

Title	廻転炉焼成法に依るアルミナ製造研究(第6報)
Sub Title	Studies on the manufacturing of alumina by the rotary kiln (VI)
Author	山口, 太郎(Yamaguchi, Taro)
Publisher	慶應義塾大学藤原記念工学部
Publication year	1949
Jtitle	慶應義塾大学藤原記念工学部研究報告 (Proceedings of Faculty of Engineering, Keiogijuku University). Vol.2, No.6 (1949. 9) ,p.108(24)- 113(29)
JaLC DOI	
Abstract	Investigations of the conditions favorable to the precipitation of alumina from a sodium aluminate solution by passing CO ₂ gas into it, were carried. It was recognized that under a suitable conditions, very pure hydrate precipitates in a form which was not difficult to filter, might be prepared and their qualities were not inferior to the precipitates separated by a spontaneous decomposition.
Notes	挿表
Genre	Departmental Bulletin Paper
URL	https://koara.lib.keio.ac.jp/xoonips/modules/xoonips/detail.php?koara_id=KO50001004-00020006-0024

慶應義塾大学学術情報リポジトリ(KOARA)に掲載されているコンテンツの著作権は、それぞれの著作者、学会または出版社/発行者に帰属し、その権利は著作権法によって保護されています。引用にあたっては、著作権法を遵守してご利用ください。

The copyrights of content available on the Keio Associated Repository of Academic resources (KOARA) belong to the respective authors, academic societies, or publishers/issuers, and these rights are protected by the Japanese Copyright Act. When quoting the content, please follow the Japanese copyright act.

廻轉爐燒法に依るアルミナ製造研究 (第 6 報)

昭和 23 年(1948)2 月 25 日受理

山 口 太 郎*

Tarō Yamaguchi: Studies on the Manufacturing of Alumina by the Rotary Kiln (VI) Investigations of the conditions favorable to the precipitation of alumina from a sodium aluminate solution by passing CO_2 gas into it, were carried.

It was recognized that under a suitable conditions, very pure hydrate precipitates in a form which was not difficult to filter, might be prepared and their qualities were not inferior to the precipitates separated by a spontaneous decomposition.

第 8 章 アルミン酸ソーダ溶液の炭酸ガス分解に就て

炭酸ガス分解法に依る生成水酸アルミニウムは其の品質及び性状に於て、自然分解法に依るものに比べ、著しく劣るとされて居た。其の理由は主として、溶存珪酸の共沈及び不溶性ソーダ化合物(鹽基性炭酸鹽 $3\text{Na}_2\text{O} \cdot 2\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{CO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ の様な)の生成に依る品質の劣化、並びに沈澱の膠狀化に依る濾過洗滌の困難性にあつた。

然るに溶存珪酸に依る不純化は既述の脱珪法の確立に依つて、自ら解消する故に生成水酸化アルミニウム中のソーダ量と其の性状が問題になる。依て種々の條件の下に分解を行ひ處理條件と此等との關係に就て研討を試みた。

第 1 節 實驗装置及び操作

實驗装置の大要は第 37 圖の如くである。即ち E は内容 180 立のドラム罐で圖の様に、之を横位置にしキップの装置 A からガス洗滌槽を経て之に CO_2 ガスを導入する。罐 E には豫め適當量の水を入れておき、ドラムを前後に動搖する事に依つて内部の空氣と CO_2 ガスとを充分に攪拌する。混合ガスの濃度はオルザートのガス分析装置で正確に測定した。

次に一定の位置に装置した水面 C からサイフォンに依て一定量の水を罐内に導入し罐内の混合ガスを一定量宛罐外に押し出し、之を供試アルミン酸ソーダ液中に導いた。猶お罐内の CO_2 ガス濃度は室温の變化及び導入水の炭酸ガスの吸収に依つて變化し勝ちであるから實驗は成可く室温の變化の少くない時期を選んで行い、又サイフォンに依つて導入する水は豫め之に炭酸ガスを吹き込んだ。斯くする事に依て實驗開始前と終了後に於けるガス濃度の變化を 2% 前後に押へる事が出来た。以下報文中に記載される炭酸ガス濃度は實驗中に於ける平均濃度を意味する。

ドラム罐から水で押し出されたガスは補正を施したオリフィス型流計量 F に依て其の量が一定になる様に流入水を調節しながら供試アルミン酸ソーダ液中に導入した。供試液は恒温槽 G 中に装置し試験中に於ける溫度を所定の溫度にする様努めた。

猶おドラム罐内の炭酸ガスの壓力は全實驗を通じ大約 20~25 cm (水柱) に保つた。

供試アルミン酸ソーダ溶液及び炭酸ガスの濃度は實際の工場操作に準據して夫々其の標準を次の如くした。即 $[\text{Na}_2\text{O}]/[\text{Al}_2\text{O}_3]$ (モル比) = 1.8~3.0, $\text{Al}_2\text{O}_3 = 50 \text{ g/l}$, $\text{CO}_2 = 20\sim30\%$ 。

* 工博, 慶應義塾大學教授, Dr. Eng., Prof. of Keio University.

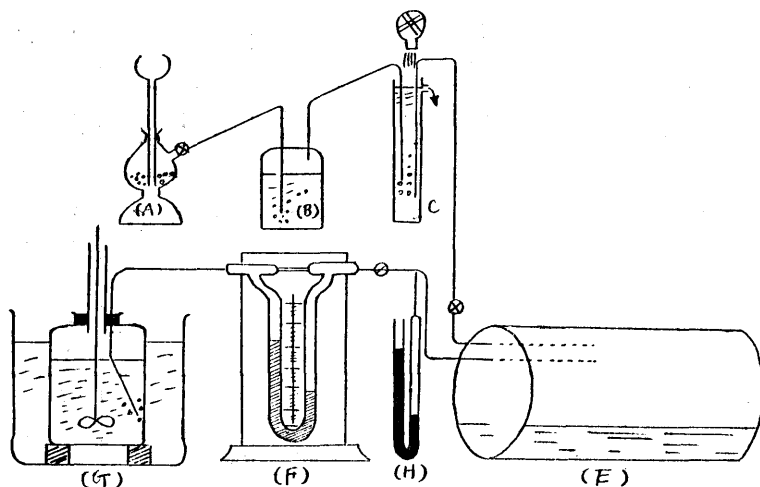


Fig. 37 Apparatus for decomposition of Na-aluminate solution with CO_2 gas

第2節 実験結果

前記の装置操作に依つて分解温度及び時間並びに供試液の濃度等の諸因子が主として、次記四項目に及ぶ影響に就て検討した。即ち (イ) CO_2 の吸収率、(ロ) アルミン酸ソーダの分解率、(ハ) 生成水酸化アルミ中のソーダ量、(ニ) 粒子の平徑直徑及び均齊度。

試験結果は第 62 表に一括表示する。

第 62 表に於て

- (イ) 試列 (I) は他の處理條件を可及的に一樣に保ち圓運動的機械攪拌の影響を検した成績の 1 例であるが、本結果から明かな様に攪拌附與に依つて生成水酸化アルミニウム中のソーダ量は稍々増大の傾向があるが、炭酸ガス吸収率及びアルミナ分解率は明かに向上し、特に析出粒子の見掛け粒徑が著しく増大する事は注目し得る。而も各粒子の大きいさは比較的均齊で微粒を混じえず、従つて濾過洗滌が極めて容易である。
- (ロ) 試列 (II) は分解温度の影響に関する實驗結果の 1 例であるが、明かに温度の上昇に伴ひ吸収率及び分解率は顯著に向上し、粒子の大きいさも著しく増大して居る。ソーダ含量に就ては分解温度が $40\sim 55^\circ\text{C}$ の範圍では殆んど變化は無いが 80°C になると約 2.5 倍に増加して居る。適温は略々 $45\sim 55^\circ\text{C}$ 附近にある様である。
- (ハ) 試列 (III) から明らかな様に分解に長時間をかける程結果は良好になつて居るが、唯だソーダ量も僅かに増大の傾向がある。
- (ニ) 試列 (IV) は洗滌水の温度の影響を検した結果であるが、洗滌温度の影響は可成りに顯著で高温度ソーダの洗滌は容易である。因に本試験に於ては洗滌回数を 5 回に一定し、一回の水量を沈澱重量の約 10 倍とした。

猶ほ洗滌回数に関する試験の記載は省略したが 5 倍量の温水で 1~2 回洗滌すれば充分の様である。

- (ホ) 試列 (V) から明かな様に供試アルミン酸ソーダ液の $\text{T. Na}_2\text{O}$ の濃度は試験結果に殆んど影響が無い様である。(然し析出水酸化アルミニウムを冷水で洗滌するときは $\text{T. Na}_2\text{O}$ 濃度の増大と伴に洗滌不能のソーダ量は著増する)

Table 62. Results of tests of decomposition of Na-aluminate solution with CO₂ gas

No. of experiment	Items of experiment	Composition and concentration of Na-aluminate soln. used				Conditions of experiments								
		Al ₂ O ₃ (g/l)	T. Na ₂ O (g/l)	[T. Na ₂ O] [Al ₂ O ₃] (mol ratio)	$\frac{\text{SiO}_2}{\text{Al}_2\text{O}_3}$ (%)	Conc. of CO ₂ gas (%)	Quantity of CO ₂ gas passed*	Time required for decomposition (hr.)	Decomposition temperature (°C)	Temperature of washing water (°C)	Mechanical stirring	Degree of decomposition (%)	$\frac{\text{Na}_2\text{O}}{\text{Al}_2\text{O}_3}$ (%)	Average diameter of particle (mm)
I	Effect of stirring	37.2	49.5	2.15	1.47	26.0	1.06	4.0	55	80		71.5	0.41	—
		37.2	48.5	2.15	1.47	26.8	1.01	3.7	55	80		89.0	0.68	0.040
		37.2	49.5	2.15	1.47	26.0	1.01	4.6	55	80		93.2	0.47	0.006
		42.5	77.7	3.00	0.02	26.5	1.00	4.0	50	80		81.4	0.18	0.025
II	Effect of decomposition temperature	37.2	48.5	2.15	1.92	26.9	0.99	3.5	40	80		93.3	0.63	0.015
		37.2	48.5	2.15	1.82	26.8	1.01	3.7	55	80		89.0	0.68	0.040
		37.2	49.5	2.15	1.82	26.8	1.01	3.7	80	80		91.3	1.62	0.070
III	Effect of time for decomposition	49.1	59.5	2.00	1.07	27.3	1.00	1.0	55	80		76.0	0.83	0.010
		59.1	59.5	2.00	1.07	29.2	1.00	3.0	55	80		87.0	—	0.025
		37.2	48.5	2.15	1.82	26.8	1.01	3.7	55	80		89.0	0.68	0.040
		56.4	84.5	2.46	1.42	25.0	—	6.0	55	80		—	0.75	0.070

IV	Effect of temperature of washing water	49.1	59.5	2.00	1.07	29.2	—	3.0	55	50	—	0.51	—
		49.1	59.5	2.00	1.07	29.2	—	—	55	75	—	0.42	—
		49.1	59.5	2.00	1.07	29.2	—	—	55	95	—	0.28	—
V	Effect of ratio of Na_2O to Al_2O_3 in the soln.	49.1	59.5	2.00	1.07	29.2	1.00	3.0	55	80	89.0	0.67	0.040
		56.7	76.0	2.21	1.31	30.0	1.00	3.4	55	80	91.4	0.49	0.025
		57.2	83.1	2.39	1.51	24.8	1.13	4.0	55	80	91.2	0.67	0.020
		56.2	84.5	2.46	1.23	25.0	—	6.0	55	80	—	0.75	0.070
VI	Effect of conc. of Al_2O_3 in the soln.	21.3	38.9	3.00	0.02	23.5	1.00	4.0	50	80	—	0.01	0.010
		42.5	77.7	3.00	0.02	26.5	1.00	4.0	50	80	81.4	0.18	0.625
		75.8	152.0	3.31	0.02	27.3	1.00	4.0	50	80	82.3	0.43	0.025
VII	Effect of conc. of CO_2 gas blown in.	51.0	80.0	2.60	0.01	12.0	0.97	4.0	50	80	77.6	0.43	0.020
		51.0	80.0	2.60	0.01	23.5	1.10	4.0	48	80	90.9	0.26	0.045
		51.0	80.0	2.60	0.01	25.1	1.18	4.0	52	80	92.0	0.01	0.050
		51.0	80.0	2.60	0.01	34.3	1.01	4.0	50	80	—	0.38	0.050
VIII	Effect of quantity of CO_2 gas blown in	42.5	77.7	3.00	0.02	28.0	1.30	4.0	50	80	97.3	0.22	—
		42.5	77.7	3.00	0.02	24.9	1.25	7.0	52	80	97.2	0.00	—
		51.7	52.1	1.66	1.67	25.5	1.14	4.0	47	80	97.6	0.61	—
		49.1	59.5	2.00	1.07	36.1	1.13	4.0	75	80	96.3	0.43	—
		57.2	83.1	2.39	1.51	24.8	1.13	4.0	50	80	97.2	0.673	—

* The figures indicate the ratio of observed value to theoretical one

- (へ) 試列 VI は $[\text{Na}_2\text{O}]/[\text{Al}_2\text{O}_3]$ 比が一定でアルミナの濃度が變化する場合の影響であるが、本表から明らかな様に生成水酸化アルミ中のソーダ量はアルミナ濃度の増大と共に顯著に増加する。粒子径は濃度が 20 g/l の様に低い場合には稍々小さい。40~75 g/l の濃度範圍に於ては粒徑は 0.025 mm 程度になり濃度に殆んど影響されない。従つて炭酸ガス分解法に恰好のアルミナ濃度は大約 40~50 g/l であらう。
- (ト) 試列 VII は炭酸ガス濃度の影響で本結果から明かな様に吹込みガスの濃度の増大と共に粒子径は明かに大きくなる。ソーダ量はガス濃度が稀薄にすぎの場合及び濃厚にすぎの場合共に増加の傾向を示し結極 24~25% が適當の様である。
- (チ) 試列 VIII は理論量の 1 割乃至 3 割の過剰炭酸ガスを吹き込んだ場合のアルミナ分解率の變化を検した結果であるが、本表から明かな様に導通ガス量とは無關係にアルミナ分解率は略々 96~97% である。即ち此の程度の分解率は比較的容易に達し得るが此以上の分解率を得る事は工業的に殆んど不可能であらう。
- (リ) 第 62 表を通覽し供試アルミン酸ソーダ液中の $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ と生成水酸化アルミニウム中のソーダ量との關係を検討すると珪酸を殆んど含まない精製アルミン酸ソーダ液の分解に依つて得られた水酸化アルミニウムは何れもソーダ含量が極めて少く、適當の處理條件に依るものは殆んど痕跡に近い。之に反して粗溶液から得られた水酸化アルミニウム中のソーダ量は如何なる處理條件の下にあつても 0.4% 以下になつて居ない。従つて分解に先つて珪酸を可及的に除去精製する事は本分解法に依る析出水酸化アルミの品質向上に對し絶對必須の條件である。
- (ヌ) 精製アルミン酸ソーダ溶液を供試液として用ひた場合に於ける處理條件と生成水酸化アルミニウム中のソーダ量との關係を知るため、更に若干の試験結果を附記すると第 63 表の如くである。

Table 63. Relation between decomposing temperatures and quantities of Na_2O in aluminium hydroxide

Contents of solutions		Decomposing conditions			Yielded aluminium hydroxide	
Al_2O_3 (g/l)	$[\text{T. Na}_2\text{O}]/[\text{Al}_2\text{O}_3]$	Time (hr.)	Temp. (°C)	Decomposed ratio (%)	$\frac{\text{Na}_2\text{O}}{\text{Al}_2\text{O}_3}$ (%)	Mean radius of particles (mm)
42.5	3.00	4.00	50	81.4	0.18	0.025
42.5	3.00	4.00	50	95.0	0.01	0.035
42.5	3.00	4.00	50~55	97.2	0.01	0.025
51.0	2.60	4.00	50~55	92.0	0.01	0.050
62.6	2.61	4.00	60	94.5	0.35	0.025
42.5	3.00	4.00	70	74.2	0.71	0.035
42.5	3.00	4.00	80	85.5	0.69	0.030

上表から明らかな様に生成水酸化アルミニウム中のソーダ量を支配するものは、主として分解温度で 55°C 以下に於てはソーダ量は殆んど痕跡の程度になし得るが、他條件を同一にして分解温度だけを 55°C 以上にすると急激にソーダ量を増大して居る。而も生成水酸化アルミの性状は表記粒徑からも明かな様に何れも濾過洗滌が容易である。従つて高温分解物のソーダ量の増加は $\text{Na}_2\text{O}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{CO}_2$ 系の不溶性ソーダ化合物 (例えば $3\text{Na}_2\text{O}$

$2\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{CO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$) の生成に歸因するものと考えられる。猶ほ分解時間及び分解率の影響は殆んど認められない。

第3節 結 言

曹達石灰處理法に依て得られるアルミン酸ソーダ溶液の組成は Al_2O_3 40~60 g/l, $[\text{T.Na}_2\text{O}]/[\text{Al}_2\text{O}_3]$ 1.4~2.5 の範囲にあり炭酸ガス濃度は 25% 内外を一般とする。而して第62表から明らかな様に此等の諸條件は炭酸ガス分解法に對して大體恰好の状態である。従つて實際の分解操作に於て生成水酸化アルミニウムの性状及び品質に本質的な影響を及ぼすものは溶液の純度、攪拌の有無分解温度並びに分解時間分解率であるが後の二者即ち分解時間及び分解率は比較的影響が少く、従つて前三者が主導的の役割を演ずる。即ち溶液中の珪酸は不溶性のネエフェリン型化合物の生成を促すためか、どんな條件の下に分解してもソーダ及び珪酸に依つて生成水酸化アルミニウムを著しく不純化する。分解温度は性状及び品質に影響し分解温度の上昇と共に生成粒子は其の粒徑及び見掛比重を明かに増大し、従つて分解温度が低温に失するときは生成沈澱は微粒化し濾過洗滌を困難にする。一方分解温度 55°C 附近は製品品質に對しては一種の臨界温度とも稱し得べく此以上の温度に於ては不溶性の鹽基性炭酸鹽の様な不溶性ソーダ化合物の生成が顯著になるためか、生成水酸化アルミニウム中のソーダ量が急激に増加する。従つて分解温度は $45\sim 55^\circ\text{C}$ が適當の様に思われる。次に分解中に於ける攪拌の有無は専ら生成水酸化アルミニウムの性状に影響し粒子の生長發育に至大の關係を有する。適當な圓運動的機械的攪拌の附與は生成粒子の大いさの均齊化に著しく役立つ、従つて沈澱の分離濾過洗滌を容易ならしめる。