立型蒸溜亜鉛工場の建設と操業*

(昭和34年度渡辺賞牌受賞)

正 会 員 桑 原 謙 之**

The Construction and Operation of the Vertical Retort Zinc Plant

Kenshi KUWAHARA

With the purpose of rehabilitation and modernization of zinc smelting, the vertical retort plant was constructed at Miike smelter, and it was put into operation in January 1954. This plant is characterized from the regular process with the following features;

- (1) The application of compression spring for the retort binding.
- (2) The separate support of the retort upper extension.
- (3) The application of AMCO-Recuperator separately installed from the distillation furnace.

The operation result has shown that an average output of 1100 tons of metallic zinc per month from 8 retorts with 97% elimination and 94% recovery has been maintained by firing at 1250°C. The grade of zinc from vertical retort is 99.7~99.9%.

The three zinc smelting processes of horizontal retort, electrolytic zinc and vertical retort are now in operation in parallel at Miike. The smelting cost of the vertical retort process is the cheapest among them.

1. 結 言

亜鉛の乾式製錬において画期的進歩を示した立型蒸溜法は1929年米国で工業化に成功したが、長く水平蒸溜法を稼働してきた三池製錬所では早くよりその原理に着目し、昭和15年より立型蒸溜ならびに亜鉛精溜に関する中試験を長期にわたり実施し、本法の技術的優秀性を確認するとともに、国内亜鉛鉱および石炭を原料とする場合の操業上の諸条件を解明した。

亜鉛蒸溜法の近代化については昭和25年欧米の製錬所を調査したが、水平蒸溜工場では米国におけるレトルト素地の真空混練および調湿によるレトルトの迅速乾燥、燃料源の天然ガス、重油への転換、ベルギーにおける詰替時の炉熱低下防止等のほかとくに見るべきもなく、他方立型蒸溜法は漸次成績向上してその製錬費は水平法より相当低廉なことが確認され、ついに立型法の起業化を決定するに至り、昭和27年工場建設に着手し同29年1月操業を開始した。

の比較考察を試み、水平レトルト法は有利な前提で競争にたえ得る限りその役割はまだ終了していないが、新製錬所の建設には全然問題とならず、亜鉛製錬の指導的役割を電解法と立型蒸溜法に譲りつつあると発表した。

各種製錬法を比較するに当っては工場の立地条件が前提となり、電源地帯では電解法、炭田地域では乾式法が有利なことは論をまたないが、その工程、原単位、製錬費などの比較を第1表および第2表に示す。

第1表 工程原単位などの比較

摘 要	水 平 法	立 型 法	電 熱 法	電 解 法
焙 燒 適 否 単 段 焙 燒 鉍	供 用 不 適	供 用 可	供 用 不 適	適。特に流動焙 燒鉍は好適
焼 結 鉍 率	硬焼結を要す 88~92%	粉砕して供用 92~94% 最近95%に達す	硬焼結が望ましい 89~91% 繰返品を含む	焼 結 不 要 89~91.5% 最近90~95%
製 品 品 位 (%)	Zn 98.5~99 Pb 0.7~1.3	99.8~99.9 0.1~0.15	98~99 0.9~1.5	99.98~99.99 0.01~0.02 消費(対製品) 3~4
亜 鉛 末 単 位	12~15	2	4	
原 石 炭 単 位	1.75 0.45 1.3~1.4	0.82 0.85 0	(電極 2.5kg) 0.85	
コ ー ク 蒸 電 力 (kWh)	40	250	3,200~3,800	3,400~4,000
定 期 修 理	炉 体 費 替 約 6 年 レトルト積替 30~40日	レトルト積替 3~4年	内張レンガの修理 3~4ヵ月毎	木製タンク その他の設備 5~10年

(注 1950年調査)

2. 各種亜鉛製錬法の比較考察

Walther Hänig¹⁾は立型蒸溜法と他の亜鉛製錬法と

米国調査の結果によれば、水平蒸溜工場の製錬費はその生産規模、立地条件、天然ガス利用の可否等により著しく異なり、当時米国においてポンド当たり最低3.1セン

* 昭和35年4月19日受理

** 三井金属鉱業株式会社神岡鉱業所技師長

第1図 新設立型蒸溜亜鉛工場

第2表 米国における製錬費比較

(単位 c/lb)

摘 要	既 設 水平蒸溜工場 (天然ガス)	新 設 立型蒸溜工場 (発生炉ガス)	既 設 亜鉛電解工場 Corpus Christi
人 件 費	2.03	1.30	1.67
補 修 費	0.80	0.44	0.37
電 力 用 水 費	0.93	0.52	0.92
間 接 費 (償却を含む)	0.05	0.21	0.66
製 錬 費 計	0.09	0.98	0.15
	3.90	3.45	3.75

(注 1950年調査)

ト、最高 4.8 セントと称せられていた。さらに建設費を考慮に入れると、立型法は建設費はもつとも高いが操業費はもつとも安く、電熱法は建設費は安いが操業費は高く、電解法は両者の中間に位すると言われた。

以上4種の製錬法他にドイツ Duisburg 銅製錬所で研究せられたアマルガム電解法がある。本法は複雑鉛より 99.999% 亜鉛を製造するもので、ドイツで戦時中年産 10,000t、起業費 12,000,000 マルク、アマルガム電解槽 65組、テイントン電解槽5槽で計画されたが、水銀損失による経費高、副生塩素の取扱い等に問題があり、またその製品亜鉛は高純度品位なるも 0.0002% の水銀を含有して加工性を阻害する懸念あり、本法は今後発展するものと考えられなかつた。

1957年、英国 National Smelting Co. より発表された熔鉛炉による亜鉛製錬はその発展を注目されているが、当時は技術的にも相当困難視されていた。

3. 中試験の経過

3.1 三池中試験

水平レトルトを縦にして装入排出の機械化を図るいわゆるハイム法類似の研究はすでに昭和11年着手し、さらに昭和15年より亜鉛精溜炉および立型蒸溜炉を

三池独自の設計に基づき築造して中試験を実施した。

立型中試験炉 1基

レトルト寸法(内法) 1,130×340×4,475

有効加熱面積 10m²

レトルトは国産炭化珪素サンドによる自家製レンガを使用したため、レンガの炭化珪素純分は75%前後のいわゆるセミ・カーボレンガにして、それ自体の分解に基づくレンガの崩壊、目地の脱落という困難に遭遇したが、次等に熟練するにしたがい成績も向上し、好調時は脱亜率96%、亜鉛実収率90.5%の成績を得て立型法の優秀性を確認した。なおこの中試験によつて立型レトルト内に操業中に発生する種々の現象を解明することができた。

3.2 米国中試験

1950年9月より約3カ月間、米国 New Jersey 州 Netcong にある Singmaster 社の試験工場において、神岡亜鉛鉱および三池炭による製団炭化蒸溜の一連の中試験を実施した。その試験設備は次のようであつた。

立型レトルト 1基 長 59' 幅 12'

加熱高 16' 有効加熱面積 165ft²

重油加熱 オイルバーナー位置 燃焼室天井

立型コーカー 1基 5' 9 $\frac{3}{4}$ "×13 $\frac{1}{2}$ " 幅 14"→21"格子面積 4.5ft² 格子空隙率 34%

この中試験において「神岡鉱・三池炭」の組合せによる団鉱の炭化蒸溜の最適条件を決定するとともに、なおつぎの諸点が明らかになった。

(1) 上昇気流確保 脱亜促進のためにレトルト底部に空気を導入することは、炉底にて局部的に熔鉛炉反応を生じ、灰の熔融点の低い三池炭を熔融せしめクリンカー大塊の生成を促し、鉱滓排出の困難さらに炉鉄生成の原因となる。よつて酸素を含まないガスであることが絶対条件で、これには燃焼室廃ガスが充分役立つ。

第2図 Netcong 中試験炭化団鋁

(2) 鋁滓強度は無煙炭全部を三池コークス微粉で置換した団鋁が最強で完全脱亜するも鋁滓は崩壊しない。

(3) 炭化層はレトルト内でカラミ化作用を促進する。

第2図に示したのが Netcong 中試験炭化団鋁の断面図で図中の記号は次のようである。

(a) 良好な炭化団鋁	(b) 不良な炭化団鋁
A. 表皮。平均 2mm 厚、時に ZnO の薄層で覆われ一部灰白色を呈す。	A. 表皮。厚さは条件次第で広範囲に変わる。剝離しやすい。
B. 緻密強固な炭化構造。金属光沢に近い。	B. 炭化構造。しばしば無定形炭素を析出する。
C. 中心径 5~10mm 多孔質。紫黒色を呈す。	C. 中心部海綿状構造で軟弱。タール質表面へ噴出。

4. 三池工場設計の基本と特長

立型蒸溜工場の設計は、本法発明当初にあつてはその当時建設されたレトルトに見られるごとくなお多くの不都合な点があつた。たとえば Meadowbrook では鋁滓排出口を回転テーブルでドライシールの形としたため、炉底から空気が自由に流入しやすくその量を調節することが困難であつた。ドイツ Oker ではコーカーの前に高熱排風機を設置したためこれが操業のもつとも重大な障害となつた。

本法は発明以来すでに20数年を経過して設計も相当に進歩し、とくに最近米 Palmerton および仏 Aubry で建設した炉はレトルトの高さが従来の 25ft から 35ft へ延長され、レトルトの単位容量も約2倍近く増大したと報ぜられている。コーカーは立型から傾斜型へと進み、コンデンサーも種々の改良型が試みられた。

4.1 三池立型炉設計の特長

三池立炉設計の基本は技術的に試験済の標準型を採用することとし、レトルトは 6ft×25ft, コンデンサーはパッフル型、コーカーは立型直接式を採用することとしたが、そのほかに次の3点が世界における立型設計の最

初の試みとして大きな特長を有する。

(1) レトルト締付に圧縮バネを適用する。

(2) 上方延長部はレトルトと分離し別箇の鋼材にて支持する。

(3) 換熱室はアームコ方式を採用し、かつ燃焼室と分離して炉体を独立させる。

以上がレトルト設計の基本でこのため在来のレトルトに比較し著しく変化をきたしたが、さらに第2期増設工事の際はレトルト掃除口、鋁滓搬出機、廃ガス冷却法などに三池独自の方式を採用した。その結果第2期レトルトは操業開始と同時に亜鉛採取率94%に達し、その後も長期におよび好成績を維持した。設計の基本となつた問題点はつぎの通りである。

4.2 工場配置

三池の設計においては第3図に示すとおり、粉碎、調合、蒸溜、ガスの4工場を分離独立させ、さらに排風機

①鉛石倉庫 ②粉砕工場 ③混和工場 ④蒸溜工場 ⑤コーカー ⑥立型レトルト ⑦ガス発生炉 ⑧鋁滓ビン ⑨排風機 ⑩煙突 ⑪配電室 ⑫製品倉庫 ⑬修理工場 ⑭事務所 ⑮従業員控室 ⑯バグハウス

第3図 立型蒸溜工場配置図

①立型レトルト ②エレベーター ③ラダー・ホイスト ④チャージホッパー ⑤アッパー・エクステンション ⑥スクリーン・排出機 ⑦コンデンサー ⑧レドール ⑨モールドスタンド ⑩Obnoxious Vapor Condenser ⑪プロデューサーガス道 ⑫ウェストガス道

第4図 蒸溜工場断面図

第5図 レトルト断面熱伝達図

室、配電室などを独立させ、かつ将来拡張が容易に実施し得る配置とした。

4.3 レトルト構造

レトルトは技術的にもつとも安定した標準型を採用することとしたが、レトルト下部の水套構造を廃止してレンガ積構造としたため、カーボランダムレンガの段数は増加して炉における総段数165段、経高35ftとなった。第4図に蒸溜工場断面、第5図にレトルト断面熱伝達図を示す。

4.4 レトルト締付法

レトルトの4つの壁は自由に膨脹収縮し得るように滑り接手を構成し端壁に充分の深さの溝を形成して、その中に側壁が嵌合うようにし、この端壁にスタッフィング・ボックスを作りこれにカーボランダム粉末を充填して自由膨脹を許容するとともに蒸気気密を保持する構造が従来の方法であつた。

しかしこの構造はレトルト乾燥中に発生する初期亀裂を防止するには充分でなく、また長期にわたり蒸気ガス気密を保持することに多くの困難がある。レトルト壁の亀裂ないし目地開きは垂直目地に発生し、これが順次発達して行くもので、水平目地にはほとんど発生しないことが筆者の中試験においても実証された。このため圧縮バネを使用するレトルト締付法が考案されたが²⁾、今回三池炉の設計において初めて本法を工業的に採用することとした。その結果は良好で初期亀裂を完全に防止し得たのみならず、側壁の異常膨脹による端壁付近のヒズミ亀裂を防止し、第1期レトルトにしてすでに3年以上の長期寿命を確保することができた。第6図にレトルト締付断面を示す。

5. 三池炭の特質とその配合

5.1 団鉱製造の要点

立型蒸溜用団鉱製造においてとくに重要なことは蒸溜残滓の強度が充分高く、亜鉛を溜出し去った後もその残

第6図 レトルト締付断面図

滓が崩壊することなく団鉱の原形を保持して、重力によりレトルト内を無事下降し終ることである。団鉱は脱亜が進行するにしたがい多孔性となり強度は次第に弱くなり崩壊粉化し易くなる。レトルト内で崩壊すると中途において懸垂あるいは閉塞を惹起し装入排出作業は不可能となるに至る。この残滓強度を保持するためには残滓中に亜鉛を4~6%程度残留させるのが普通であるが、強度が高いとさらに脱亜を進行せしめることができる。

かかる要求に応ずる残滓強度の高い団鉱を製造する第一の要点は適正なる粘結炭の選択配合である。三池炭は下記のような異常な特質を有しコークス製造の際も三池炭単独にて製造したコークスはその潰裂強度が低く、かつ粉コークスの生成率高く、したがってまた三池炭配合の亜鉛団鉱も全く同様な現象を呈するので、その団鉱のコーキングの条件設定が難かしい。

5.2 三池炭の特質

- (1) 強粘結である。カンブレドン粘結率 30.7
- (2) 加熱時異常膨脹を行う。膨脹始発点 406°C
膨脹終止点 460°C 容積膨脹率 約400倍
- (3) 灰分の熔融点が著しく低い。1,050~1,100°C
- (4) 硫黄の含有量が非常に高い。S=3.5~4.4%
- (5) γ 化合物が多く β 化合物の約1.5倍を含有する。
- (6) 揮発分はメタン等の重炭化水素が多い。

亜鉛の炭化団鉱を製造する場合はコークス製造の原理と大体類似しているが、瀝青粘結炭単独では不可で一定量の非粘結炭とくに無煙炭の配合を必要とすることが明らかにされた。

5.3 配合炭と団鉱強度

まず還元用として配合する石炭の選定とその配合比の研究に主力を注ぎ、粘結炭としては三池のほか鹿町、高島、美唄等また無煙炭として天草、田川、大嶺、鴻基の各種について多くの試験を行つた結果、次の配合がレトルト内で崩壊せず原形のまま排出され得る残滓強度を有することを見出した。各種石炭を配合せる団鉱ならび

に蒸溜鋳滓の強度を第4表に示す。

第3表 基準配合表

亜鉛	鉛池基	焼煙無計	結青煙	鋳炭炭	60
三鴻					32
					8
					100

第4表 配合炭と団鋳強度

成 分	三 池 炭	高 島 炭	鹿 町 炭
水分	1.29	1.20	1.46
揮発分	38.75	37.92	21.94
固定炭	40.98	42.96	51.90
灰	19.00	17.66	25.16
硫	3.22	0.60	0.67
ラトラー強度指数 (%)			
炭化団鋳	89.0	81.5	62.0
蒸溜残滓	51.0	19.5	10.5

本邦無煙炭の配合はいずれも強度低くレトルト内で崩壊し、鴻基無煙炭のみが立型炉装入に必要な強度を示したが、これは企業化の場合輸入の点はもちろん採算的にも好ましくない。よって炭化団鋳生成の機構を研究し、無煙炭の代りに全部 80mesh 以下の微粉コークスを添加して、団鋳の骨格を形成する部分の気孔を充填し緻密化することにより強度が著しく増大されることを見出した。この方法により製造した炭化団鋳の強度は現在米国 New Jersey Zinc Co. で使用中の Connellsville 炭配合の Palmerton の団鋳よりも強度が大であり、このことが三池の立型蒸溜が操業当初から欧米のそれより好成績をあげ得た主原因と考えられる。

6. 操業系統説明

立型蒸溜操業は粉碎、調合、製団、炭化、蒸溜、ガスの6段階に区分することができる。第7図にその操業系統図を示す。

第7図

操業系統図

6.1 粉碎

亜鉛原料は大部分焼結鋳を使用し、またその時の鋳石需給状況により亜鉛滓類または鋳滓工場にて回収される酸化亜鉛類を使用する。これらはいずれもマーシー型ボールミルにて粉碎後 32mesh の振動フルイにてフルイ分けて調合工場貯槽に送る。石炭およびコークスは回転乾燥機を通して水分 2% 以下に乾燥する。

6.2 調合

各種原料粉碎物の貯槽として鉄板製角型貯槽10個を有し、その下を秤量車が走り1回 2.5t の回分秤量を行う。最近団鋳強度および脱亜成績を低下させることなしに還元剤を減少することに成功し、その配合を第5表に示すように変更した。

第5表 調合割合

原 材 料	29年1月以降	33年1月以降	35年1月以降
亜鉛原料	100	100	100
鉛	55	47.3	49.3
コークス	15	10.2	8.2
計	170	157.5	157.5

秤量車にて所定比率に秤量された各原料は、次の混和機を経て大型チリアンミルに入り、ここでバインダーの亜硫酸廃液を添加し、混練を行い、混練物は中央排出孔からコンベヤにてエイジングピットに運ぶ。

6.3 製団

調合工場よりベルトコンベヤにて運ばれた調合鋳は自動スキップホイストにて約23mの高所に揚げられ貯槽に入り、これよりパドルミキサーを経てつぎの2系列の製団装置に入る。

プレデンシファイヤ 径560×幅220mm
ポケット 4列×34箇=136箇
ファイナルプレス 径560×幅220mm
ポケット 2列×24箇=48箇

団鋳寸法 105×73×50mm

団鋳重量 生団鋳 600g 炭化団鋳 490g

6.4 コーキング

ファイナルプレスを出た生団鋳はアツキムレータカー

第8図 団鋳機

によつて直ちに立型コーカーに供給され、高熱ガスの直接気流に曝され水分ならびに石炭中の揮発分を追い出し、多孔質の炭化団鉱となる。この高熱ガスには蒸溜炉の燃焼排ガスを利用し、これはレキュペレーターからレンガ内張鉄製煙道を経てコーカーに入る。

6・5 蒸溜

立型レトルト 4本2基 計8本

レトルト（内法）幅305×長1,905mm

有効加熱高 7,337mm

カーボランダムレンガ積 165枚 総高 10,750mm

有効加熱面積 28m²

レトルト外側はそれぞれ燃焼室となり、発生炉ガスは燃焼室天井に設けた4個のガスバーナーから下方に噴出し、空気はレキュペレーターにて予熱後燃焼室側壁に5段のレベルに4箇所ずつ設けた計20箇の空気ポートより燃焼室に入り、レトルトを1,250～1,260°Cに加熱する。亜鉛蒸気はコンデンサーにて凝縮し、これは一定時間ごとにレードルに汲出し20kg型に鑄造する。

6・6 ガス

立型レトルト8本操業に対し発生炉2基常時運転とし、発生炉は60分に1回の割で投炭を行い、その灰分は下部の回転皿から連続的に排出される。発生炉ガスはサイクロンおよびバルーン煙道を通り燃焼室頂部のバーナーに入る。燃焼廃ガスは炉底よりコネクターを経てレキュペレーターに入り、燃焼用空気を予熱後共通煙道からコーカーに行く。コーカー廃ガスは洗浄塔にて洗浄冷却後排風機を経て煙突に排出される。

7. 建設工事概要

建設工事は第1期4炉、第2期4炉に分けて実施したが、粉碎調合工場はほとんど第1期に工事完了しかつこれは将来の拡張を見込み稼働時間の延長のみにて16炉分ないし18炉分を充分処理し得る能力とした。その工事概要を以下に示す。

工場敷地総面積 12,000坪

主要建家 粉碎工場、調合工場、蒸溜工場、ガ

第9図 蒸溜炉前面

ス工場 各1棟

主要設備 立型蒸溜炉、第1期 4レトルト
第2期 4レトルト
ガス発生炉 3基 コーカー 2基
チェイサー 3台 製団機 2系列

第6表 建設資材表

工 事	材 料	第 1 期	第 2 期	合 計
土工工事	鋼 材(t)	2,588	1,100	3,688
	セメント(t)	3,120	550	3,670
機械工事	主要機械(t)	1,688	810	2,498
電気工事	モーター台数(台)	156	65	221
	同出力計(kW)	1,779	841	2,620
築炉工事	耐火レンガ(t)	1,440	1,074	2,514
	モルタル(t)	171	141	312
計測工事	メーター台数(台)	94	80	174

7・1 カーボランダム・レトルト

亜鉛蒸溜の目的を達成するためにはレトルトは完全に気密であることを要し、その気密の度合は従来のガス炉や炭炭炉より遙かに嚴重である。立型レトルトは多数のレンガを僅かに一枚厚にて積上げて築造し、それが高熱状態で気密を保持して亜鉛蒸気の通過するレトルト内部と燃焼ガスの通過する外側を完全に遮断するためには次の諸点が肝要である。

(1) 各段レンガの厚さの完全な均一。厚さ4 $\frac{1}{2}$ inに対し許容 $\pm 1/32$ in; 実際築炉の際は各面の摺合せを行う。

(2) 側壁は内外両面に炭化珪素釉薬を塗布する。

(3) 均一加熱。とくに築炉後の乾燥昇温における温度分布の均一。

立型レトルト築造用レンガとしては種々の耐火物が考えられたが、これに必要な諸性質たとえば熱伝導度、熱間荷重、耐蝕性などから判断して炭化珪素レンガが今日使用し得る唯一の材料であり、また炭化珪素レンガの優秀品の製造が立型レトルト法を成功させたと言ひ得る。

米独の代表的レンガの諸性質を第7表に示す。

第7表 炭化珪素レンガの比較

品 別 性 質	米 Carborundum 社		独 Didier 社	
	Carbofrax	Refrax	Carsial O	
耐火度 P.C.E.	38	38+	S K 40	
嵩比	2.57	2.87	2.81	
9in並単重 (kg)	4.20	4.67	4.59	
気孔率 (%)	13.2	7.9	12.6	
耐圧強度 (kg/cm ²)	1,070	1,380	1,850	
荷重軟化点 (°C) T ₁	1,345	>2,000	1,545	
T ₂	1,505		1,570	
破壊係数 @1,300°C	2,000	5,640		
熱膨脹 (%) @1,300°C	0.53	0.53	0.60	
熱伝導度 kcal/m.h°C @1,200°C	9.6	10.9	9.7	
分 析 値	SiC	89.16	76.42	90.21
	SiO ₂	7.72	7.24	7.30
	Si ₃ N ₄	—	12.38	—
	Al ₂ O ₃	0.35	0.57	1.90
	Fe ₂ O ₃	0.87	0.68	0.70

7・2 レキュペレーター

蒸溜炉燃焼室に連結するレキュペレーターの構造はレ

第10図 レキユペレーター

トルトの構造と同様に重要である。その熱交換効率は燃料原単位を直接左右し、さらにその耐久如何、漏洩の有無は炉の操作に大きな影響を及ぼすからである。レキユペレーターとして漏洩の無いこと、掃除の容易なこと、熱交換効率の高いことなどの要求以外に、その廃ガスはさらにコーキングに利用するための多くの制約がある。

筆者の中試験では筆者自身の設計になる水平煙道型を選んだためにその煙道掃除に非常な困難を経験し、欧米の既設工場でもレキユペレーター掃除に多くの障害を見出したので、三池設計では廃ガス煙道を垂直にすることを第一の前提として、米国 AMCO 社特許のレキユペレーターを初めて立型炉に採用することに決定した。

この型は八角形チューブを多数積上げ、廃ガスはチューブ内を垂直に上昇し、空気はチューブの外側をジグザグに下降し、高熱に予熱せられて燃焼室に入る。その構造を第10図に示す。

(1) 設計の基本

八角管 内径 $4\frac{1}{2}$ in 壁厚 $\frac{1}{2}$ in 高 $11\frac{1}{8}$ in

有効伝熱面積 1 本当 0.1125m^2

廃ガス通過面積 1 本当 0.0099m^2

1 段の配列 39 本 1 炉 2 室に付 78 本

1 炉分廃ガス通過面積 0.7722m^2

✧ 廃ガス流量 $1,935 \text{ N-CMH}$

段数 8 段の伝熱面積 70.2m^2

次記計算から 67.1m^2 あれば足りるので八角管の積上段数は 8 段とする。

(2) 所要伝熱面積計算

Heiligenstaedt の方程式³⁾によれば

$$G' C_p' (v_1' - v_2') = \eta \cdot K \cdot F \cdot \frac{(v_1 - v_1') - (v_2 - v_2')}{\ln \frac{v_1 - v_1'}{v_2 - v_2'}}$$

$$Q = \eta \cdot K \cdot F \cdot \frac{\Delta v_0 - \Delta v_F}{\ln \frac{\Delta v_0}{\Delta v_F}}$$

上式を簡単にするために係数 n を用いて算術平均値に置き替える。

$$\frac{\Delta v_0 - \Delta v_F}{\ln \frac{\Delta v_0}{\Delta v_F}} = n (v_m - v_m')$$

$$Q = \eta \cdot K \cdot F \cdot n (v_m - v_m')$$

$$K = \frac{1}{\frac{1}{\alpha} + \frac{1}{\alpha'} + \frac{\delta}{\lambda}}$$

$$F = \text{所要伝熱面積} \quad \text{m}^2$$

$$Q = \text{総伝熱量} \quad \text{kcal/h}$$

$$K = \text{総括伝熱係数} \quad \text{kcal/m}^2 \cdot \text{h} \cdot ^\circ\text{C}$$

$$\eta = \text{換熱効率} \quad \%$$

$$G = \text{ガス流量} \quad 1,935 \text{ N-m}^3/\text{h}$$

$$G' = \text{空気流量} \quad 1,304 \text{ N-m}^3/\text{h}$$

$$C_p = \text{ガス比熱} \quad \text{kcal/m}^3 \cdot ^\circ\text{C}$$

$$C_p' = \text{空気比熱} \quad \text{kcal/m}^3 \cdot ^\circ\text{C}$$

$$\alpha = \text{ガスより壁への熱伝達} \quad \text{kcal/m}^2 \cdot \text{h} \cdot ^\circ\text{C}$$

$$\alpha' = \text{壁より空気への熱伝達} \quad \text{kcal/m}^2 \cdot \text{h} \cdot ^\circ\text{C}$$

$$\delta = \text{八角管の壁厚} \quad \text{m}$$

$$\lambda = \text{八角管の熱伝導度} \quad \text{kcal/m} \cdot \text{h} \cdot ^\circ\text{C}$$

廃ガス入口 $1,300^\circ\text{C}$ 、出口 850°C とする場合、 20°C の空気を 800°C に予熱するに必要な伝熱面積を求めれば次の通りである。

$$Q = 343,200 - 8,100 = 335,100 \text{ kcal/h}$$

ガス入口側 K_1 の計算

$$K_1 = \frac{1}{\frac{1}{39.81} + \frac{1}{19.73} + \frac{0.0127}{1.0}} = 11.3$$

ガス出口側 K_2 の計算

$$K_2 = \frac{1}{\frac{1}{22.93} + \frac{1}{22.84} + \frac{0.0127}{1.0}} = 10.0$$

$$K = \frac{1}{2} (K_1 + K_2) = \frac{1}{2} (11.30 + 10.0) = 10.65$$

$$v_m - v_m' = \frac{1,300 + 850}{2} - \frac{800 + 20}{2} = 665$$

$$F = \frac{335,100}{0.90 \times 10.65 \times 0.98 \times 665} = 53.7$$

以上に対し安全係数を 80% とすれば

$$\text{所要伝熱面積} = 53.7 \div 0.80 = 67.1\text{m}^2$$

7.3 計測設備

工場設計に当つてはできる限り計測管理を可能ならしむるごとく多数の計測器を設置したがその配置数を第 8 表に示す。

第 8 表 計測器配置数

内 容	指 示	記 録	合 計
温 度 圧 力 流 量 分 熱	計	6	18
	計	72	13
	計	58	10
	計	4	3
	計	0	1
計	140	45	185

第11図 炉圧自動制御配置図

自動制御装置 温度4，流量1，圧力3，計8
以上のうち主たる計器は次の通りである。

(1) 炉温度記録計 Leeds & Northrup Co.

炭化珪素製タンマン管を炉内に挿入しこれからの輻射線を鏡またはレンズにて絞り，Micromax Potentiometer に連結して記録する。感熱体としてクロメル-コンスタンタン製熱電対を放射線状に集中して直列に接続したサーモパイルを使用する。

(2) 炉圧自動制御器 Minneapolis Honeywell Regulator Co.

レギュレーター出口の共通煙道に通風検出端を設けダブルベル型圧力計により検出し，その圧力検出値をトランスミッターを通じ空気圧リレー機構にて約90m離れた排風機室の調節計に送り，ダンパー開度を自動的に調節し蒸溜炉燃焼室通風の自動制御を行う。

8. 操 業 成 績

第1期建設4炉は昭和29年1月操業を開始したが，初期に発生した各設備の故障や操業の困難を速やかに克服し，従業者の熟練とあいまって成績は次第に向上し，数カ月にして起業計画の想定成績に到達することができた。さらに引続き増設した4炉は昭和31年1月操業開始し，ここに立型蒸溜8炉操業が実現し亜鉛月産1,000t実収率92%の目標を遙かに上廻つた好成绩を維持している。第2期4炉は第1期の経験を基としてさらに細部に

第9表 蒸溜操業条件

操業条件	単位	初期操業 (29年1月以降)	最近の操業 (32年1月以降)	大型レトリート (35年1月以降)
基準装入量	t/日/レトリート	10.500	10.600	11.850
温度，燃焼室	℃	1,270±10	1,250±10	1,250~1,260
発生炉ガス	℃	400	400	500
余熱空気	℃	650±50	1,000±50	1,000~1,050

第10表 期別操業成績推移

年度期別	28年	29年		30年		31年		32年		33年		34年
	下期	上期	下期	上期	下期	上期	下期	上期	下期	上期	下期	上期
金属亜鉛生産高(t)	975	2,950	3,091	3,128	4,577	6,479	5,717	5,866	6,687	6,687	6,633	6,639
1炉1日当(t)	4.029	4.144	4.372	4.393	4.397	4.553	4.559	4.656	4.696	4.670	4.658	4.642
発生炉ガス(t)	1.045	0.996	0.927	0.948	0.962	0.958	0.953	0.928	0.888	0.745	0.708	0.653
電力(kWh)	490	428	330	313	337	312	335	300	302	267	274	244
加工費(%)	100	93.0	80.8	76.0	73.2	68.2	71.0	72.8	73.3	65.3	63.7	61.7

第12図 ジンクバランス

わたり改善を実施した結果，亜鉛実収率94%を示すに至り，最近改築の大型炉では95%を実現した。

以下の各表に操業条件，生産状況推移その他の実績値を示す。

第11表 三池亜鉛地金分析一例

成分	立型蒸溜亜鉛	水平蒸溜亜鉛	電気亜鉛
Zn	99.77	99.10	99.99
Pb	0.162	0.77	0.0060
Cd	0.050	0.123	0.0004
Fe	0.0094	0.0055	0.0006
Cu	0.0011	0.0005	0.0024
Sn	0.0016	0.0004	tr
As	0.0011	0.0031	tr
Sb	0.0005	0.0023	tr
Al	tr	0.0006	0.0005

第12表 立型蒸溜炉熱精算表

区分		33年2月測定		35年2月測定
		熱量 kcal/h/R	比率 %	比率 %
入	発生炉ガス	580,272	67.4	61.7
	コンデンサーガス	303,224	24.1	28.6
	炭化団鉛	100,100	7.9	9.2
	空気	7,334	0.6	0.5
計		1,260,930	100.0	100.0
出	蒸溜炉廃ガス	564,834	44.8	39.8
	還元反応熱	183,929	14.6	17.3
	亜鉛蒸気保有熱	130,232	10.3	12.3
	還元ガス顕熱	42,240	3.4	4.0
熱	鉛滓顕熱	39,285	3.1	3.7
	輻射等熱損失	300,410	23.8	22.9
	計	1,260,930	100.0	100.0

9. 鋳種別適性比較

亜鉛精鋳の物理的・化学的性質はその製錬成績に支配的影響を有するが、その影響の仕方は製錬方法の如何によつてそれぞれ異なるものである。水平蒸溜の場合不純物は充分注意を要し、とくにその含有 Fe 分がマーマタイト質の時は容器たる耐火粘土製レトルトを激しく侵蝕する点でその影響は大きい。電解法では Ni, Co, F, Cl などの不純物が多いと清浄が厄介である。

立型蒸溜では上記2方法に比して不純物の影響が極めて少ないのは注目値するが、やはり Fe が10%以上だと炉鉄を生成する傾向がある。また Pb が PbS として存在する時は SiC を侵蝕して好ましくないがその他の不純物はほとんど障害はない。

各種製錬法に対する鋳種別適性比較の試験を行つたが第13表に供用亜鉛精鋳の分析表、第14表に適性比較の総括を示す。

第13表 供用亜鉛精鋳分析値

成 分	豪 州 ブロー クンヒル	豪 州 マウン タイン	印 度 ザワール	ビルマ ボードウ イン	南 米 ペル ル	イラン カラ ミン	神 岡 鋳 鉄	福井県 中 電 鋳
Zn	51.30	50.10	53.25	54.35	57.18	52.60	60.0	52.1
Fe	10.70	7.85	5.90	3.80	4.30	7.65	3.4	10.1
Pb	0.83	1.88	1.52	4.67	1.94	2.52	0.43	0.37
Cu	0.10	0.15	0.05	0.17	0.63	0.02	0.08	0.12
Cd	0.20	0.18	0.33	0.32	0.42	0.12	0.33	0.29
Sn	0.07	0.02	0.05	0.21	0.25	0.29	0.01	0.01
Sb	0.02	0.002	0.0005	0.008	tr	tr	tr	tr
Bi	0.02	0.011	0.002	0.03	0.07	0.02	tr	0.01
Ni	tr	0.002	tr	0.01	tr	tr	tr	0.02
Co	tr	tr	tr	0.23	tr	tr	tr	tr
SiO ₂	0.015	0.006	0.007	0.04	tr	tr	0.02	tr
CaO	1.82	3.35	2.43	2.25	0.94	7.10	1.60	1.41
Al ₂ O ₃	0.45	1.02	1.30	tr	0.25	3.40	0.59	0.30
MnO	0.10	0.87	0.17	0.56	0.15	1.80	0.08	0.22
MgO	0.95	0.04	0.05	0.11	0.80	0.06	0.24	0.90
Cl	0.54	0.62	1.17	0.15	0.06	0.97	0.09	0.13
S	0.014	0.007	0.007	tr	tr	tr	tr	tr
	31.71	29.87	31.15	29.42	32.43	0.28	31.82	31.5

第14表 適 性 比 較 総 括 表

鋳 種	電 気 製 錬	水 平 蒸 溜	立 型 蒸 溜
豪 州 ブロークンヒル 鋳	単独処理可能なるも Mn, Cl の増大で長期操業は障害あり、特別の除去対策を必要とす。	マーマタイト質鉄分のためレトルト侵蝕激しく単独処理は不可。配合処理も15%以下に止めたし。	単独処理可能なるも炉鉄生成のため好まからず、配合40%までは影響なし。
豪 州 マウンタイン 鋳	流動焙焼は電解液の SO ₄ 過剰をきたす。SiO ₂ 多く濾過時間長し。Fe, Mn 低く採取率は良好。	水平蒸溜基本鋳として最適。還元速度早く、融解点高く、侵蝕性なく、採取率を向上させる。	完全脱亜可能にして準基本鋳として好適なるも、Zn 品位低きため一定装置量では減産してコスト高となる。
印 度 ザワール 鋳	抽出率良好 Cu ⁺⁺ の浸出多く清浄容易で採取率高し。流動焙焼は SO ₄ 過剰で供用困難。	還元速度遅く採取率は若干低い。レトルト侵蝕は少ない。還元早き鉱石と配合すれば有利である。	脱亜率、融解強度は他鋳種より若干低い。操業上は全く支障なし。
ビルマ ボードウイン 鋳	抽出率良好。採取率最も高し。ただし Ni, Co が多く完全清浄が厄介で特別の対策を必要とす。	Pb 含有多過ぎるため融解点低下し単独処理は困難。生成亜鉛中の Pb 含有増加す。	脱亜率高く、融解強度大で処理成績良好。Pb の影響認められず。Ni, Co は融滓に残留す。
南 米 ペルル 鋳	採取率高く電解良好。ただし Sb, F の含有に対し清浄に特別の注意を要す。	還元速度早く融解点高く好適。生成亜鉛中の Pb 含有高し。	団鋳中の Zn 純分高くしかも脱亜速度早く、融滓 Fe 少なく極めて好適である。
イラン カラミン 鋳	抽出液の濾過速度遅し清浄容易。酸化鉄のため SO ₄ 不足し、多量の硫酸追加を要す。採取率低し。	蒸溜自体の採取は良好なるも微粉多きため運搬取中の飛散損失多く採取低下す。レトルト寿命短かし。	配合処理は可。単独処理は融滓強度低下す。
神 岡 鋳	Fe その他不純物少なく単独処理の採取率高し。電解処理の基本鋳として好適である。	単独処理は還元速度遅く採取率若干低下す。配合処理が望ましい。	単独または配合処理基本鋳として最適。単独の完全脱亜も可能。融滓の Fe 少ない。
中 電 鋳	残渣生成率高く、抽出率低し。Mn 多きため単独処理は困難である。	Fe, Mn の点で基本鋳となし難し。神岡鋳へ20%程度の配合処理が最適。	準基本鋳として処理可。ただし Fe, Mn のため単独処理は好ましくない。配合処理は良。

10. 今 後 の 課 題

三池の立型蒸溜工場は昭和29年1月その第1期4炉を操業開始してよりすでに6年余を経過したが、その成績を既述のように当初の計画値を上廻り、亜鉛実収率は水平蒸溜法、電解法または既設欧米立型工場の記録を凌駕し、とくに最近改修した炉は95%以上の実収率を示し、その製錬費も大幅に低下した。

その理由としては長期の中試験による多くの新機軸設計に取入れ、その操業は三池独自の入念な方法を確立したことにあるが、根本的には三池炭の特質たる強力な粘結性を完全に活用したことに基因する。三池の団鋳融滓の強度が立型工場の祖である Palmerton のそれよりも強く、その団鋳中の亜鉛を完全に溜出し去つてもレトルト内で崩壊しないことは、好成绩と高実収率を可能にした主要因子である。

以上のように三池の立型蒸溜炉は一応所期の成績を達成したが、さらに今後の課題として研究すべき諸点をあげれば次のとおりである。

(1) レトルトレンガ

立型レトルトにおける最近のもつとも重要な進歩は窒化珪素を結合剤とする炭化珪素レンガ REFRAX の採用で、Avonmouth 製錬所ではレトルト18本中の3本を REFRAX で建設したことが Morgan⁴⁾ によつて発表された。REFRAX の1,300°C における破壊強度は標準 CARBOFRAX より数倍大であり、したがって1,350°C で作業して生産量を10%増大させることが出来た。

三池においてはレトルト損耗に関する多くの点が解明せられ、もつとも懸念した炭化珪素の酸化分解がほとんど見られず、損傷の大半が化学的侵蝕と摩耗によるもので、側壁レンガの厚さがとくに上段において次第に薄くなって行くことが明らかとなった。上記 REFRAX レンガは耐摩耗力が非常に強いので、このレンガの採用により高温操業も可能となり、さらにレトルト寿命の長期化も期待されるが、吸水性が強いので築炉上になお研究の余地がある。

(2) レトルト寸法の大型化

レトルトの長さは最初 6ft-3in としたが、その後研究の結果炉体構造を変更することなしに 7ft に拡大可能ことが明らかとなったので、昭和34年末積替4炉分については7ft に拡大し35年1月より操業再開した。その成績は亜鉛生産量1炉1日 5.4t で従来の15%増となり、燃料原単位は従来の0.65より0.55に低下した。最近欧米ではレトルト高さ35ftのものが建設されたので、将来の拡張時における高さの選定は一つの研究課題である。

(3) ガス発生炉

立型蒸溜用発生炉のコークス原単位は創業当初に比し漸次低下し、とくに最近発生炉余剰蒸気を利用して供用コークスを乾燥することにより相当の効率改善が見られ

た。今日まで発生炉原料として未洗粉コークスを使用しているが、これをさらに安価な燃料源に転換すべく目下試験中である。

(4) 高純度亜鉛生産

従来高純度亜鉛は電解法によるほか欧米においては各種の精溜法によつて大量生産されていることは周知のとおりである。亜鉛精溜法は三池ですでに大規模の長期試験を完了しているため、これを立型蒸溜工場に付設し立型にて凝縮する亜鉛を液体のまま精溜塔に流し込み乾式高純度亜鉛の生産を確立したい。

(5) 増炉問題

既述のように粉碎調合工場はすでに16炉分ないし18炉分の能力を有するので、今後は蒸溜炉を増設するのみで2倍以上の増産が達成される。しかもこの場合人員増加は僅少でたりるのでその製鍊費は大幅に低減される。したがってこの増炉問題は今後の課題である。

参 考 文 献

- 1) W. Häning: Vergleichende Betrachtung der in Anwendung stehenden Zinkgewinnungsverfahren. ERZMETALL 1950 Jan. 22.
- 2) C. E. Hawke: Retort and Retort setting. U. S. Patent. 2,067,085. 1937 Jan. 5.
- 3) W. Heiligenstaedt: Regeneratoren, Rekuperatoren, Winderhitzer. 1931. S. 127.
- 4) S. W. K. Morgan: Recent Developments in the Zinc Industry in Great Britain. Chemistry and Industry, May 1959. 614

ベリリウムの

新しい検定法

岩石に含まれるベリリウムを簡単に信頼できる検定法が Federal Bureau of Mines Information Circular 7946 で報告された。概要は次のようである。

針金の終端に径約5mmの小さな輪をつくる。炎上で赤熱までその輪を加熱する。熱い輪にフラックス（粉碎した水酸化ナトリウムベレット2部と含水炭酸ナトリウム3部で調製する）をつけ、炎上にかえて輪内にビードをつくる。ビードができるまで、その操作をくりかえす。熱い融状ビードにベリリウムを含む粉碎岩石試料をつけ熔融する。試験管内にビードつきの針金を入れ、5～10ml 水を加える。ビードを溶解させるために試験管内の水をあためる。針金をとりだし、溶液を冷却してキニザリン (quinizarin) とアルコールの希薄溶液 10滴 (0.25ml)

加える。

白色の磁製滴定板上の凹みの一つに、この溶液の少量 (1～2ml) 注ぎ、短波あるいは長波の紫外光で、暗室で検定する。ピンクないしオレンジ色のけい光を呈するとベリリウムの存在を示す。Be0.013% (ベリルとして0.26%) のように少量でも検定できる。

キニザリン溶液 (キナリザリン quinalizalin ではない) は 25ml エチルアルコールあるいはメチルアルコールに粉状試薬約 1/4 テースプーン加えて調製する。数時間放置後溶液をろ過し、ろ液は4倍のアルコールで希釈する。

(Bureau of Mines Develops New Field Test for Beryllium. Eng. Min. Journal. May 1960. p. 101)

(瀬川安一郎)