



無灰炭の製造装置 1 は、溶剤を加熱する予熱器 4 と、石炭と予熱器 4 にて加熱された溶剤とを混合してなるスラリーから溶剤に可溶な石炭成分を抽出する抽出槽 6 と、予熱器 4 を通り一端が抽出槽 6 に接続される供給管 10 と、予熱器 4 よりも下流側の供給管 10 に接続され、溶剤が逆流してこないように供給管 10 への供給部 17 を加圧して供給管 10 に石炭を供給するロックホッパ 5 と、抽出槽 6 にて石炭成分が抽出されたスラリーから石炭成分を含む溶液部を分離する重力沈降槽 7 と、重力沈降槽 7 にて分離された溶液部から溶剤を蒸発分離して無灰炭を得る溶剤分離器 8 とを備える。

明 細 書

発明の名称： 無灰炭の製造装置および無灰炭の製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、石炭から灰分を除去した無灰炭を得るための無灰炭の製造装置および無灰炭の製造方法に関する。

背景技術

[0002] 無灰炭の製造方法としては、例えば特許文献 1 に記載されたものがある。この無灰炭の製造方法は、石炭と溶剤とを混合してスラリーを調製するスラリー調製工程と、スラリー調製工程で得られたスラリーを加熱して溶剤に可溶性石炭成分を抽出する抽出工程と、抽出工程で石炭成分が抽出されたスラリーから当該石炭成分を含む溶液部を分離する分離工程と、分離工程で分離された溶液部から溶剤を分離して無灰炭（H P C）を得る無灰炭取得工程とを備えるものである。

先行技術文献

特許文献

[0003] 特許文献1：日本国特開 2 0 0 9 - 2 2 7 7 1 8 号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0004] 前記したとおり、無灰炭は溶剤に可溶性石炭成分を含む溶液部から溶剤を分離して得られる。したがって、無灰炭の収率は、溶剤に可溶性石炭成分の割合（以下、抽出率とも記載する）に依存し、この抽出率の向上は、無灰炭製造プロセスにおいて重要な課題となっている。例えば、特許文献 1 に記載の無灰炭の製造方法においては、溶剤として石炭との親和性に優れる非水素供与性溶剤を使用すると共に抽出温度や抽出時間を所望の値に設定して抽出率を高めているが、抽出率のさらなる向上が望まれている。

[0005] 本発明は、上記実情に鑑みてなされたものであって、その目的は、抽出率を高めることができ、無灰炭の収率を向上させることができる無灰炭の製造

装置および無灰炭の製造方法を提供することである。

[0006] なお、本願でいう「収率」とは、例えば原料となる石炭の質量に対する製造された無灰炭の質量の比率を言い、「製造効率」と換言してもよい。

課題を解決するための手段

[0007] 上記課題を解決するため、本発明の無灰炭の製造装置は、溶剤を加熱する予熱器と、石炭と前記予熱器にて加熱された溶剤とを混合してなるスラリーから溶剤に可溶な石炭成分を抽出する抽出槽と、前記予熱器を通り一端が前記抽出槽に接続される供給管と、前記予熱器よりも下流側の前記供給管に接続され、溶剤が逆流してこないように前記供給管への供給部を加圧して前記供給管に石炭を供給する石炭供給手段と、前記抽出槽にて前記石炭成分が抽出されたスラリーから前記石炭成分を含む溶液部を分離する固液分離装置と、前記固液分離装置にて分離された溶液部から溶剤を蒸発分離して無灰炭を得る溶剤分離器と、を備えるものである。

[0008] また、本発明の無灰炭の製造方法は、石炭と溶剤とを混合してなるスラリーから無灰炭を得る無灰炭の製造方法であって、溶剤を加熱する加熱工程と、前記加熱工程で加熱された溶剤が流れる供給管に、溶剤が逆流してこないように前記供給管への供給部を加圧して石炭を供給することにより、供給された石炭と溶剤とを混合してスラリーとする石炭混合工程と、前記石炭混合工程で得られたスラリーから溶剤に可溶な石炭成分を抽出する抽出工程と、前記抽出工程にて前記石炭成分が抽出されたスラリーから前記石炭成分を含む溶液部を分離する分離工程と、前記分離工程で分離された溶液部から溶剤を蒸発分離して無灰炭を得る無灰炭取得工程と、を備えるものである。

発明の効果

[0009] 本発明によれば、抽出率を高めることができ、無灰炭の収率を向上させることができる無灰炭の製造装置および無灰炭の製造方法を提供することができる。

図面の簡単な説明

[0010] [図1]本発明の第1実施形態に係る無灰炭の製造装置を示す概略図である。

[図2]石炭成分抽出実験の実験設備を示す図である。

[図3]石炭成分抽出実験の実験結果を示す図である。

[図4]本発明の変形例に係る無灰炭の製造装置を示す概略図である。

発明を実施するための形態

[0011] 以下、本発明を実施するための形態について図面を参照しつつ説明する。

図1は、本発明の第1実施形態に係る無灰炭の製造装置を示す概略図である。

[0012] [第1実施形態]

(無灰炭の製造装置1の構成)

図1に示すように、本発明の第1実施形態に係る無灰炭の製造装置1は、溶剤タンク2と、ポンプ3と、予熱器4と、ロックホッパ5（石炭供給手段）と、抽出槽6と、重力沈降槽7（固液分離装置）と、溶剤分離器8、9とを有している。そして、溶剤タンク2と抽出槽6とは供給管10によって接続されている。

[0013] (ポンプ3)

ポンプ3は、溶剤タンク2に貯蔵された溶剤を供給管10を介して抽出槽6に搬送するものであり、供給管10に設けられている。溶剤はポンプ3により乱流状態で抽出槽6に搬送される。本願でいう「乱流状態」とは、例えばレイノルズ数 Re が2100以上の状態を言い、より好ましくはレイノルズ数 Re が4000以上の状態を言う。なお、溶剤は層流状態、即ち、レイノルズ数 Re が2100未満の状態で搬送されてもよい。

[0014] (予熱器4)

予熱器4は、ポンプ3によって搬送された溶剤を加熱するものであり、ポンプ3よりも下流側の供給管10に設けられている。予熱器4は、溶剤を加熱できるものであれば特に限定されないが、一般的に熱交換器が用いられ、供給管10内を流れる溶剤は、予熱器4を通る際に熱交換することにより加熱される。また、予熱器4は、溶剤の分子量などにもよるが、例えば溶剤を毎分当たり10～100℃の加熱速度で加熱できる能力のあるものが用いら

れる。なお、本実施形態においては、ポンプ3によって搬送された溶剤を加熱しているが、先に予熱器4にて加熱した溶剤をポンプ3で搬送するようにしてもよい。即ち、ポンプ3と予熱器4との配置が逆であってもよい。

[0015] (ロックホッパ5)

ロックホッパ5 (石炭供給手段) は、内部が高圧 (例えば、1. 0~5. 0 MPa) の供給管10内に石炭を供給する手段であり、ポンプ3及び予熱器4よりも下流側の供給管10に接続されている。ロックホッパ5から石炭が供給管10内に供給されることにより、供給管10内で溶剤と石炭とが混合される。

[0016] ロックホッパ5は、常圧状態で使用される常圧ホッパ11と、常圧状態と加圧状態で使用される加圧ホッパ12と、常圧ホッパ11と加圧ホッパ12とを接続する接続部に設けられる弁13と、加圧ホッパ12と供給管10とを接続する接続部に設けられる弁14とを有している。加圧ホッパ12には、窒素ガスなどのガスを供給する加圧ライン15と、当該ガスを排気する排気ライン16とが接続されている。

[0017] 常圧ホッパ11に貯蔵された石炭は、弁14が閉の状態では弁13を開とすることにより、まず加圧ホッパ12に移送される (このとき加圧ホッパ12は常圧状態である)。次に、弁13を閉とし、加圧ライン15を介して窒素ガスなどのガスを加圧ホッパ12に供給する。その結果、加圧ホッパ12を含む弁13から弁14までの空間部 (以下、供給部17と称する) が加圧され、加圧ホッパ12が加圧状態となる。この際、供給部17の圧力が供給管10内の圧力と同等又はそれ以上となるように加圧されることが好ましい。そして、弁14を開とすることにより、加圧ホッパ12内の石炭が供給管10に供給される。このように、ロックホッパ5の供給部17を加圧しているので、溶剤が供給管10からロックホッパ5に逆流することを防止しつつ、石炭を供給管10に供給することができる。なお、加圧ライン15及び排気ライン16は、供給部17のいずれかに接続されていればよく、必ずしも加圧ホッパ12に接続される必要はない。

[0018] ここで、弁 13 及び弁 14 としては、特に限定されるものではないが、例えばゲートバルブ、ボールバルブ、フラップ弁、ロータリーバルブ等を使用することができる。また、ロックホッパ 5 は、本実施形態の構成に限られず、溶剤が供給管 10 からロックホッパ 5 に逆流することを防止しつつ、石炭を供給管 10 に供給することができるものであれば、その他の構成としてもよい。また、ロックホッパ以外の石炭供給手段を使用してもよい。

[0019] (供給管 10)

供給管 10 は、溶剤タンク 2 と抽出槽 6 とを接続する供給管である。供給管 10 内では、予熱器 4 で加熱された溶剤とロックホッパ 5 から供給された石炭とが混合されスラリーとされる。

[0020] (無灰炭の製造方法)

次に、本発明に係る無灰炭の製造方法について説明する。本発明の第 1 実施形態に係る無灰炭の製造方法は、搬送工程、加熱工程、石炭混合工程、抽出工程、分離工程、および無灰炭取得工程を有し、必要に応じて残渣炭取得工程をさらに有するものである。

[0021] (搬送工程)

搬送工程は、溶剤タンク 2 に貯蔵された溶剤をポンプ 3 により後工程に搬送する工程であり、溶剤は前記したとおり乱流状態（乱流化して）で後工程に搬送される。

[0022] ここで、溶剤は石炭を溶解するものであれば特に限定されないが、石炭由来の 2 環芳香族化合物が好適に用いられる。この 2 環芳香族化合物は基本的な構造が石炭の構造分子と類似していることから石炭との親和性が高く、比較的高い抽出率を得ることができる。石炭由来の 2 環芳香族化合物としては、例えば、石炭を乾留してコークスを製造する際の副生油の蒸留油であるメチルナフタレン油、ナフタレン油などを挙げることができる。

[0023] 溶剤の沸点は、特に限定されないが、例えば抽出工程での抽出率、および、無灰炭取得工程あるいは残渣炭取得工程での溶剤回収率の観点から、180～300℃、特に230～280℃のものが好適に用いられる。一方、溶

剤の沸点が180℃よりも低い場合には、無灰炭取得工程あるいは残渣炭取得工程で溶剤を回収する場合に揮発による損失が大きくなり、溶剤の回収率が低下するおそれがある。また、溶剤の沸点が300℃を超える場合にも、石炭と溶剤との分離が困難となり、溶剤の回収率が低下するおそれがある。

[0024] (加熱工程)

加熱工程は、ポンプ3により搬送された溶剤を加熱する工程であり、予熱器4にて行われる。より詳しくは、供給管10内を流れる溶剤が予熱器4を通る間に加熱が行われる。予熱器4にて加熱された溶剤の温度は、抽出工程での抽出率の向上の観点から、300～450℃が好ましく、350～420℃がより好ましい。さらに、予熱器4にて加熱された溶剤の温度は、後述する抽出槽6内のスラリーの温度(300～420℃)以上であることが好ましい。なお、予熱器4を通る前の溶剤の温度は100℃程度である。予熱器4での加熱時間は特に限定されるものではないが、およそ10～30分間である。したがって、溶剤は、およそ毎分当たり10～100℃の加熱速度で加熱されることになる。加熱工程は高圧下で行われ、その圧力は、溶剤の蒸気圧などにもよるが、1.0～5.0MPaの範囲が好ましい。圧力を溶剤の蒸気圧よりも高くしておかないと、溶剤が揮発して抽出工程において石炭の抽出が困難となるためである。

[0025] ここで、予熱器4にて加熱された溶剤の温度とは、予熱器4よりも下流側の供給管10内を流れる溶剤の温度のことを言い、より詳しくは、予熱器4よりも下流側、かつロックホッパ5との接続部分よりも上流側の供給管10内を流れる溶剤の温度のことを言う。ロックホッパ5から供給管10に供給された石炭と混合される直前の溶剤の温度と言うこともできる。

[0026] なお、本実施形態では、加熱工程は搬送工程よりも後に行われているが、ポンプ3と予熱器4との順序を入れ替えるなどして、加熱工程が搬送工程よりも先に行われるようにしてもよい。

[0027] (石炭混合工程)

石炭混合工程は、石炭と溶剤とを混合してスラリーとする工程であり、供

給管 10 内で行われ、より詳しくは、供給管 10 とロックホッパ 5 との接続部分周辺で行われる。

[0028] 石炭の原料としては、様々な品質の石炭を用いることができるが、例えば瀝青炭、亜瀝青炭、褐炭が好適に用いられる。また、石炭を粒度にて分類すると、細かく粉砕された石炭が用いられる。「細かく粉砕された石炭」とは、例えば、全石炭に対する、粒度が 1 mm 未満の石炭の重量割合が 80 % 以上である石炭を言う。なお、塊炭を用いることもできる。本願でいう「塊炭」とは、全石炭に対する、粒度が 5 mm 以上の石炭の重量割合が 50 % 以上である石炭のことを言う。この塊炭は、細かく粉砕された石炭に比べて石炭の粒度が大きいため、分離工程での分離速度が早まり、沈降分離を効率化することができる。石炭の粒度（粒径）が 5 mm 以上であるか否かなど、石炭の粒径を検証する場合、例えば、JIS A 1102 に規定されたふるい分け試験を用いることができる。なお、石炭の分離には例えば篩いを用いることができる。

[0029] ロックホッパ 5 から供給管 10 に供給された石炭は、供給管 10 内を流れる高温（300～450℃、より好ましくは 350～420℃）の溶剤と混合され急速昇温される。「急速昇温」とは、例えば毎秒当たり 10～100℃の加熱速度で加熱されることを言い、予熱器 4 での加熱速度よりも速い。その結果、溶剤と石炭とが混合してなるスラリーの温度は数秒～数十秒で 300～420℃程度となる（なお、石炭の顕熱分、スラリーの温度は予熱器 4 にて加熱された溶剤の温度よりも低下する）。

[0030] また、溶剤がポンプ 3 から乱流状態で搬送されるので、溶剤は供給管 10 内に供給された石炭に激しく衝突する。その結果、石炭がよく溶解され、抽出率が向上する。また、溶剤と石炭とがよく混合されたスラリーとなる。

[0031] （抽出工程）

抽出工程は、石炭混合工程で得られたスラリーから溶剤に可溶な石炭成分（以下、溶剤可溶成分とも記載する）を抽出する工程であり、主に抽出槽 6 で行われる。より詳しくは、石炭混合工程で得られたスラリーが抽出槽 6 に

供給され、抽出槽 6 に備えられた攪拌器 6 a で攪拌されながら所定温度で保持されて抽出が行われる。ここで、溶剤可溶成分とは、溶剤に溶解され得る石炭成分であり、主として分子量が比較的小さく、架橋構造が発達していない石炭中の有機成分に由来するものである。なお、抽出は、高温の溶剤と石炭とが混合されると同時に行われるので、供給管 10 内でも抽出は行われている。

[0032] 抽出工程でのスラリーの温度は、抽出率の向上の観点から、300～420℃、より好ましくは350～400℃である。即ち、石炭混合工程でのスラリーの温度を抽出工程においても維持するようにしている。300℃より低い温度では、石炭を構成する分子間の結合を弱めるには不十分であり、抽出率が低下する。一方、420℃より高い温度でも、石炭の熱分解反応が活発になり、生成した熱分解ラジカルの再結合が起こるため、抽出率が低下する。300～420℃では、石炭を構成する分子間の結合が緩み、穏和な熱分解が起こり抽出率は高くなり、特に350～400℃では、抽出率が最も高くなる。

[0033] 抽出工程は不活性ガスの存在下で行う。抽出工程で用いる不活性ガスとしては、特に限定されるものではないが、安価な窒素を用いることが好ましい。また、抽出工程での圧力は、抽出の際の温度や用いる溶剤の蒸気圧にもよるが、1.0～3.0 MPa の範囲が好ましい。抽出工程での加熱時間（抽出時間）は特に限定されるものではないが、十分な溶解と十分な抽出率を得る観点から5～60分間の範囲が好ましく、20～40分間の範囲がより好ましい。

[0034] （分離工程）

分離工程は、抽出工程で得られたスラリーを重力沈降法により溶剤可溶成分を含む溶液部と溶剤に不溶な石炭成分（以下、溶剤不溶成分とも記載する）を含む固形分濃縮液とに分離する工程であり、重力沈降槽 7 で行われる。重力沈降法とは、重力を利用して固形分を沈降させて固液分離する分離方法である。スラリーを槽内に連続的に供給しながら、溶剤可溶成分を含む溶液

部を上部から、溶剤不溶成分を含む固形分濃縮液を下部から排出することができるので、連続的な分離処理が可能となる。ここで、溶剤不溶成分とは、溶剤により石炭成分の抽出を行っても、溶剤に溶解されずに残る灰分や当該灰分を含む石炭などの石炭成分であり、分子量が比較的大きく、架橋構造が発達した有機成分に由来するものである。

[0035] 溶剤可溶成分を含む溶液部は、重力沈降槽 7 の上部に溜まり、必要に応じてフィルターユニット（不図示）にて濾過した後、溶剤分離器 8 に排出される。一方、溶剤不溶成分を含む固形分濃縮液は、重力沈降槽 7 の下部に溜まり、溶剤分離器 9 に排出される。なお、分離方法としては、重力沈降法に限られず、例えば濾過法や遠心分離法により分離してもよい。その場合、固液分離装置として濾過器や遠心分離器などが使用される。

[0036] 重力沈降槽 7 内でスラリーを維持する時間は、特に制限されるものではないが、およそ 30～120 分間で沈降分離を行うことができる。なお、石炭として塊炭を使用する場合には、沈降分離が効率化されるので、重力沈降槽 7 内でスラリーを維持する時間を短縮できる。

[0037] 重力沈降槽 7 内は、溶剤可溶成分の再析出を防止するため、加熱、および加圧しておくことが好ましい。加熱温度は、300～420℃の範囲が好ましく、圧力は、1.0～3.0 MPa の範囲が好ましく、1.7～2.3 MPa の範囲がより好ましい。

[0038] （無灰炭取得工程）

無灰炭取得工程は、分離工程で分離された溶剤可溶成分を含む溶液部から溶剤を蒸発分離して無灰炭（HPC）を得る工程であり、溶剤分離器 8 で行われる。

[0039] 蒸発分離とは、一般的な蒸留法や蒸発法（スプレードライ法等）等を含む分離方法である。分離して回収された溶剤は予熱器 4 よりも上流側の供給管 10 へ循環して繰り返し使用することができる。溶剤の分離、回収により、溶液部から実質的に灰分を含まない無灰炭を得ることができる。無灰炭は、灰分をほとんど含まず、水分は皆無であり、また例えば原料炭よりも高い発

熱量を示す。さらに、製鉄用コークスの原料として特に重要な品質である軟化熔融性が大幅に改善され、例えば原料炭よりも遥かに優れた性能（流動性）を示す。従って、無灰炭は、コークス原料の配合炭として使用することができる。なお、無灰炭とは、灰分が5重量%以下、好ましくは3重量%以下のもののことをいう。

[0040] （残渣炭取得工程）

残渣炭（副生炭）取得工程は、必要に応じて実施され、分離工程で分離された溶剤不溶成分を含む固形分濃縮液から溶剤を蒸発分離して残渣炭（RC）を得る工程であり、溶剤分離器9で行われる。なお、残渣炭は副生炭とも称される。

[0041] 固形分濃縮液から溶剤を分離する方法は、前記した無灰炭取得工程と同様に、一般的な蒸留法や蒸発法（スプレードライ法等）等を含む分離方法を用いることができる。分離して回収された溶剤は予熱器4よりも上流側の供給管10へ循環して繰り返し使用することができる。溶剤の分離、回収により、固形分濃縮液から灰分等を含む溶剤不溶成分が濃縮された残渣炭を得ることができる。残渣炭は、軟化熔融性は示さないが、含酸素官能基が脱離されているため、配合炭として用いた場合に、この配合炭に含まれる他の石炭の軟化熔融性を阻害するようなものではない。従って、この残渣炭は、コークス原料の配合炭の一部として使用することもできる。なお、残渣炭は回収せずに廃棄してもよい。

[0042] （石炭成分抽出実験）

次に、図2に示す実験設備を用いて、石炭と溶剤とを混合してなるスラリーから溶剤に可溶な石炭成分を抽出する石炭成分抽出実験を行った。その手順として、まず、容量が10Lのオートクレーブである容器31において、2.0MPaの加圧下で、石炭と溶剤とを混合したスラリーを380℃の抽出温度まで昇温し、60分間の抽出時間をかけて石炭成分を抽出した。その後、容器31の底部に接続したノズル32に設けたバルブ33を開いて、スラリーをフィルター34で熱時ろ過し、濾液を受器40に受けた。そして

、フィルター 34 上の濾残重量を測定して抽出率を算出した。ここで、抽出率とは、実験に使用した石炭の無水無灰ベース (daf basis) 量に対する、抽出された石炭成分の無水無灰ベース量の割合である。なお、無水無灰ベース量とは、実際の重量から工業分析により得られる灰分量および水分量を差し引いたものである。また、抽出された石炭成分の無水無灰ベース量は、実験に使用した石炭の無水無灰ベース量から濾残の無水無灰ベース量を差し引くことで得られる。ここで、本実験では、2 環芳香族化合物を主成分とする溶剤を用いた。

[0043] また、本実験において、スラリーは、以下の 3 通りの方法で昇温させた。

(1) 石炭と溶剤とを混合してなるスラリーを容器 31 内に投入し、攪拌機 35 で攪拌しながら、ヒーター 36 の出力を最大にして抽出温度 (380℃) まで昇温する。(2) 石炭と溶剤とを混合してなるスラリーを容器 31 内に投入し、攪拌機 35 で攪拌しながら、且つ、スラリーの昇温速度が 3℃/min になるようにヒーター 36 の出力を調整しながら、抽出温度 (380℃) まで昇温する。(3) 容器 31 内で溶剤を抽出温度 (380℃) 以上に加熱しておくとともに、容器 31 の上部に接続した配管 37 内に石炭を常温状態で仕込んでおき、配管 37 に設けた 2 つのバルブ 38, 39 を開いて配管 37 内に窒素ガスを導入することで、配管 37 内の石炭を溶剤中に滴下させて、瞬時に抽出温度 (380℃) まで昇温する。ここで、配管 37 内の石炭が溶剤中に滴下しやすいように、石炭に溶剤を含ませてペースト状にしておく。

[0044] また、石炭と溶剤との混合条件として、スラリー中の石炭の濃度が 4.2 wt % になる条件と、スラリー中の石炭の濃度が 20 wt % になる条件とで、それぞれ実験を行った。ここで、石炭を溶剤中に滴下する (3) の昇温方法では、石炭をペースト状にする際に使用した溶剤を含めてスラリー中の石炭の濃度が上記濃度になるように、容器 31 内の溶剤の量を調整した。

[0045] 実験結果を図 3 に示す。ヒーター 36 の出力を最大にしてスラリーを抽出温度まで昇温する (1) の昇温方法では、スラリーの昇温速度はおよそ 10

℃／minであった。また、常温の石炭を抽出温度以上に加熱した溶剤中に滴下して瞬時に抽出温度まで昇温する（３）の昇温方法では、スラリーは瞬時に抽出温度（３８０℃）に到達し、スラリーの昇温速度はおよそ２１００℃／minであった。スラリー中の石炭の濃度が４．２wt％になる混合条件において、スラリーの昇温速度が３℃／minから２１００℃／minに増加すると、抽出率は５２．７wt％から５７．８wt％に増加した。また、スラリー中の石炭の濃度が２０wt％になる混合条件において、スラリーの昇温速度が１０℃／minから２１００℃／minに増加すると、抽出率は４７．１wt％から５０．１wt％に増加した。よって、いずれの混合条件においても、スラリーの昇温速度が増加すると抽出率が増加することがわかる。

[0046] （効果）

次に、無灰炭の製造装置１の効果を説明する。本発明の第１実施形態に係る無灰炭の製造装置１は、ロックホッパ５（石炭供給手段）が予熱器４よりも下流側の供給管１０に接続される。よって、予熱器４で加熱された高温の溶剤が通る供給管１０内に石炭が供給され、石炭が急速昇温される。石炭が急速昇温されることで、抽出槽６において抽出される石炭成分の割合、即ち、抽出率が向上する。その結果、無灰炭の収率を向上させることが可能となる。

なお、溶剤に可溶な石炭成分には、昇温により直ちに溶解する石炭成分と、昇温後例えば抽出槽６でゆっくり熟成することにより溶解する石炭成分とがある。そして、急速昇温により、このゆっくり熟成することにより溶解する石炭成分が溶解しやすくなり、石炭の抽出率が向上する。

[0047] また、無灰炭の製造装置１は、ロックホッパ５（石炭供給手段）よりも上流側の供給管１０に設けられ、溶剤を乱流状態で抽出槽６に搬送するポンプ３をさらに備える。よって、乱流状態で搬送された溶剤が、供給管１０内に供給された石炭に激しく衝突する。その結果、石炭成分の抽出がさらに進む。

また、溶剤が乱流状態で搬送されることにより、溶剤と石炭とがよく混合され、石炭成分の抽出が早く進む。したがって、抽出時間の短縮を図ることができ、装置コスト、運転コストを抑制することができる。

[0048] また、無灰炭の製造装置 1 は、予熱器 4 にて加熱された溶剤の温度を 300～450℃としている。よって、予熱器 4 よりも下流側の供給管 10 を流れる溶剤の温度が 300～450℃となる。したがって、石炭と溶剤とを混合してなるスラリーを高い抽出率が得られる温度である 300～420℃程度にまで急速昇温することが可能となり、抽出率をさらに向上させることができる。

[0049] また、無灰炭の製造装置 1 において、予熱器 4 は、抽出槽 6 内のスラリーの温度（300～420℃）以上に溶剤を加熱している。したがって、石炭と溶剤とを混合してなるスラリーを高い抽出率が得られる温度である 300～420℃程度にまで瞬時に昇温することが可能となり、抽出率を一層向上させることができる。

[0050] また、本発明の無灰炭の製造方法は、加熱工程と、石炭混合工程と、抽出工程と、分離工程と、無灰炭取得工程とを備える。上記の製造方法により、抽出率を高めることができ、無灰炭の収率を向上させることができるので、無灰炭を効率よく且つ安価に製造することができる。

[0051] また、溶剤を乱流状態で石炭混合工程に搬送する搬送工程をさらに備える。搬送工程をさらに備えることにより、抽出率をより高めることができる。その結果、無灰炭の収率を向上させることができるので、無灰炭を効率よく且つ安価に製造することができる。

[0052] また、加熱工程において、抽出工程におけるスラリーの温度（300～420℃）以上に溶剤を加熱する。これにより、抽出率を一層高めることができ、無灰炭の収率をさらに向上させることができるので、無灰炭を効率よく且つ安価に製造することができる。

[0053] 〔変形例〕

次に、図 4 を参照しつつ無灰炭の製造装置の変形例について、第 1 実施形

態との相違点を説明する。図4に示すように、変形例の無灰炭の製造装置100は、石炭を貯蔵するホッパ21と、石炭と溶剤とを混合してスラリーを調製するスラリー調製槽22とをさらに備える。ホッパ21と、スラリー調製槽22は、ポンプ3よりも上流側の供給管10に接続されている。また、変形例の無灰炭の製造方法は、スラリー調製槽22で行われるスラリー調製工程をさらに備える。なお、図4において第1実施形態に係る無灰炭の製造装置1と同一の部分には同じ符号を付している。

[0054] スラリー調製工程は、石炭と溶剤とを混合してスラリーを調製する工程である。石炭としては、細かく粉砕された石炭が用いられ、塊炭は用いることができない。塊炭を用いると、ポンプ3が閉塞してしまい、スラリー調製工程にて調製されたスラリーを後工程に搬送することができないためである。

[0055] (変形例の効果)

変形例の無灰炭の製造装置100は、ポンプ3よりも上流側に、石炭を貯蔵するホッパ21と、石炭と溶剤とを混合してスラリーを調製するスラリー調製槽22とを備える。したがって、石炭をホッパ21及びロックホッパ5の2箇所より無灰炭の製造装置100に供給することができるようになる。その結果、例えば何らかの要因でロックホッパ5から石炭が供給されない事態が生じた場合であっても、無灰炭の製造を継続することができる。

[0056] 以上、本発明の実施形態について説明したが、本発明は上述の実施の形態に限られるものではなく、特許請求の範囲に記載した限りにおいて様々な変更して実施することができるものである。

[0057] 本発明を詳細にまた特定の実施態様を参照して説明したが、本発明の精神と範囲を逸脱することなく様々な変更や修正を加えることができることは当業者にとって明らかである。

[0058] 本出願は、2013年3月28日出願の日本特許出願（特願2013-069033）に基づくものであり、その内容はここに参照として取り込まれる。

符号の説明

- [0059] 1 無灰炭の製造装置
- 2 溶剤タンク
- 3 ポンプ
- 4 予熱器
- 5 ロックホッパ（石炭供給手段）
- 6 抽出槽
- 7 重力沈降槽（固液分離装置）
- 8、9 溶剤分離器
- 10 供給管
- 17 供給部
- 31 容器
- 32 ノズル
- 33 バルブ
- 34 フィルター
- 35 攪拌機
- 36 ヒーター
- 37 配管
- 38, 39 バルブ
- 40 受器

請求の範囲

- [請求項1] 溶剤を加熱する予熱器と、
 石炭と前記予熱器にて加熱された溶剤とを混合してなるスラリーから溶剤に可溶な石炭成分を抽出する抽出槽と、
 前記予熱器を通り一端が前記抽出槽に接続される供給管と、
 前記予熱器よりも下流側の前記供給管に接続され、溶剤が逆流してこないように前記供給管への供給部を加圧して前記供給管に石炭を供給する石炭供給手段と、
 前記抽出槽にて前記石炭成分が抽出されたスラリーから前記石炭成分を含む溶液部を分離する固液分離装置と、
 前記固液分離装置にて分離された溶液部から溶剤を蒸発分離して無灰炭を得る溶剤分離器と、
 を備える、無灰炭の製造装置。
- [請求項2] 前記石炭供給手段よりも上流側の前記供給管に設けられ、溶剤を乱流状態で前記抽出槽に搬送するポンプをさらに備える、請求項1に記載の無灰炭の製造装置。
- [請求項3] 前記予熱器にて加熱された溶剤の温度が300℃以上450℃以下である、請求項1又は2に記載の無灰炭の製造装置。
- [請求項4] 前記予熱器は、前記抽出槽内のスラリーの温度以上に溶剤を加熱する、請求項1又は2に記載の無灰炭の製造装置。
- [請求項5] 石炭と溶剤とを混合してなるスラリーから無灰炭を得る無灰炭の製造方法であって、
 溶剤を加熱する加熱工程と、
 前記加熱工程で加熱された溶剤が流れる供給管に、溶剤が逆流してこないように前記供給管への供給部を加圧して石炭を供給することにより、供給された石炭と溶剤とを混合してスラリーとする石炭混合工程と、
 前記石炭混合工程で得られたスラリーから溶剤に可溶な石炭成分を

抽出する抽出工程と、

前記抽出工程にて前記石炭成分が抽出されたスラリーから前記石炭成分を含む溶液部を分離する分離工程と、

前記分離工程で分離された溶液部から溶剤を蒸発分離して無灰炭を得る無灰炭取得工程と、

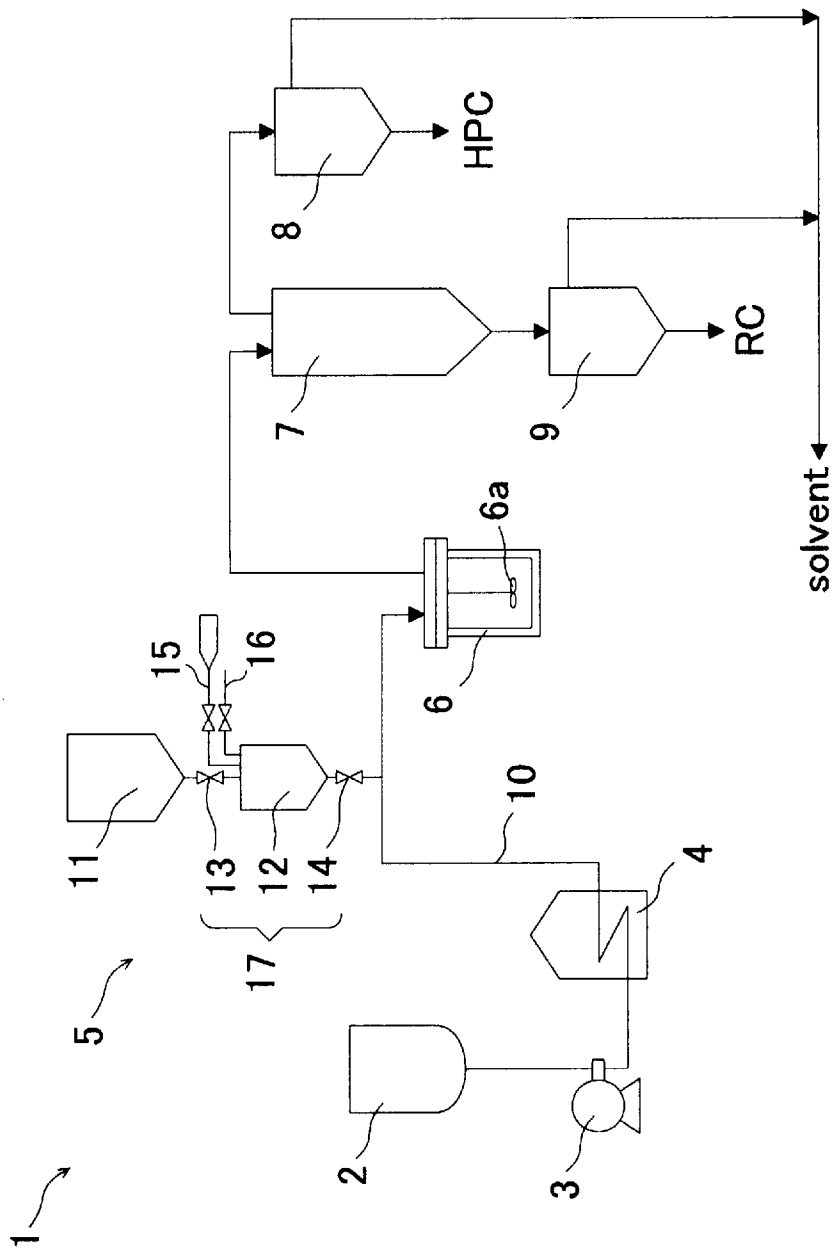
を備える、無灰炭の製造方法。

[請求項6] 溶剤を乱流状態で前記石炭混合工程に搬送する搬送工程をさらに備え、

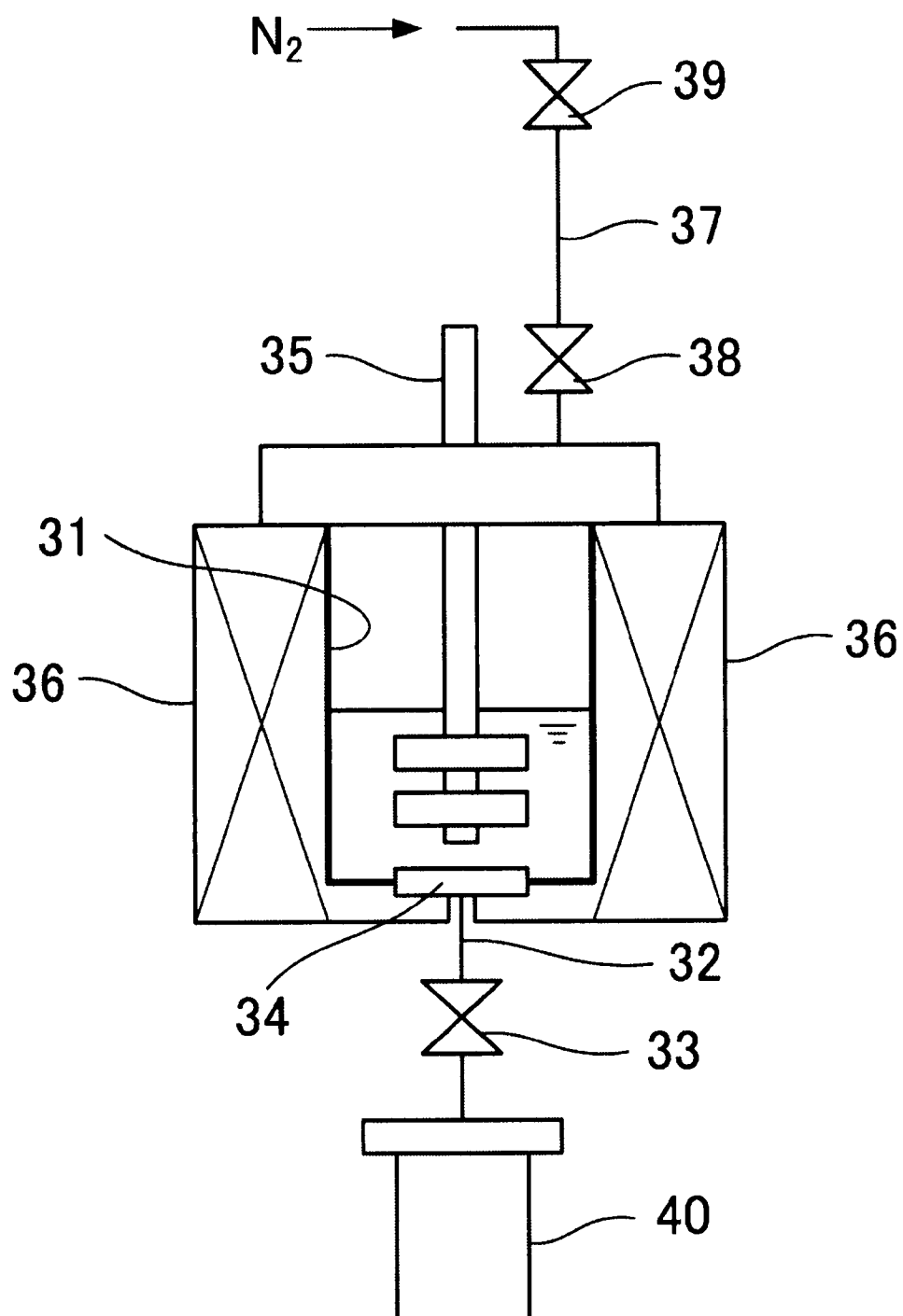
前記乱流状態で前記石炭混合工程を行う、請求項5に記載の無灰炭の製造方法。

[請求項7] 前記加熱工程において、前記抽出工程におけるスラリーの温度以上に溶剤を加熱する、請求項5又は6に記載の無灰炭の製造方法。

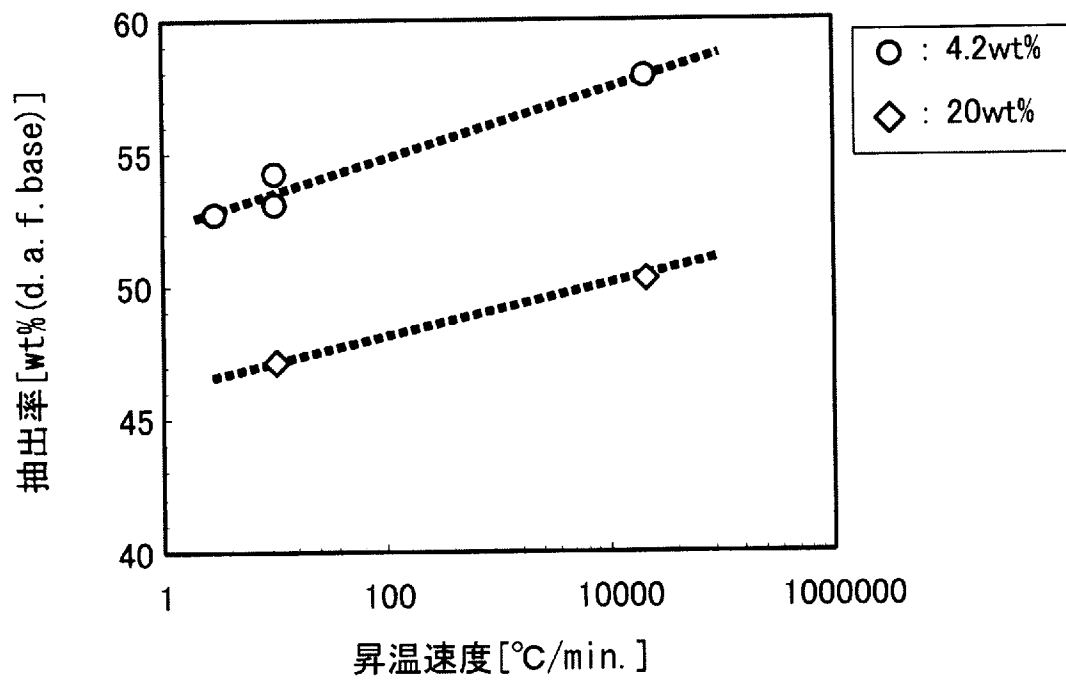
[図1]



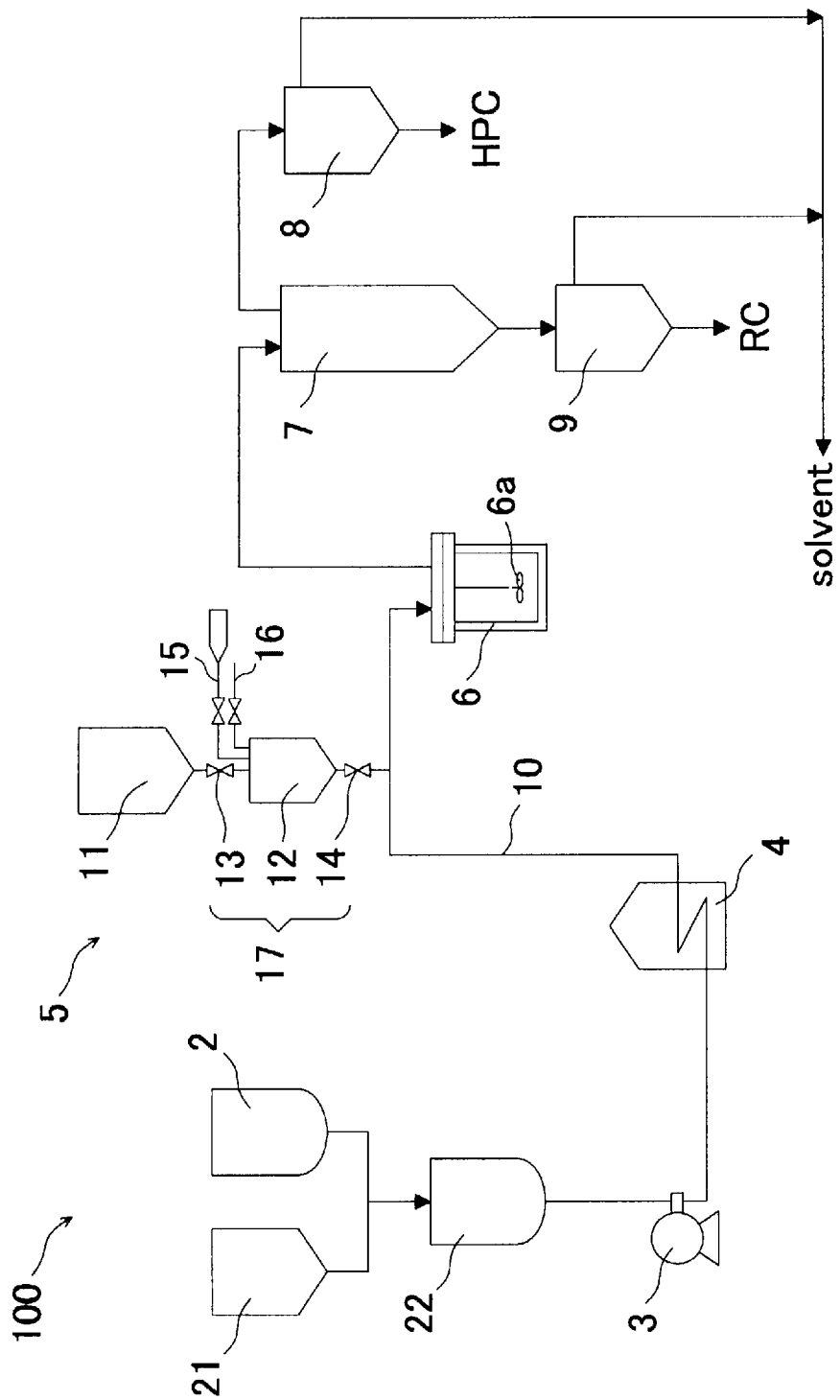
[図2]



[図3]



[図4]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2014/058674

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C10L5/00(2006.01) i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C10L5/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2014
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2014	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2014

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

JSTPlus/JST7580 (JDreamIII)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2013-6907 A (Kobe Steel, Ltd.), 10 January 2013 (10.01.2013), entire text & WO 2012/176896 A1	1-7
A	JP 54-16502 A (Mobil Oil Corp.), 07 February 1979 (07.02.1979), entire text & US 4374725 A	1-7
A	Noriyuki OKUYAMA et al., "Development of a Hyper-coal Process to Produce Ash-free Coal", Kobe Steel Engineering Reports, 2006, vol.56, no.2, pages 15 to 22	1-7

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
11 June, 2014 (11.06.14)

Date of mailing of the international search report
24 June, 2014 (24.06.14)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（I P C））

Int.Cl. C10L5/00(2006.01)i

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（I P C））

Int.Cl. C10L5/00

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2014年
日本国実用新案登録公報	1996-2014年
日本国登録実用新案公報	1994-2014年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

JSTPlus/JST7580(JDreamIII)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	JP 2013-6907 A（株式会社神戸製鋼所）2013.01.10, 全文 & WO 2012/176896 A1	1-7
A	JP 54-16502 A（モービル・オイル・コーポレーション）1979.02.07, 全文 & US 4374725 A	1-7
A	奥山憲幸, 外3名, 完全無灰炭（ハイパーコール）製造プロセスの 開発, 神戸製鋼技報, 2006, Vol.56, No.2, p. 15-22	1-7

☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

11.06.2014

国際調査報告の発送日

24.06.2014

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁（I S A/J P）
郵便番号100-8915
東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官（権限のある職員）

藤代 亮

4V

3850

電話番号 03-3581-1101 内線 3483