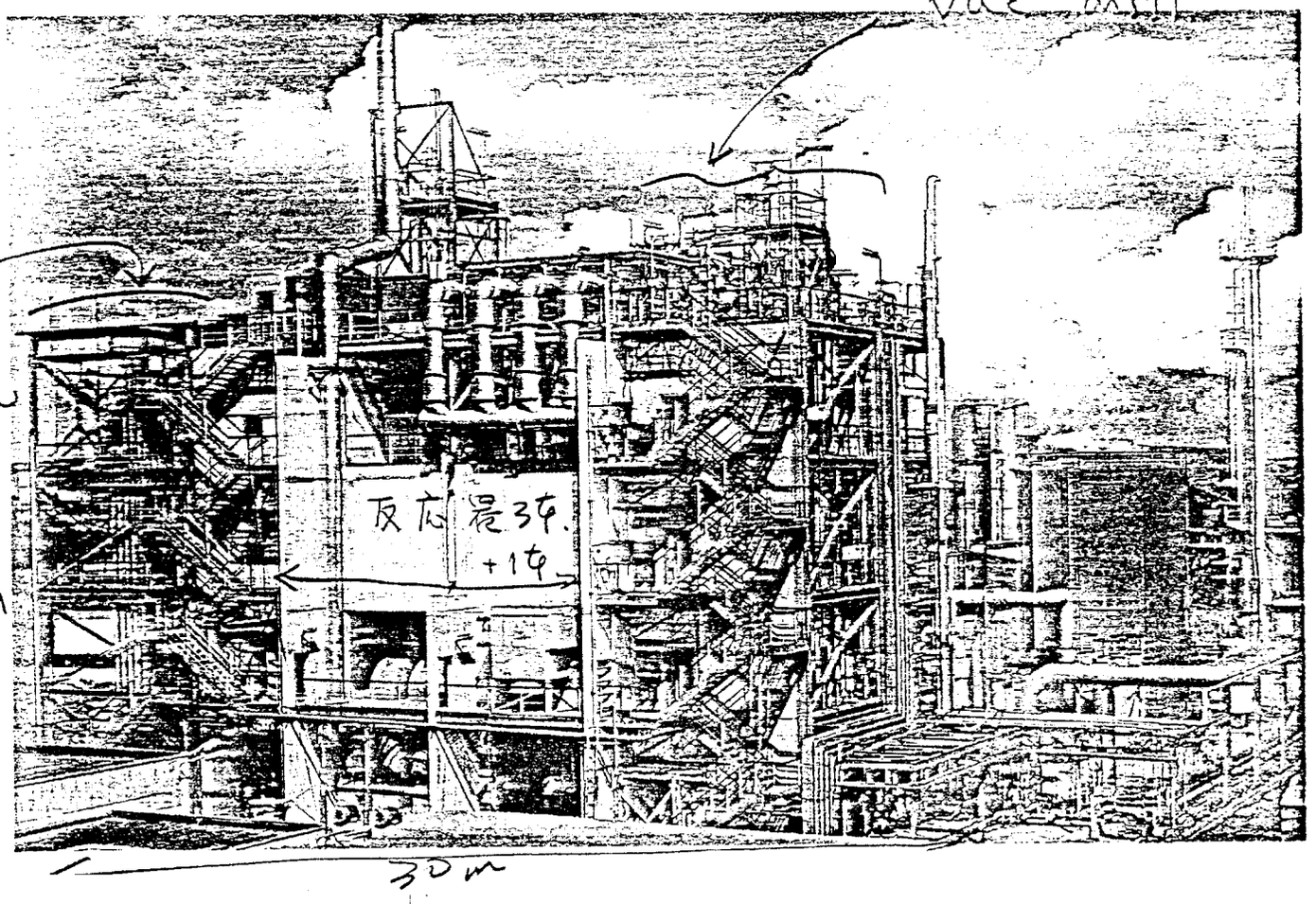
研究 step

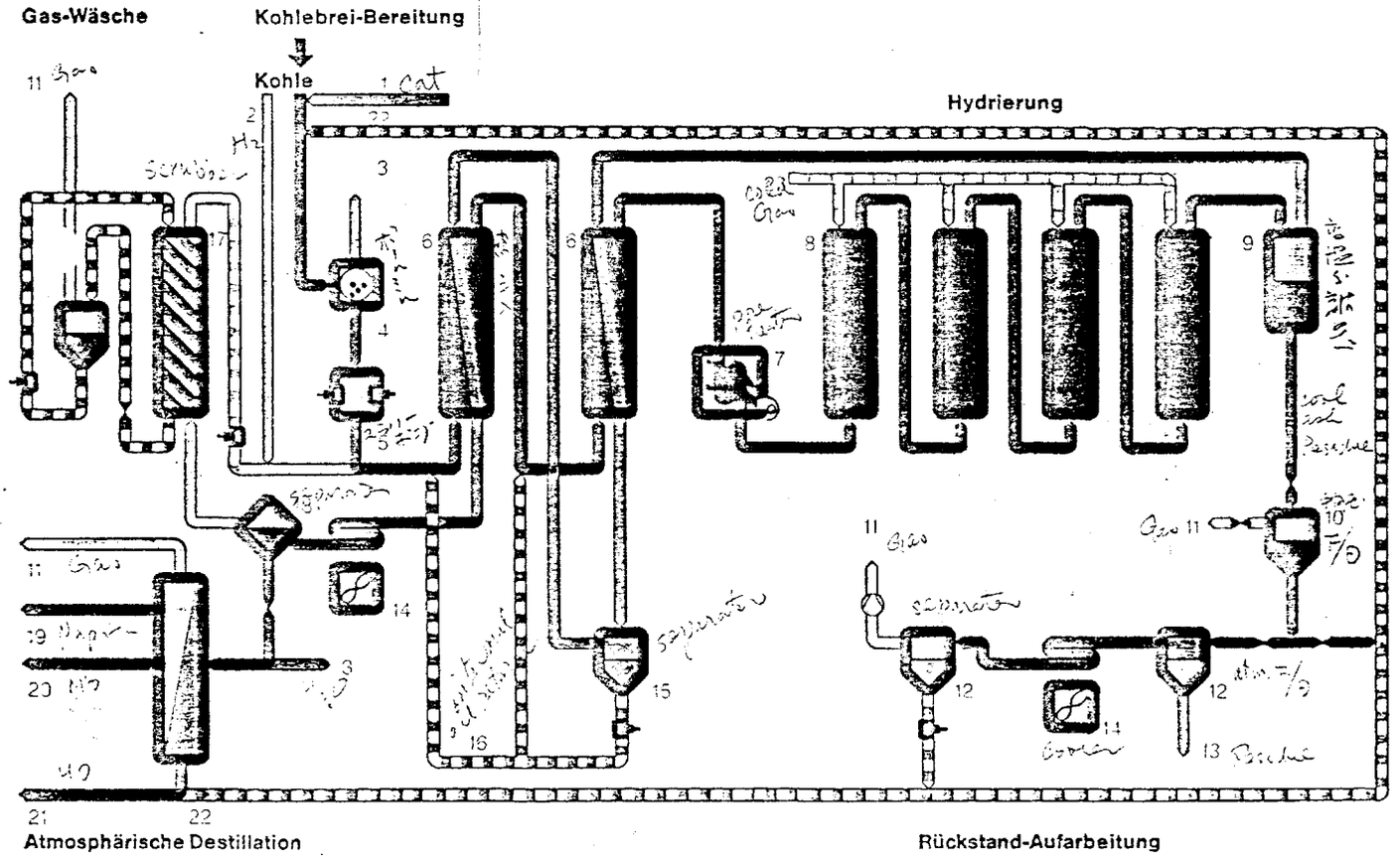
Labo plant	0.25 T/D 終了
pilot plant	6T/D
	81/三 start 手続き調整中
Demo plant	6000T/D F/S 中

6T/D pilot plant.

石炭	Saar 炭 (Bituminous)	ash 8%
液化条件	480°C	
	300 bar	
	0.5 ~ 1 hr	
	cat Red mud 2%	
	(FeSO4 0.5%)	
Reactor	100l x 3 + 60l x 1 (予熱器)	
	5 inch φ x 20 feet H	
Residue	power station, gasifier で処理	
H2	5.5 ~ 6%	
Oil yield	> 50%	

Projektdarstellung





Saar 技術

1. 低圧化　300bar　IG 700
2. HI free solvent (400°-)
   能力向上　ROC 0.63　IG 0.37 kg/kg.h
3. 熱交率向上　高温与熱油を slurry の予熱に。
   coal cont. in slurry ~60%

Product Distribution

	wt % of MAF coal
H_2S, NH_3, CO, CO_2, H_2O	11.7
$C_1 \sim C_4$	15.0
$C_5 \sim 200°C$	14.6
$200 \sim 325°C$	30.2
325°+	9.4
vacuum bottoms	19.0
unconverted coal	5.6
	105.5

(vacuum bottom 50% solid m.p. 80°C)

5. Rheinische Braunkohlenwerke

HTB (Hydrierende Verflüssigung von Braunkohle) process since '78

Commercial plant 1941~1944 250T/日

Test plant 1978~1986 250kg/d

Test 累計7000hr以上

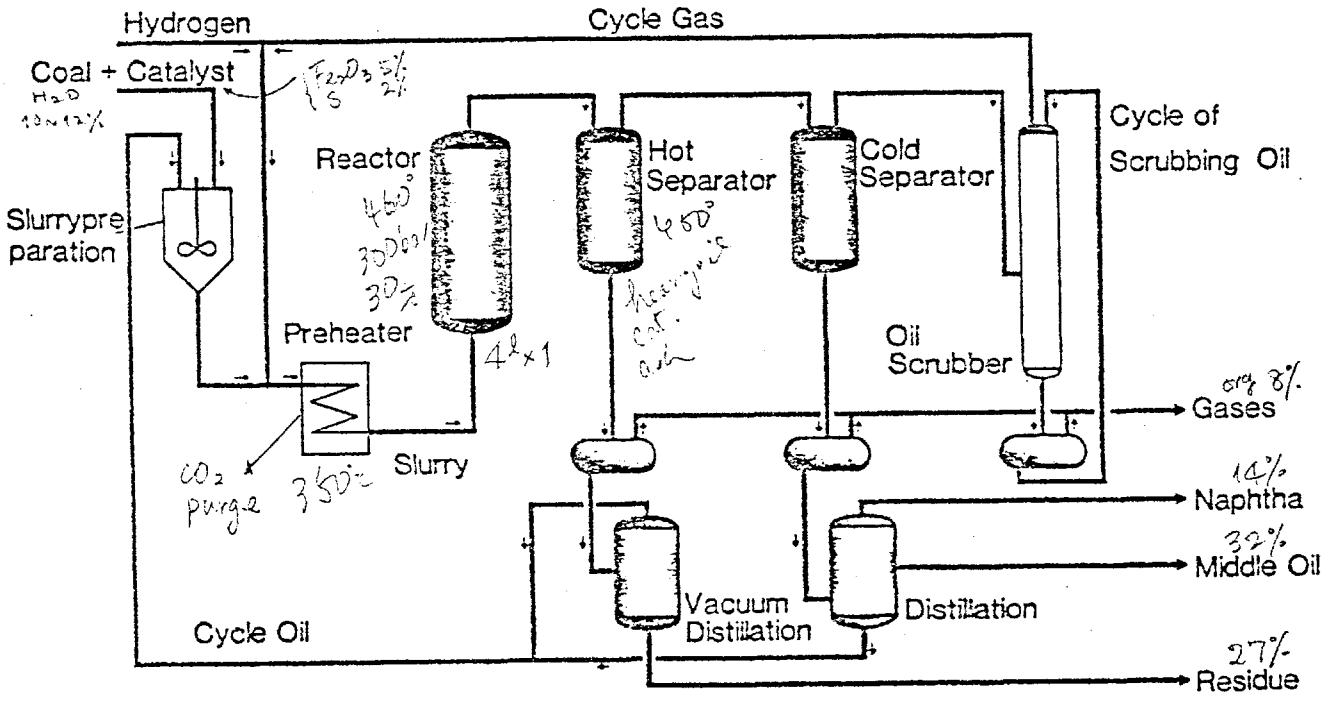
連続最長時間 ~500hr

Pilot plant 1985 ~ 360T/日 計画中

Demo plant 1992 ~ 6,000T/日

自動車用燃料, 石油化学

Test plant (250kg/d) Flow



HTB process

	new ('80)	old ('43 Wesseling)
Pbars	300	710
T °C	460	478
Residue	Distilling	Centrifuging
	Gasifying	Carbonizing

Specific Coal

Throughput (t/m^3h)	0.6	0.4
H_2 Consumption	6.0	6.5
Content of Solids in slurry	> 50%	
Conv.	95 ~ 99%	

6 Forward View

Company:	RAG	Veba Oel	Saarberg	Rheinbraun
Liquid Products, tpy	2 Million	2 Million	0,8 Million	0,4 Million
Feed Type	Bitum. Coal	Bitum. Coal or Petroleum Bottoms	Saar Bitum. Coal	Rhine Brown Coal
Feed, tpy	6 Million	6 Million	2 Million	3,5 Million
Operational	1986	1987	1987	1992

Industrial scale coal hydrogenation projects as proposed to the government (FRG, 1980).

第2回石炭液化委員会第3部会「二次水添」議事録

1. 日　時　　昭和57年2月17日（水）　14：00～17：00

2. 場　所　　新エネルギー総合開発機構　293会議室

3. 出席者　　部会長　　藤堂（化技研）

委　員　　山川（公資研）、前河（北開試）、武松（化技研）、細井（住友金属）、世良（三菱重工）、蔭山（三菱化成）、藤重（住友金属鉱山）、森（神戸製鋼）、吉田（出光興産）、志賀（千代田化工）、

オブザーバー　倉地（住友金属）、河村（三菱重工）、御手洗（住友金属鉱山）

新エネ機構　坂部、山口、萩原、寿原、高安、津久井、佐藤

4. 議　事

4.1　サンシャイン計画における二次水添法の研究について各委員より、現在研究中の二次水添の現状が報告された。

報告された二次水添は

1）溶剤抽出法における二次水添（資料2－1）

2）ソルボリシス法における二次水添（資料2－2）

3）C－SRC法における二次水添（資料2－3）

であり、昨年10月以降の研究結果である。

上記の報告に対し、次の議論がなされた。

1）SRCの分解性について

二次水添の原料中のBI成分（プレアスファルテン）およびBS成分（アスファルテン）は、触媒に与える影響が大きいと言われているが、BI、BS成分の量、および適切な反応条件を選定することにより、処理し得る可能性がある。しかし、触媒被毒の原因としては、一般的に言われている灰分よりも、むしろBI成分（プレアスファルテン）の影響の方が大きいというデータもあり、BI成分の挙動についての検討も重要である。

石油系の原料では、BI成分は数％であり、石油系触媒を用いる場合は、BI濃度の限界を設定する必要があろう。

二次水添後の未反応SRCは重縮合が進んでいるために安定で、分解し難いというデータがあり、再分解のためのリサイクルの是非、あるいは、除去等、その処理法についての検討が必要である。

2） 触媒の被毒について

固定床を使用した二次水添では、被毒物質によって触媒に沈積する位置が異なり、Fe、Ca、Ti は、原料の供給付近に、Siは、層全体に沈積する傾向がある。

二次水添装置として固定床を使用する場合ガードリアクター等による前処理についても考慮する必要がある。

3） 触媒の改良について

石油系触媒を改良して二次水添に使用する場合は、担体の細孔径、細孔分布、および金属の担持法等、石炭系に向く触媒の開発を進めていく必要がある。

一般的にマクロポアの方が良いというデータがあるが、微細化した灰による孔の閉塞についても考慮しておく必要がある。

4） 二次水添反応の評価法について

今回提出された二次水添の実験データでは、結果を評価する方法として

イ） fa値（ドナー性の評価）

ロ） oil収率（450℃以下）

等が用いられており、軽質化の程度、水添度を比較評価する上で、不都合であるため、沸点範囲（蒸留曲線）、元素分析、収率等、基準を決めてまとめる方がわかり易いという意見が出された。この点については、データが集積した段階で、検討することにした。

以上の討議に基づき、各プロセスでの二次水添の考え方が紹介され、以下の論議がなされた。

1） 二次水添の考え方について

二次水添の考え方として

イ） 軽質化をはかるための分解

ロ） 水素供与性溶剤を再生するための水添

ハ） 輸送に適し、且つアプグレーディングにかけ易い性状までの処理

という3つの考え方がある。

従来の考え方は、軽質化指向であったが、今後、液化油の用途を念頭に入れた二次水添油の処理についても考慮していく必要があろう。

2） 液化油の性状としては、現在の日本の石油精製系で処理でき、且つ流通機構にのせられるものが好ましいため、液化油のヘテロ原子含有量によっては、石油系原料とブレンドして処理する方式も考えられ、これら等の問題についても今後考慮が必要であろう。今後、二次水添の技術的内容を明確にすることが必要であり、将来、液化プロセスにアップグレーディングが必要か否かを検討することが先決である。

新エネ機構としては58年度に別途up－gradingを研究項目に挙げることにしている。

4.2　今後の進め方について

今後の進め方としては、

① 二次水添のデータの蓄積を待って問題を抽出し、フィードバックしてゆく。

② 液化油のアップグレーディング等の共通の問題、二次水添の位置づけ、目的等の明確化について考えてゆくことにした。

以　上

提　出　資　料

資料2－1　溶剤抽出法における二次水添

資料2－2　ソルボリシス法における二次水添

資料2－3　C－SRC法における二次水添

資料2－4　up－grading および石炭液化油触媒についての文献リスト（事務局提出）

資料2-1

昭和57年2月17日

石炭液化委員会 第3部会資料

二次水添の研究

— 溶剤沸点範囲拡大における現行触媒のテスト結果 —

住友金属(株)
住友金属鉱山(株)

I. 触媒活性テスト経過 及びスケジュール

1. 溶剤水添触媒スクリーニングテスト ⇒ KF153S
2. 石炭液化循環溶剤(bp180~430°C) ⇒ OK
3. 石炭液化循環溶剤(bp180~538°C) 今回検討
4. TS分/循環溶剤(bp180~538°C)

II. 検討条件

Table 1 検討条件

触媒(Ni-Mo)	KF153S 3%ブタノール添加した軽油にて予備硫化
LHSV	1 hr^{-1}
H_2/oil比	1000 Nl/l (出口)
fa	屈折率とfaの相関直線より求めた。(Fig.1)
屈折率(R)	アッベ屈折率計にて測定
循環溶剤(bp180~430°C)	R^0=1.6060 , f^0_a=0.735
循環溶剤(bp180~538°C)	R^0=1.6060 , f^0_a=0.735 bp180~430°Cの溶剤にbp430~538°C留分を25wt%添加

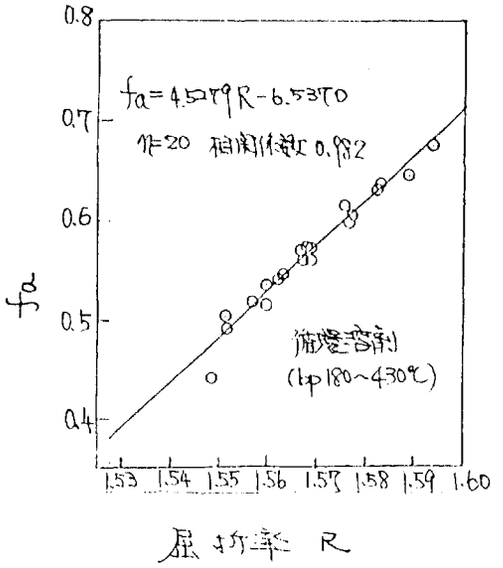


Fig.1 屈折率とfaとの関係

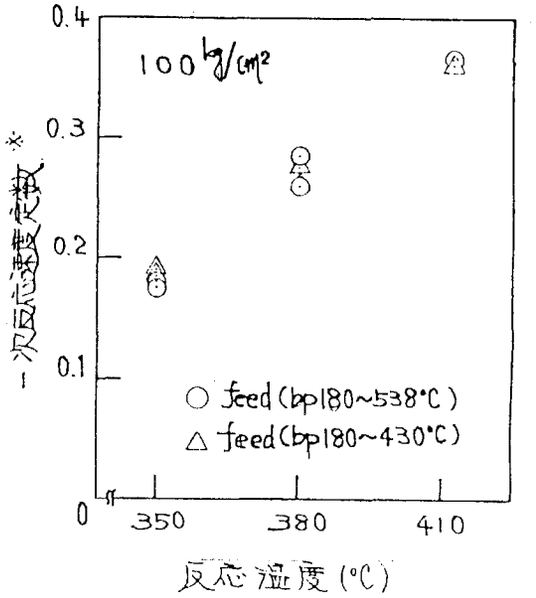


Fig.2 反応温度と速度定数との関係

※ 一次反応速度定数 = LHSV · $\ln(f^0_a/f_a)$

III. 検討結果

Fig.2から明らかな様に沸点180~538°C留分の溶剤も、沸点180~430°C留分と同様、現行触媒にて水添できる見通しが得られた。

III. 今後の検討予定

現在、住金、二次水添設備は試運転中

3月初旬より下記の順で検討予定

1. 沸点180~538°C(430~538°C濃度UP)
2. 沸点180~TS (TS 住金より供与)
3. SRC/循環溶剤

以上

資料2-2

石炭液化委員会第３部会提出資料

〔二次水添〕

ソルボリシス法における研究経過

昭和５７年２月１７日

三菱重工業株式会社

広島研究所

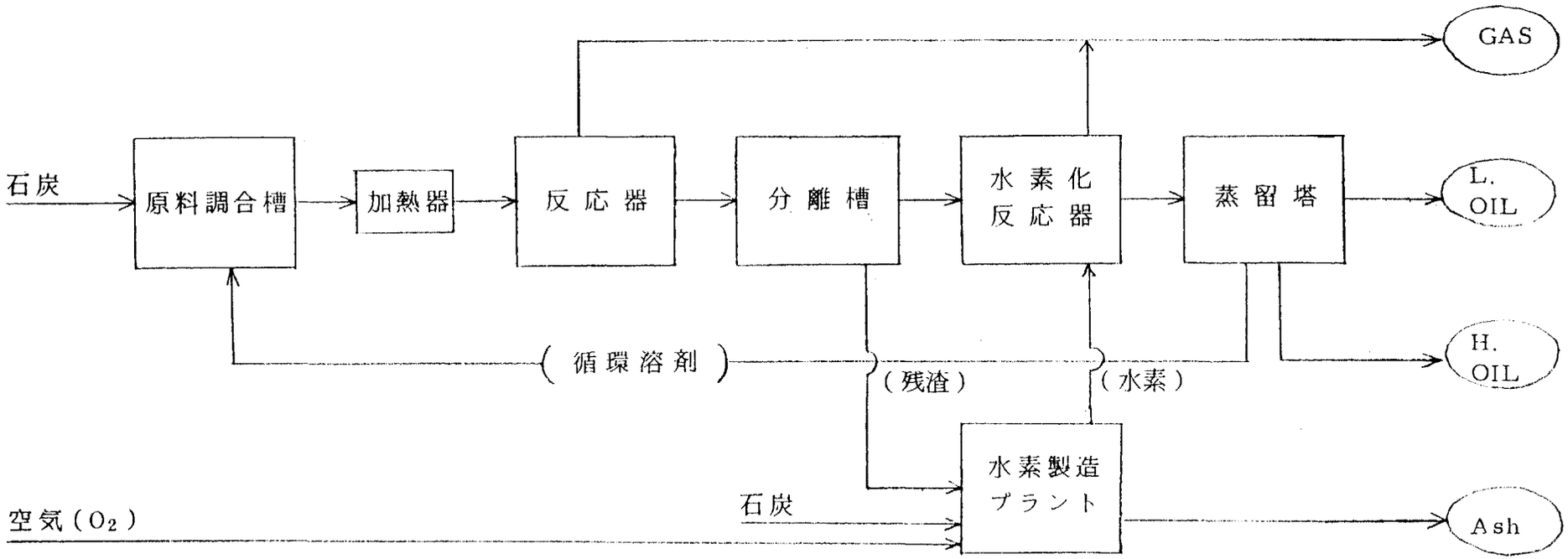


Fig. 1 Solvolysis Coal Liquefaction Process Flow

表1　オートクレーブでの水添触媒スクリーニング結果

触媒名	活性体	メーカ	形状	比表面積 (m²/g)	細孔容積 (cc/g)	オイル収率 (%) 〔450℃⁺→450℃⁻〕 40 60
MAG－42UQ	Ni－Mo	Haldor Topsoe	1/32″ Extrude	108	0.59	
TK－751	Ni－Mo	Haldor Topsoe	↑	171	0.59	
HDS－1442	Co－Mo	A.C.C	1/16″ Extrude	272	0.62	
V－1308	Ni－Mo	B.A.S.F	↑	230	0.50	
RHPC－1	Ni－Mo	Filtrol	↑	155	0.56	
HPC－40B	Ni－Mo	Filtrol	↑	248	0.45	
L－1090	Ni－W	U.C.I	↑	203	0.54	
Shell－324	Ni－Mo	Shell	↑	154	0.40	
Cata D	Ni－Mo	自作	↑	154	0.40	

試験条件

温度　380 ℃

圧力　200 kg/cm²

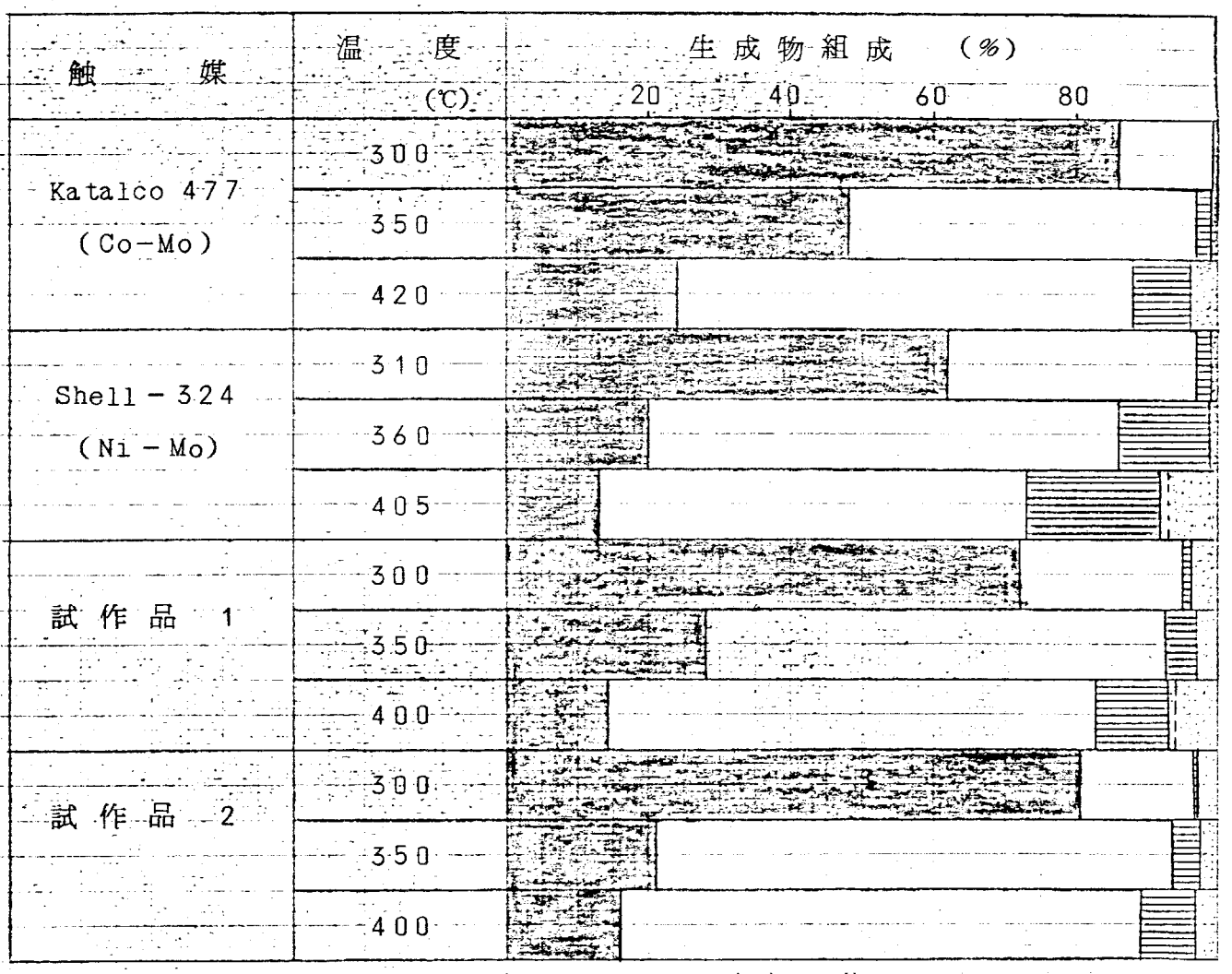
時間　3 Hr

原料SRC　SCT－SRC（オートクレーブで製造）

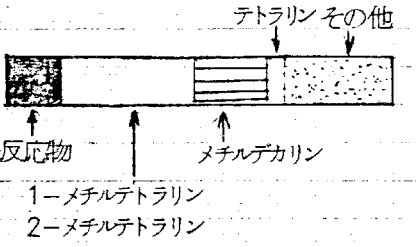
Solvent/SRC/Cata

＝15g/15g/12g

表 2.　1－メチルナフタリンの水添試験による生成物組成



1.　表示方法

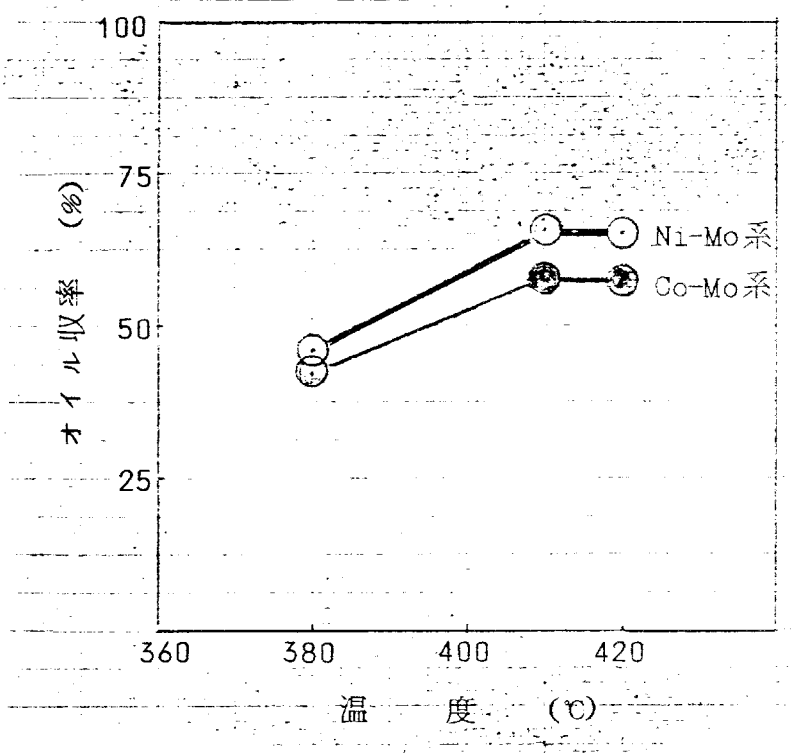


2.　反応装置　　固定床流通式反応器

3.　反応条件

- ○ 触媒量　　10 mℓ (1/16″ Extrude)
- ○ 圧　力　　80 kg/cm²
- ○ LHSV　　3 hr^{-1}
- ○ Feed　　1－メチルナフタリン(99.5)＋CS_2(0.5)
- ○ H_2 流量　　30 Nℓ/H

温度変化テスト



試験装置　固定床流通式反応器

触媒量　200 mℓ

フィード　1循環目の液化油

基準試験条件

圧　力　150 kg/cm²

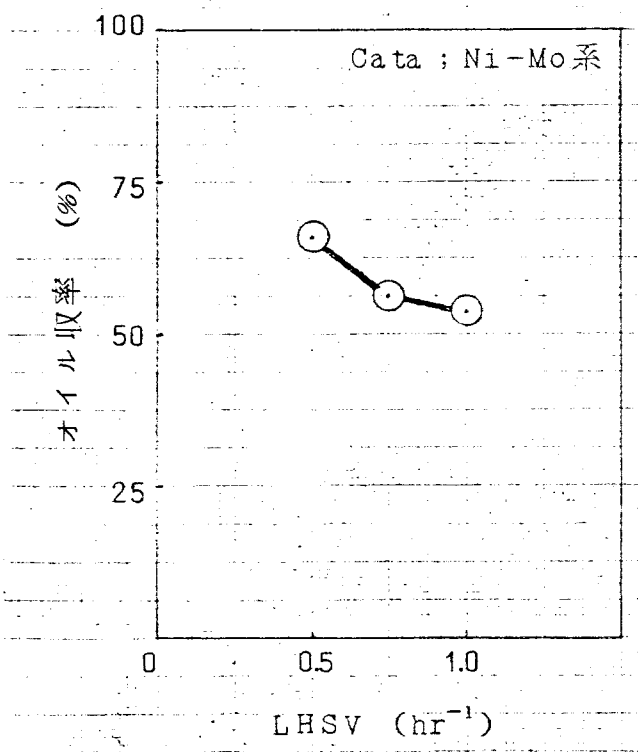
温　度　410 ℃

LHSV.　0.5 hr^{-1}

G/L　1000

オイル収率は450℃$^{+}$→450℃$^{-}$で示す。

LHSV 変化テスト



圧力変化テスト

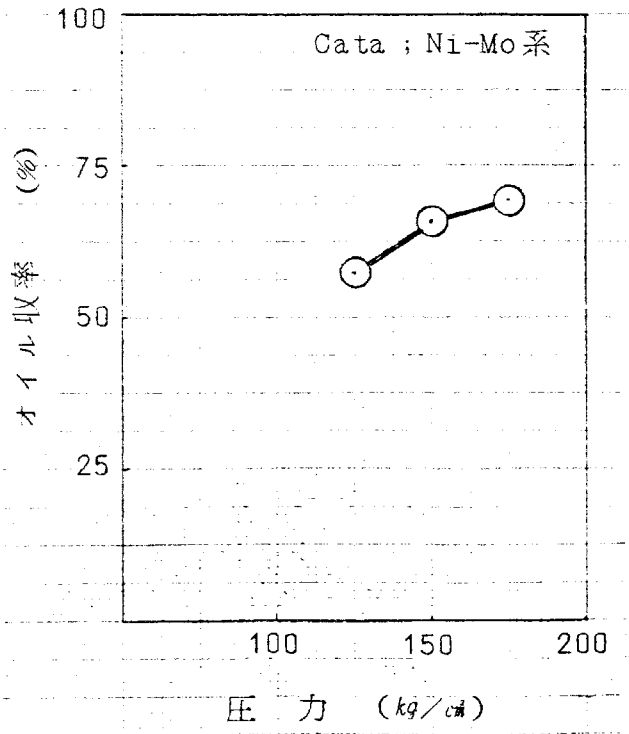


図2　循環運転で生成するSRCの反応性

資料2-3

1982. 2. 16
NBCL.
(神戸製鋼所
三菱化成工業)

重質留分の2次水添に関する研究

中間結論

1. BI成分を含む原料でも条件の適当な設定により コーキング トラブルを起こすことなく操作し得る可能性がある。 (表-2)

2. SRC成分(+420℃)に比べてHI成分は転化率が高い。 (図-1)

3. 灰分の触媒被毒作用はBI成分のそれに比べて小さい(BI成分は触媒を被毒させる) (図-2)

4. 鉄系触媒(懸濁床)は脱N能力が小さい (表-4)

1982. 2. 16
NBCU

2次水素の技術開発の現状

表-1 製品油の目標品質

項目	説明
① 輸送に適した性状	・不安定で重合しやすい不飽和化合物を含まないもの。
② アップグレーディングにかけやすい性状	・420℃（出来れば350℃）以下まで軽質化 ・0.3%（出来れば0.2%）以下の窒素含有量

表-3 SR-PDU-1 原料SRC（2L固定床）

遠心沪過機により脱灰したもので、灰分は0.2-0.4 wt%を含み下表の溶剤分析値のものである。

成分	HS	HI-BS	BI-PS	PI	fa値
量 (wt%)	18.67	41.81	37.08	2.48	0.629

表-2 各テストの内容，条件及び経過

（2ℓ固定床 Ni-Mo系/アルミナ担持）

・各テストともに土日は停止，停止前に触媒槽はクレオソート油で洗浄　　1981.12.14

実験番号	テストの目的	反応条件				触媒wt%		溶剤種	運転時間	運転経過		
		T℃	P kg/cm²	LHSV h⁻¹		上部	下部		h	温度分布	反応器差圧	反応終了後の触媒床
SR-PDU-0	水添溶剤の調整（クレオソート油 250～450℃）	360	250	1		20	100	クレオソート油	452	発熱大，温度差大	増加なし	サラッとして感じ，取出し容易
SR-PDU-1	SRCの水添（KSL RUN 4～6）	360	250	0.5		20	100	SR-PDU-0 水添溶剤	352	溶剤水添に比べ小	250時間以降で増加（差圧計の故障）	20%-100%の境界より下の部分に重質分切でかたい．
SR-PDU-2	SRCの水添 触媒寿命効果他（低水添度SRC）	360 ～より 380	250	0.5		20	60	SR-PDU-0 回収溶剤	500	〃	スラッジの蓄積で増加，一時停止	触媒層全体がかたく固化
SR-PDU-3	SRCの水添 リサイクル溶剤（低水添度SRC）	360	250	0.5		20	100	SR-PDU-1 回収溶剤	406	〃	〃	取出し容易
SR-PDU-4	SRCの水添 溶剤の影響（低水添度SRC）	360 ～より 400	250	0.5		20	100	B.P調整 クレオソート油	320	10℃程度の温度差あり	増加なし	取り出し容易
SR-PDU-1000	水添溶剤の調整（クレオソート油 250～450℃）	360 → 400 → 360	250	1.0 → 0.5		20	100	〃	320	40～50℃の温度差あり	〃	取り出し容易
									〃			

図-1 SRC, HI分解率等の経時変化

(SR-PDU-1)

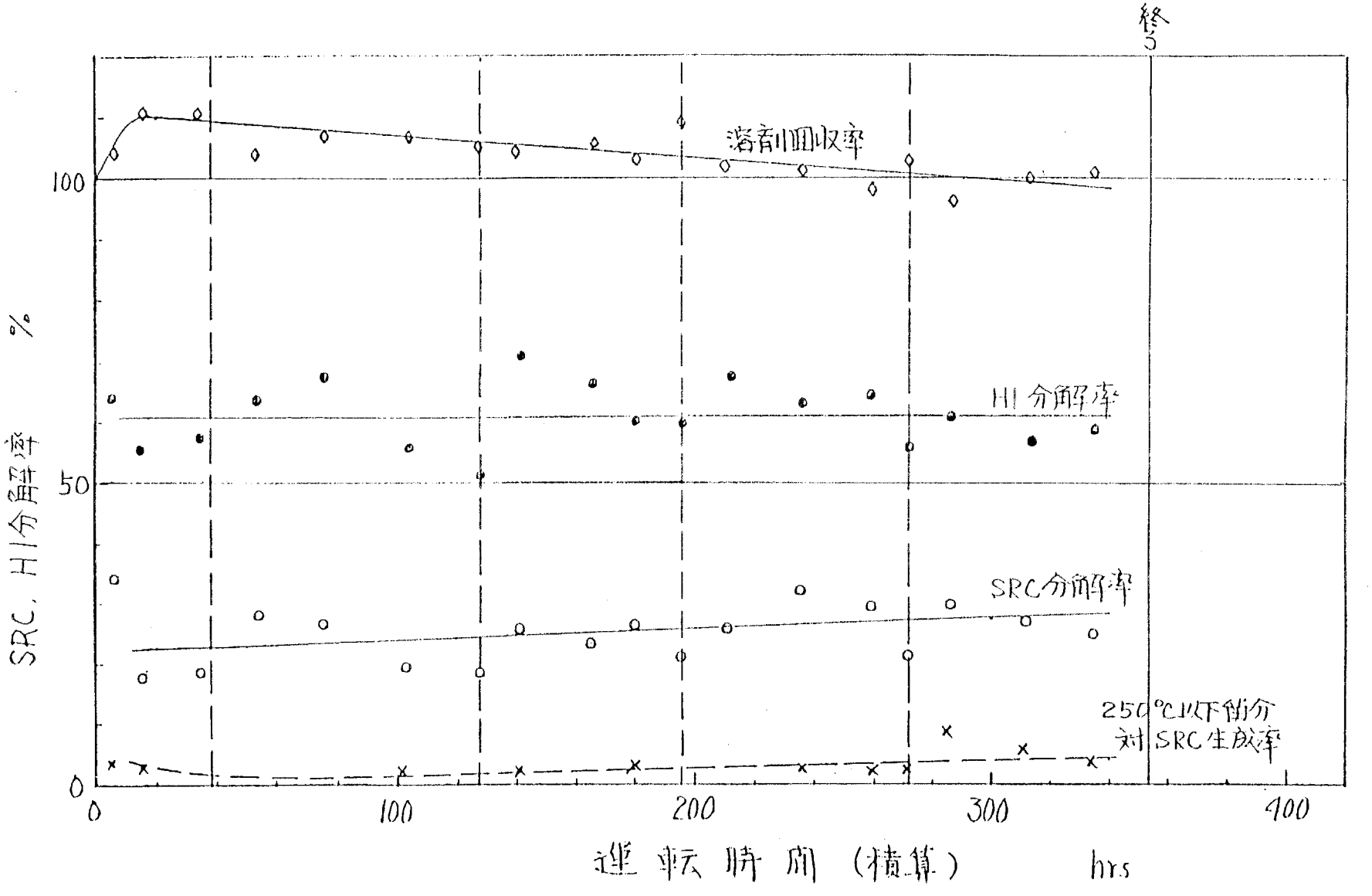
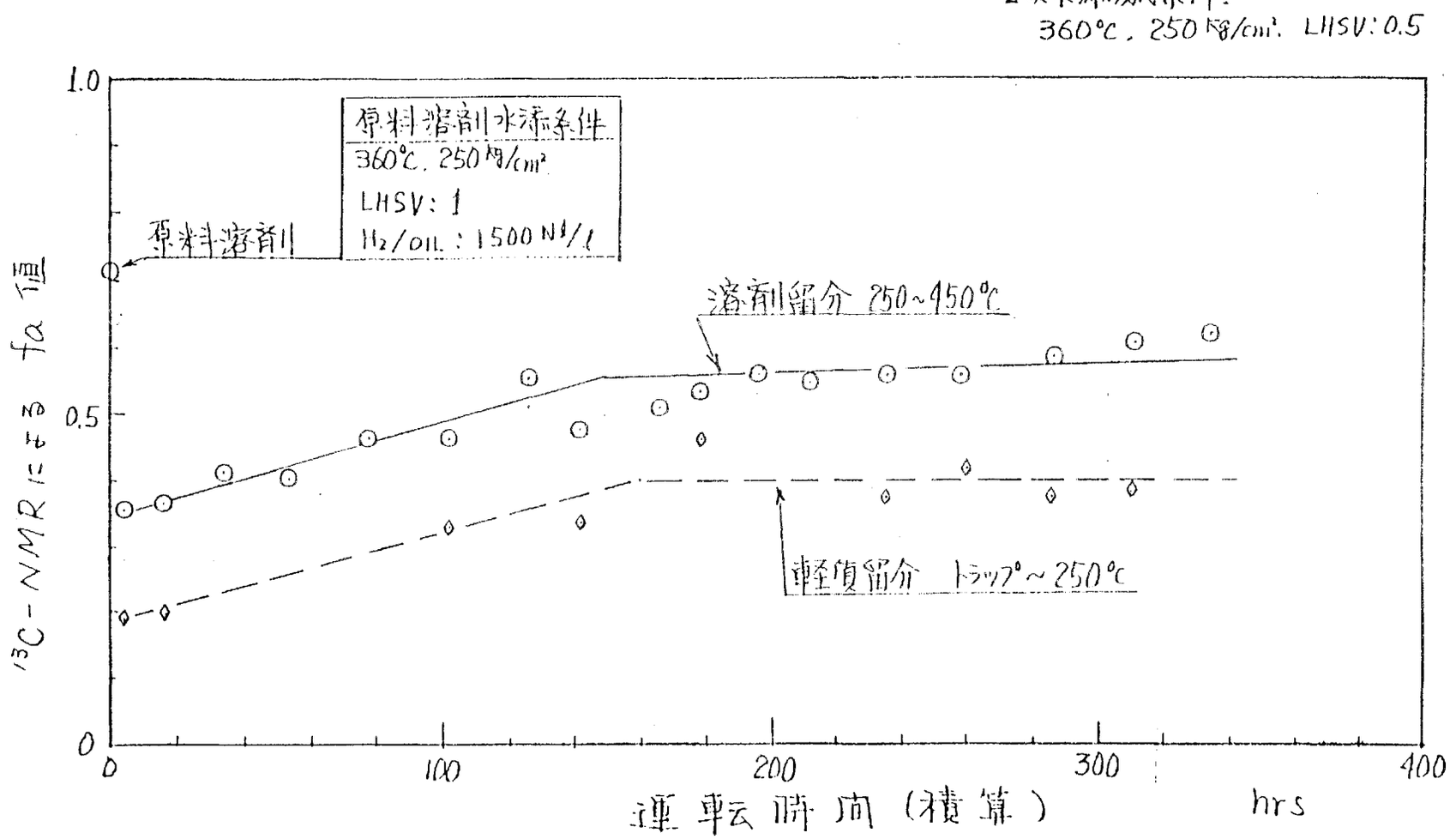


図-2 回収溶剤のfa値等の経時変化

(SR-PDU-1)



SRC Properties.

Run No.	(SRC)	HI	BI	ASH	C/H	Hau/Ca	fa
L-56-5	2S-11	76	33	0.42	1.10	0.79	0.73
L-56-6	BS	57	0	0.05	1.07	0.77	0.70
L-56-7	180+ of 56-5	36	1	0.0	0.95	0.75	0.58
L-56-8	BS+Ash.						

Test Condition.

360°C. 230 atm. SV 0.5 hr^{-1}

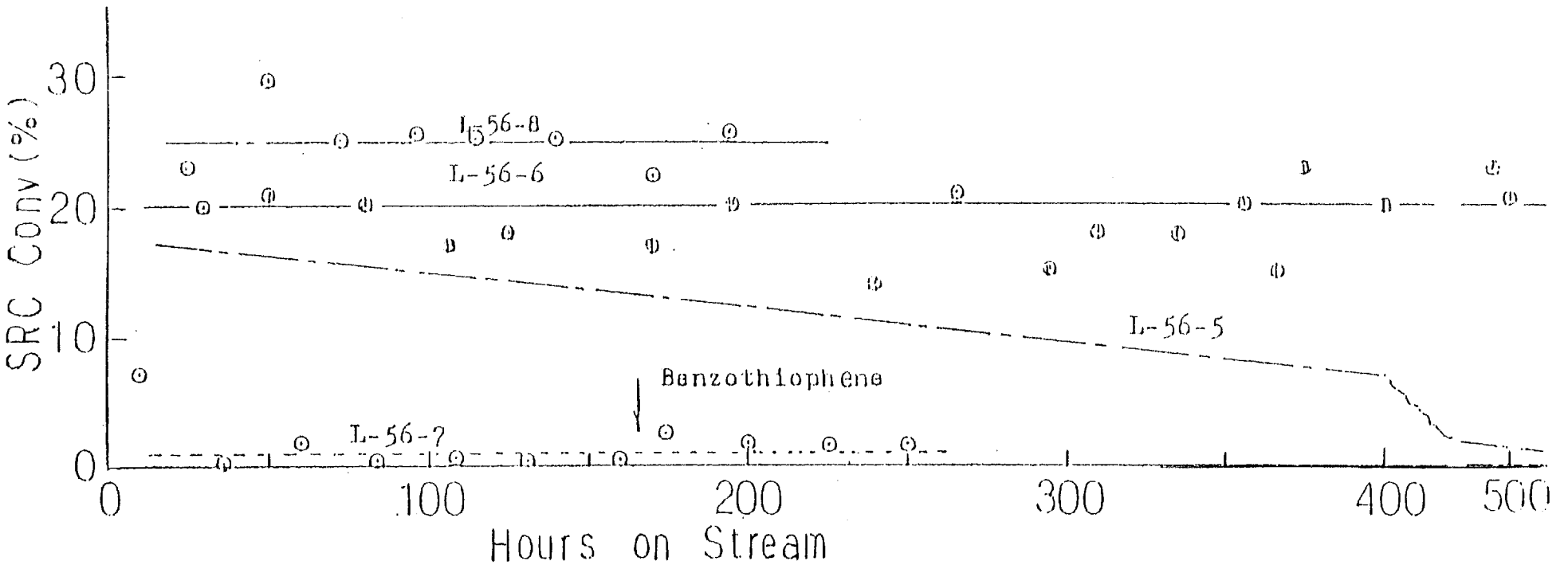


図-3 Effect of SRC Properties on SRC Conversion and Yield Pattern.

表-4 懸濁床(Fe系)と固定床(Co-Mo系)の製品品質

SUSPENDED BED-REACTION PRODUCTS (懸濁床)

RUN NO	REACTION CONDITION	UNREACTED SRC		OIL 180-420°C		OIL IBP.- 180°C	
		S (wt%)	N (wt%)	S (wt%)	N (wt%)	S (ppm)	N (wt%)
K011-2	460℃ 0.5 (根ゴ時間)	0.28	1.10	0.16		120	0.19
K005-2	1	0.16	1.11	0.14	0.56	50	0.11
K010-2	1.5	0.16	1.15	0.09	0.58	40	0.11
	1 (根ゴ時間)						
K008-2	430 °C	0.20	1.08	0.16	0.57	90	0.15
K005-2	460	0.16	1.11	0.14	0.56	50	0.11
K009-2	480	0.18	1.11	0.13	0.62	30	0.15
	Reactant SRC	0.21	1.07				
	Solvent (180 -420°)			0.21	0.58		

FIXED BED-REACTION PRODUCTS (固定床)

RUN NO	REACTION CONDITION	UNREACTED SRC		OIL 180- 420°C		OIL IBP. - 180°C	
		S (WT%)	N (WT%)	S (wt%)	N (wt%)	S (ppm)	N (wt%)
L-56-3 -12	365°C.	0.02	0.69	0.01	0.32	20	0.10
	350°C	0.04	0.73				

資料2-4

Upgrading 文献リスト

受入コード	文献タイトル	著者	著作機関	発行日	文献番号	頁数	掲載頁	所蔵番号
C-03-0670	UPGRADING OF COAL LIQUIDS FOR USE AS POWER GENERATION FUELS	Bendoraitis ET AL	Mobil Research and Development Co. Paulsboro,New Jersey	'76/1	PB-252 939	122		2965
C-03-0689	Upgrading of Coal Liquids for Use as Power Generation Fuels Work Period:February 1977-January 1978	T.R.Stein A.V.Cabal R.B.Ccallen ET AL	Mobil Research and Development Co.	'78/12	EPRI-AF-873	194		2752-VI
C-03-0690	Economic Screening Evaluation of Upgrading SRC to Low Sulfur Solid Boiler Fuels	P.J.Angevine Dabkowski A.V.Perrella S.S.Shin	Mobil Research and Development Co.	'80/5	EPRI AP-1399	36		2752-VI
C-03-0671	REFINING AND UPGRADING OF SYNFUELS FROM COAL AND OIL SHALES BY ADVANCED CATALYTIC PROCESSES Second Interim Report,Laboratory and Pilot Plant Studies of Processing of SRC-I	Sullivan Stangeland Chen Rudy	Chevron Research Co. Richmond,California	'79/11	FE-2315-45	78		2966
C-03-0672	CHARACTERIZATION OF COAL LIQUIDS Intermediate Report for the Period July-December 1975 Upgrading Solvent Refined Coal Process Filter Feed	A.J.deRosset	UOP,Incorporated Des Plaines,Illinois	'76/5	FE-2010-01	29		2967-1
C-03-0673	CHARACTERIZATION OF COAL LIQUIDS Intermediate Report for the Period January-March 1976 Upgrading Cut Back Solvent Refined Coal	A.J.deRosset	UOP,Incorporated Des Plaines,Illinois	'76/5	FE-2010-02	9		2967-2
C-03-0674	CHARACTERIZATION OF COAL LIQUIDS Intermediate Report Upgrading Synthoil	A.J.deRosset	UOP,Incorporated Des Plaines,Illinois	'76/8	FE-2010-03	24		2967-3
C-03-0675	CHARACTERIZATION OF COAL LIQUIDS Intermediate Report Upgrading SRC Filtrate	A.J.deRosset	UOP,Incoporated Des Plaines,Illinois	'76/9	FE-2010-04	10		2967-4

Upgrading 文献リスト

(ページ)

受入コード	文献タイトル	著者	著作機関	発行日	文献番号	頁数	掲載頁	所蔵番号
C-03-0676	CHARACTERIZATION OF COAL LIQUIDS Intermediate Report Hydrocracking Upgraded Synthoil	A.J.deRosset G.Tan	UOP,Incorporated Des plaines,Illinois	'76/10	FE-2010-05	17		2967-5
C-03-0677	CHARACTERIZATION OF COAL LIQUIDS Intermediate Report Upgrading Solvent Refined Coal	A.J.deRosset J.G.Gatsis	UOP,Incorporated Des plaines,Illinois	'76/11	FE-2010-06	14		2967-6
C-03-0678	CHARACTERIZATION OF COAL LIQUIDS Intermediate Report Upgrading H-Coal Hydroclone Underflow	A.J.deRosset	UOP,Incorporated Des plaines,Illinois	'76/11	FE-2010-07	10		2967-7
C-03-0679	CHARACTERIZATION OF COAL LIQUIDS Intermediate Report Hydrocracking Upgraded Solvent Refined Coal (SRC)	A.J.deRosset	UOP,Incorporated	'76/11	FE-2010-08	8		2967-8
C-03-0685	UPGRADING OF COAL LIQUIDS Monthly Technical Progress Report For September,1977	Gim Tan A.J.deRosset	UOP Inc. Corporate Research Center	'77/10	FE-2566-07	28		2752-I
C-03-0686	UPGRADING OF COAL LIQUIDS Monthly Technical Progress Report For October,1977	Gim Tan A.J.deRosset	UOP INC. Corporate Research Center	'77/11	FE-2566-08	16		2752-II
C-03-0680	Upgrading of Coal liquids Hydrocracking of H-Coal Process Derived Gas Oils	Gim Tan ET AL	UOP Incorporated, Corporate Research Center	'78/11	FE-2566-23	134		2968
C-03-0687	DEASPHALTING,DEASHING,AND UPGRADING OF COAL LIQUIDS Quarterly Technical Progress Report for The Period January-March 1979	Fredrick J. Riedl A.J.deRosset	UOP Inc. Corporate Research Center	'79/5	FE-2645-02	10		2752-V

Upgrading 文献リスト

(NEDO分)

受入コード	文献タイトル	著者	著作機関	発行日	文献番号	頁数	掲載頁	所蔵番号
C-03-0366	DEASPHALTING,DEASHING,AND UPGRADING OF COAL LIQUIDS Quarterly Technical Progress Report for April-June 1979	F.J.Riedl A.J. deRosset	UOP Inc. Corporate Research Center Des Plaines,Illinois	'79/7	FE-2645-03	21		
C-03-0542	DEASPHALTING,DEASHING,AND UPGRADING OF COAL LIQUIDS Quarterly Technical Progress Report,July-September 1979	F.J.Riedl A.J. deRosset	UOP Inc. Corporate Research Center Des Plaines,Illinois	'79/12	FE-2645-04	28		
C-03-0511	UPGRADING OF COAL LIQUIDS Monthly Technical Progress Report for December, 1979	F.J.Riedl A.J. deRosset	UOP Inc. Corporate Research Center Ten UOP Plaza	'80/1	FE-2566-37	12		2752-Ⅲ
C-03-0688	UPGRADING OF COAL LIQUIDS INTERIM REPORT Hydrotreating and Fluid Catalytic Cracking of SRC-II Process Derived Gas Oils	F.J.Riedl A.J. deRosset	UOP Inc. Corporate Research Center Ten UOP Plaza Des Plaines,IL 60016	'80/7	FE-2566-39	82		2752-Ⅳ
C-03-0043	CATALYSTS FOR UPGRADING COAL-DERIVED LIQUIDS Final Report,June 9,1975-March 8,1978	B.L.Crynes	The Oklahoma State University School of Chemical Engineering Stillwater,Oklahoma	'78/7	FE-2011-12	192		
	Proceedings of the Fifth Annual EPRI Contractor's Conference on Coal Liquefaction "UPGRADING OF THE PRIMARY RESIDUAL PRODUCTS FROM WYODAK COAL LIQUEFACTION"	R.L.Miller H.F.Silver, Univercity of Wyoming	Palo Alto Hyatt Palo Alto,California Sponsored by EPRI L.F.Atherton, Project Manager	'80/5			2-1 ~ 2-27	

石炭液化触媒の文献リスト
(NEDO 保管)

受入コード	文献タイトル	著者	著作機関	発行日	文献番号	頁数	掲載頁	所蔵番号
C-03-0294	CATALYTIC HYDROGENATION OF COAL-DERIVED LIQUIDS Interim Report for the Period September 1978 through November 1978	L.Berg F.P. McCandless	Montana State University Bozeman,Montana 59717	'78/12	FE-2034-13	33		
C-03-0052	CATALYTIC HYDROGENATION OF COAL-DERIVED LIQUIDS Interim Report for the Period December,1978 February,1979	L.Berg F.P. McCandless	Montana State University Bozeman,Montana 59717	'79/3	FE-2034-14	42		
C-03-0308	CATALYTIC HYDROGENATION OF COAL-DERIVED LIQUIDS Interim Report for the Period Jund 1979-August 1979	L.Berg F.P.McCandless	Montana State Univ.	'79/9	FE-2034-16	41		
C-03-0325	CATALYST DEVELOPMENT FOR COAL LIQEFACTION Final Report for July 1,1976-December 31, 1978	S.G.Hindin	Engelhard Menerals and Chemicals Co. Research and Development Department Engelhard Industries Division	'79/1	FE-2335-T1	247		
C-03-1546	DEVELOPMENT OF UNIQUE CATALYSIS FOR HYDRODENITROGENATION OF COAL-DERIVED LIQUIDS First Quarterly Report for September 15,1978	J.R.Katzer A.B.Stiles H.Kawart	University of Delaware Chemical Engineering Department Newark Delaware	'79/3	FE-3297-1	117		
C-03-0547	DEVELOPMENT OF UNIQUE CATALYSIS FOR HYDRODENITROGENATION OF COAL-DERIVED LIQUIDS Second Quarterly Report for December 15, 1978-March 15,1979	J.R.Katzer A.B.Stiles H.kwart	University of Delaware Department of Chemical Engineering Newark,Delaware	'79/3	FE-3297-2	26		
C-03-0548	DEVELOPMEMT OF UNIQUUE CATALYSIS FOR HYDRODENITROGENATION OF COAL-DERIVED LIQUIDS Third Quarterly Report for March 15-June 15 1979	J.R.Katzer A.B.Stiles H.Kwart	University of Delaware Chemical Engineering Department Newark, Delaware	'79/8	FE-3297-3	50		
C-03-0347	COAL LIQUEFACTION CATALYSI DEVELOPMENT Quarterly Progress Report No.1	D.K.Kim R.J.Pellet K,K,Robinson J.A.Mahoney	Amoco Research Center Naperville,Illinois	'79/8	DOE/ET/14803-T1	50		

石炭液化触媒の文献リスト
(NEDO保管)

受入コード	文献タイトル	著者	著作機関	発行日	文献番号	頁数	掲載頁	所蔵番号
C-03-0348	COAL LIQUEFACTION CATALYST DEVELOPMENT Quarterly Progress Report No.2,July 1-September 30,1979	D.K.Kim R.J.Pellet K.K.Robinson J.A.Mahoney	Research and Development Department Amoco Oill Company Naperville,Illinois	'79/10	DOE/ET/14803-T3	35		
C-03-0447	DEVELOPMENT OF NEW CATALYSTS FOR COAL LIQUIDS REFINING Third Quarterly Report for July 1-September 30,1979	I.Schwager	Filtrol Corporation Los Angeles,Californi	'79/10	FE-2595-3	23		
C-03-0007	DEACTIVATION OF HYDROTREATING CATALYSTS BY COAL-DERIVED ORGANOMETALLICS	C.Karr,Jr K.B.McCaskill	United states Department of Energy Morgantown Energy Technology Center Morgantown,West Virginia	'79/2	METC/RI-79/1	30		

Upgrading 文献リスト

受入コード	文献タイトル	著者	著作機関	発行日	文献番号	頁数	掲載頁	所蔵番号
	ECONOMIC SCREENING EVALUATION OF UPGRADING COAL LIQUIDS TO TURBINE FUELS Final report	M.J. Dabkowski R.H. Heck ET AL	Mobil research and Developement Co. Paulsboro, N.J. Process research and Technical Service Div.	'78/3	EPRI-AF-710	76		
	REFINING AND UPGRADING OF SYNFUELS FROM COAL AND OIL SHALES BY ADVANCED CATALYTIC PROCESSES Quarterly Report July-September 1976	R.F. Sullivan	Chevron Research Co. Richmond,Calif.	'76/10	FE-2315-4	8		
	REFINING AND UPGRADING OF SYNFUELS FROM COAL AND OIL SHALES BY ADVANCED CATALYTIC PROCESSES Quarterly Report January-March 1977	R.F. Sullivan	Chevron Research Co. Richmond,Calif.	'77/10	FE-2315-12	32		
	REFINING AND UPGRADING OF SYNFUELS FROM COAL AND OIL SHALES BY ADVANCED CATALYTIC PROCESSES Monthly Report April 1977	R.F. Sullivan C.E. Rudy H.C.Chen	Chevron Research Co. Richmond,Calif.	'77/5	FE-2315-13	24		
	REFINING AND UPGRADING OF SYNFUELS FROM COAL AND OIL SHALES BY ADVANCED CATALYTIC PROCESSES Monthly Report May 1977	R.F. Sullivan C.E. Rudy H.C.Chen	Chevron Research Co. Richmond,Calif.	'77/6	FE-2315-14	23		
	REFINING AND UPGRADING OF SYNFUELS FROM COAL AND OIL SHALES BY ADVANCED CATALYTIC PROCESSES Quarterly Report April-June 1977	R.F. Sullivan H.A.Frumkin C.E.Rudy H.C.Chen	Chevron Research Co. Richmond,Calif.	'77/7	FE-2315-15	80		
	REFINING AND UPGRADING OF SYNFUELS FROM COAL AND OIL SHALES BY ADVANCED CATALYTIC PROCESSES Monthly Report July 1977	R.F. Sullivan H.C. Chen	Chevron Research Co. Richmond,Calif.	'77/8	FE-2315-16	34		
	REFINING AND UPGRADING OF SYNFUELS FROM COAL AND OIL SHALES BY ADVANCED CATALYTIC PROCESSES	R.F. Sullivan C.E.Rudy D.C.Green H.C.Chen	Chevron Research Co. Richmond,Calif.	'77/9	FE-2315-18	29		

Upgrading 文献リスト

受入コード	文献タイトル	著者	著作機関	発行日	文献番号	頁数	掲載頁	所蔵番号
	REFINING AND UPGRADING OF SYNFUELS FROM COAL AND OIL SHALES BY ADVANCED CATALYTIC PROCESSES Quarterly Report July-September 1977	R.F. Sullivan C.E.Rudy D.C.Green H.C.Chen	Chevron Research Co. Richmond,Calif.	'77/10	FE-2315-19	32		
	REFINING AND UPGRADING OF SYNFUELS FROM COAL AND OIL SHALES BY ADVANCED CATALYTIC PROCESSES Quarterly Report October-December 1977	R.F. Sullivan D.C. Green H.C.Chen	Chevron Research Co. Richmond,Calif.	'78/1	FE-2315-22	62		
	REFINING AND UPGRADING OF SYNFUELS FROM COAL AND OIL SHALES BY ADVANCED CATALYTIC PROCESSES First Interim Report Processing of Paraho Sale Oil	R.F. Sullivan B.E. Stangeland ET AL	Chevron Research Co. Richmond,Calif.	'78/4	FE-2315-25	228		
	REFINING AND UPGRADING OF SYNFUELS FROM COAL AND OIL SHALES BY ADVANCED CATALYTIC PROCESSES Quarterly Report April-June 1978	R.F. Sullivan C.E.Rudy H.C.Chen	Chevron Research Co. Richmond,Calif.	'78/7	FE-2315-28	37		
	REFINING AND UPGRADING OF SYNFUELS FROM COAL AND OIL SHALES BY ADVANCED CATALYTIC PROCESSES Quarterly Report July-September 1978	R.F. Sullivan	Chevron Research Co. Richmond,Calif.	'78/10	FE-2315-31	48		
	REFINING AND UPGRADING OF SYNFUELS FROM COAL AND OIL SHALES BY ADVANCED CATALYTIC PROCESSES Quarterly Report October-December 1978	R.F. Sullivan	Chevron Research Co. Richmond,Calif.	'79/1	FE-2315-34	42		
	REFINING AND UPGRADING OF SYNFUELS FROM COAL AND OIL SHALES BY ADVANCED CATALYTIC PROCESSES Quarterly Report April-June 1979	R.F. Sullvan D.J. O'rear	Chevron Research Co. Richmond,Calif.	'79/7	FE-2315-40	79		
	REFINING AND UPGRADING OF SYNFUELS FROM COAL AND OIL SHALES BY ADVANCED CATALYTIC PROCESSES Quarterly Report July-September 1979	R.F. Sullivan D.J. O'rear	Chevron Research Co. Richmond,Calif.	'79/10	FE-2315-43	44		

Upgrading 文献リスト

(常盤保管)

受入コード	文献タイトル	著者	著作機関	発行日	文献番号	頁数	掲載頁	所蔵番号
	REFINING AND UPGRADING OF SYNFUELS FROM COAL AND OIL SHALES BY ADVANCED CATALYTIC PROCESSES Quarterly Report,October-December 1979	R.F.Sullivan D.J.O'rear	Chevron Research Co. Richmond,Calif. Department of Energy, Washington,DC.	'80/1	FE-2315-48	48		
	UPGRADING OF COAL LIQUIDS Monthly Technical Progress Report,July 1977	G.Tan A.J. deRosset	UOP,Inc. Des Plaines,Illinois Energy Research and Development Administration	'77/8	FE-2566-05	15		
	UPGRADING OF COAL LIQUIDS Monthly Technical Progress Report	G.Tan A.J. deRosset	UOP,Inc. Des Plaines,Illinois Corporated Research Center Department of Energy	'77/11	FE-2566-09	17		
	UPGRADING OF COAL LIQUIDS Monthly Technical Progress Report	G.Tan A.J. deRosset	UOP,Inc. Des Plaines,Illinois Corporate Research Center Department of Energy	'77/12	FE-2566-10	26		
	UPGRADING OF COAL LIQUIDS Monthly Technical Progress Report,January 1977	G.Tan A.J. deRosset	UOP,Inc. Des Plaines,Illinois Corporate Research Center Department of Energy	'78	FE-2566-11	19		
	UPGRADING OF COAL LIQUIDS Interim Report Hydrotreating and Reforming H-Coal Process Derived Naphthas	G.Tan A.J. deRosset	UOP,Inc. Des Plaines,Illinois Corporate Research Center Department of Energy	'78/3	FE-2566-12	50		
	UPGRADING OF COAL LIQUIDS Monthly Technical Progress Report,August 1978	G.Tan A.J. deRosset	UOP,Inc. Des Plaines,Illinois Corporate Research Center Department of Energy	'78/9	FE-2566-19	27		
	UPGRADING OF COAL LIQUIDS Interim Report:Hydrotreating and Fluid Catalytic Cracking of H-Coal Process Derived Gas Oils	G.Tan A.J. deRosset	UOP,Inc. Des Plaines,Illinois Corporate Research Center Department of Energy	'78/8	FE-2566-20	65		

Upgrading 文献リスト

(電総研)

受入コード	文献タイトル	著者	著作機関	発行日	文献番号	頁数	掲載頁	所蔵番号
	UPGRADING OF COAL LIQUIDS Hydrotreating and Reforming SRC II Process Derived Naphtha Interim Report	F.J.Riedl A.J. deRosset	UOP,Inc. Des Plaines,Illinois Corporate Research Center Department of Energy	'79/6	FE-2566-27	26		
	UPGRADING OF COAL LIQUIDS Hydrotreating and Fluid Catalytic Cracking of EDS Process Derived Gas Oils Interim Report	F.J.Riedl A.J. deRosset	UOP,Inc. Des Plaines,Illinois Corporate Research Center Department of Energy	'80/1	FE-2566-30	54		
	DEASPHALTING,DEASHING AND UPGRADING OF COAL LIQUIDS Quarterly Technical Progress Report, January-March 1980	F.J.Riedl A.J. deRosset	UOP,Inc. Des Plaines,Illinois Corporate Research Center Department of Energy,	'80/6	FE-2645-06	30		
	CATALYSTS FOR UPGRADING COAL-DERIVED LIQUIDS Quarterly Report,June 9,1975-September 9, 1975	B.L.Crynes	Oclahoma State Univ. Stillwater School of Chemical Engineering	'75/9	FE-2011-1	40		
	CATALYSTS FOR UPGRADING COAL-DERIVED LIQUIDS	B.L.Crynes	Oclahoma State Univ. Stillwater School of chemical Engyneering Energy Research and Development administration	'75	FE-2011-2	36		
	CATALYSTS FOR UPGRADING COAL-DERIVED LIQUIDS Quarterly Report,December 9,1975-March 8, 1976	B.L.Crynes	ditto	'76/3	FE-2011-3	33		
	CATALYSTS FOR UPGRADING COAL-DERIVED LIQUIDS Quarterly Report,March 9,1976-June 8,1976	B.L.Crynes	ditto	'76/6	FE-2011-4	61		
	CATALYSTS FOR UPGRADING COAL-DERIVED LIQUIDS Quarterly Report,June 9,1976-September 8, 1976	B.L.Crynes	ditto	'76/9	FE-2011-5	24		

Upgrading 文献リスト

(電子版)

受入コード	文献タイトル	著者	著作機関	発行日	文献番号	頁数	掲載頁	所蔵番号
	CATALYSTS FOR UPGRADING COAL-DERIVED LIQUIDS Quarterly Report,September 8,1976-December 9,1976	B.L.Crynes	Oklahoma State Univ. Stillwater School of Chemical Engineering Energy Research and Development Administration	'76/12	FE-2011-6	48		
	CATALYSTS FOR UPGRADING COAL-DERIVED LIQUIDS Quarterly Report,March 9-June 8,1977	B.L.Crynes	Oklahoma State Univ. Stillwater School of Chemical Engineering Energy Research and Development Administration	'77/6	FE-2011-8	32		
	CATALYSTS FOR UPGRADING COAL-DERIVED LIQUIDS Quarterly Report,June 9-September 8,1977	B.L.Crynes	Oklahoma State Univ. Stillwater School of Chemical Engineering Department of Energy	'77/9	FE-2011-9	57		
	CATALYSTS FOR UPGRADING COAL-DERIVED LIQUIDS Quarterly Report,September 9-December 9,1977	B.L.Crynes	Oklahoma State Univ. Stillwater School of Chemical Engineering Department of Energy	'77/12	FE-2011-10	66		
	SRC-II DEMONSTRATINO PROJECT PHASE ZERO,NUMBER 3: DELIVERABLE NUMBER 9. VOLUME 8, MARKET ASSESSMENT: TRANSPORTATION FUELS FROM SRC-II UPGRADING		Pittsburg and Midway Coal Mining Co. Denver,Co. Department of Energy	'79/7	FE-3055-T1 (V.8)	154		

第1回石炭液化委員会　第4部会「褐炭液化」

1. 日　時　　昭和56年9月18日（金）　13：30～17：00

2. 場　所　　新エネルギー総合開発機構　30階　第9会議室

3. 出席者　　工　技　院　寺西
　　部　会　長　神谷（東大）
　　委　　員　古崎（東工大），上田（北開試），中子（神戸製鋼），
　　吉田（出光興産），広幸（三菱化成）
　　新エネ機構　坂部　他

4. 議　事　　1. 要素研究中間報告
　　2. パイロットプラントの設計方針
　　3. パイロットプラントの設備概要

1. 要素研究の中間報告

(1) 生褐炭の脱水実験

(2) 重質留分（SRC）の脱灰実験

(3) 2次水添実験

(4) 1次水添（サンプル作りと技術的検討）

2. パイロットプラントの設計方針

(1) 安全で，且つ確実に運転が可能なパイロットプラントを建設する。

- 故障が予想されるポンプ類等は100％補機を準備する。
- プレヒーター，脱水機などのR＆D上，トラブルが予想される設備は形式の違う方式の予備をもつ。
- H2製造等，すでに商業的に完成した技術の存在するものについては，パイロットプラント規模で最も確実で運転が容易なものを採用する。

(2) 1次水添系は，脱灰，2次水添も含めて，最適のプロセスの確立が可能なように，その水添深度にフレキシビリティーをもたせる。
当面，そのフレキシビリティーの巾を3～5％ mafcoal とする。

(3) プラントの運転が安定したのち，順次プロセスの合理化，コストダウンの計画をおりこむ。

3. パイロットプラントの設備概要

(1) プラント設備能力

① 石炭処理能力　　40～60トン／日

② 運転条件（反応部）

圧　　力	150 ～ 250 kg G
温　　度	430 ～ 460 ℃
溶剤添加比	2.0 ～ 3.0 （SOLVENT／MAF）
水素消費量	3.0 ～ 5.0 wt % on MAF COAL

③ 製品収率（1次水添設備稼動時）

ナフサ	9 ～ 20 wt % on MAF COAL
燃料油	4 ～ 7 wt % on MAF COAL
SRC	46 ～ 67 wt % on MAF COAL

④ 主要設備緒元（最大設備能力）

石炭前処理設備	70 トン／日
水素発生設備	3000 Nm^3／Hr
蒸気発生設備	15 トン／Hr
窒素発生設備	1000 Nm^3／Hr
冷却等	1500 トン／Hr
排水処理設備	515 トン／日（内廃液焼却55トン／日）
用水設備	420 トン／日
廃ガス処理設備	650 Nm^3／Hr

第2回石炭液化委員会　第4部会「褐炭液化」

1. 日　時　昭和57年2月23日（火）　13：00～17：00

2. 場　所　新エネルギー総合開発機構　29階　296会議室

3. 出席者　部　会　長　神谷（東大）
　　委　　員　古崎（東工大），上田（北開試），中子（神戸製鋼），
　　広幸（三菱化成），田中（出光興産）
　　オブザーバー　西嶋（化技研）
　　新エネ機構　坂部　他

4. 議　事　1. 要素研究中間報告（続）
　　2. その他

1. 脱水プロセス

- 操作条件と脱水率
- 操作温度と脱水率（脱晶アントラセン油）
- 操作温度と脱水率（褐炭平衡溶剤）
- 脱水プロセス（概念）①
- 脱水プロセス（概念）②
- （50T／D）主要熱交換器の負荷と伝熱面積
- 伝熱係数の実測値例（PDU）
- 脱水性状（原水及び処理水）
- 今後の課題と対策

2. 1次水添プロセス

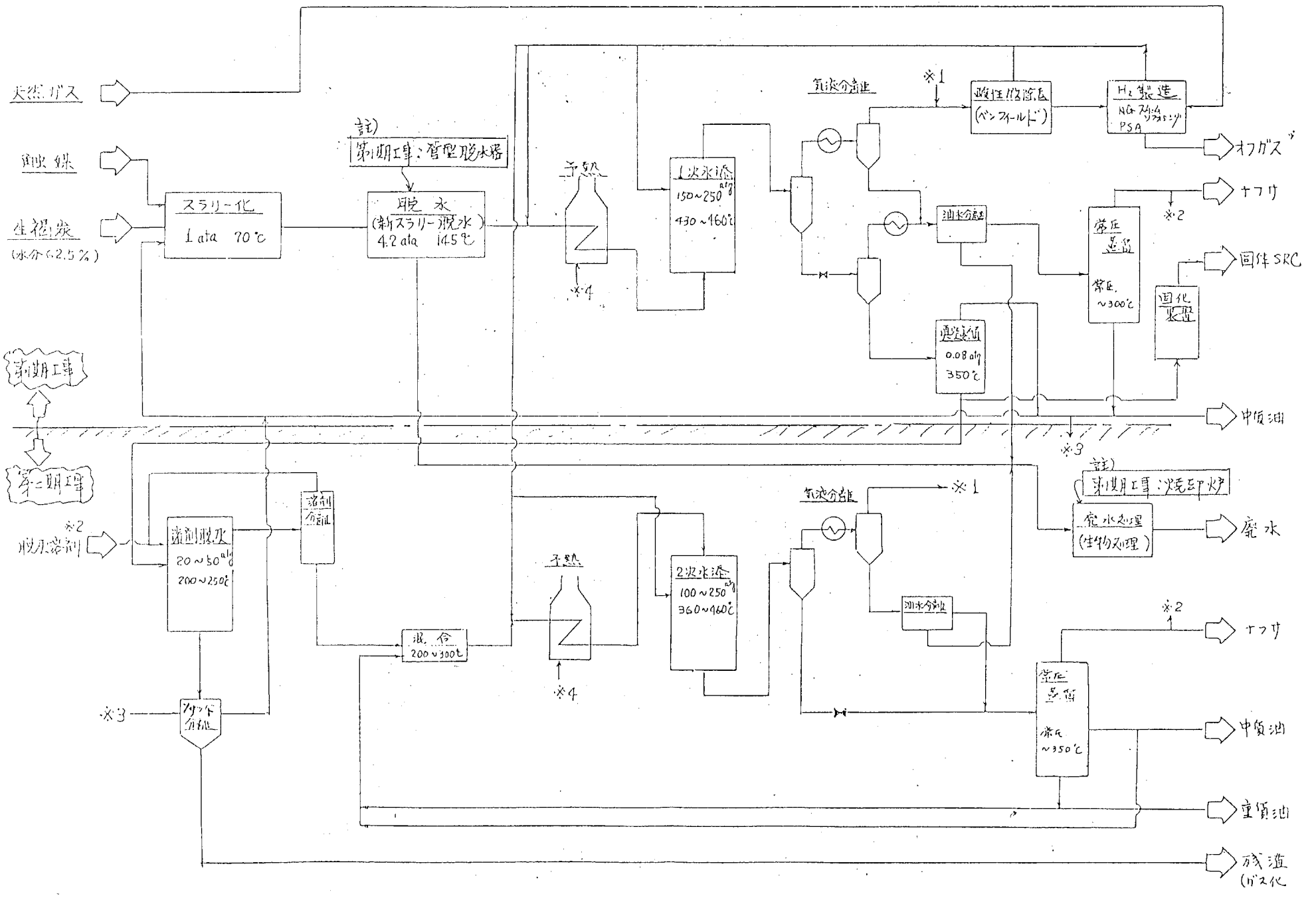
- 反応条件，H2消費と反応生成物
- 水添度と反応生成物（＋420℃）分子量分布
- 水素消費量と各生成物の収率
- 反応時間と生成物
- 反応と反応速度定数
- 反応器内沈殿物の蓄積量の変化
- 反応器内沈殿物の平均粒径の変化
- 繰り返し使用による溶剤品質変化
- 今後の課題と対策

3. 脱灰プロセス

- 灰分の粒径分布
- 溶剤脱灰特性
- 溶剤脱灰プロセスの概念
- １次水添系水添度と発生スラッジ量
- 溶剤種と脱灰特性（精ＳＲＣ中の灰分量）
- 溶剤種と脱灰特性（ＳＲＣ回収率）
- 脱灰率と沈降速度
- 今後の課題と対策

4. ２次水添プロセス

- 各種触媒活性比較
- 触媒組織
- 触媒活性の経時変化（３００℃，２５０㎏）
- 固定床触媒寿命と原料中灰分，ＢＩ量の関係
- 触媒への金属付着率
- ＳＲＣの脱金属率
- ＳＲＣ濃度の転化率，製品収率への影響（懸濁床）
- 反応温度の転化率，製品収率への影響（懸濁床）
- 反応時間の転化率，製品収率への影響（懸濁床）
- 固定床，懸濁床，２次水添の比較
- 今後の課題と対策

NBCL 褐炭液化プロセス（50T/D パイロットプラント）

（第一期工事終了後）