

(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 특허공보(B1)

(51) Int. Cl.⁴
C01B 33/32

(45) 공고일자 1987년07월 11일
(11) 공고번호 87-001289

(21) 출원번호	특1981-0004349	(65) 공개번호	특1983-0007431
(22) 출원일자	1981년11월 10일	(43) 공개일자	1983년10월21일
(30) 우선권주장	164823 1980년11월21일 일본(JP)		
(71) 출원인	유우겐 가이샤 후지 다카하시 마사루 일본국 아이지겐 세도시 조오고오지쵸 323번지의 5		

(72) 발명자 다카하시 마사루
일본국 아이지겐 세도시 조오고오지쵸 366번지
(74) 대리인 김명신

심사관 : 강석주 (책자공보 제1314호)

(54) 규산소오다의 제조방법과 장치

요약

내용 없음.

대표도

도1

명세서

[발명의 명칭]

규산소오다의 제조방법과 장치

[도면의 간단한 설명]

제1도는 본 발명에 따른 장치의 제1실시예에 따라 원료를 충전한 상태를 표시한 단면도.

제2도는 본 발명에 따른 장치의 제2실시예에 따라 원료를 충전한 상태를 표시한 단면도.

제3도는 본 발명에서 사용하는 원료를 나타낸 단면도이다.

* 도면의 주요부분에 대한 부호의 설명

1 : 반응용기 2 : 반응물의 출구
3 : 열원(熱源) 4 : 열교환판
6 : 용해조(溶解槽) 13 : 원료 입구

[발명의 상세한 설명]

본 발명은 규산소오다의 새로운 제법과 그 장치에 관한 것이다.

좀더 구체적으로 설명하면 알칼리와 규산과의 몰비(mole比)(규산/알칼리)(이하 MR이라 약칭함)가 3 이상의 규산소오다를 용이하게 제조할 수 있는 방법과 장치에 관한 것이다.

종래의 규산소오다의 제조 방법으로는, 대표적으로 백토(白土)로 잘 알려져 있는 용해하기 쉬운 규산원료를 알칼리 용액(주로 가성소오다 용액)과 동시에 고압오토 클레이브(autoclave) 내에서 가열 반응 시키는 습식법(濕式法), 그리고 규사와 알칼리(주로 탄산소오다)를 1,300-1500℃에서 가열 용융해서 가소물(可燒物)을 만들어 이것을 고압용기 내에서 가열 용해하는 건식법(乾式法)이 알려져 있다.

그렇지만 이와 같은 종래의 방법은 다음과 같은 결점이 있다.

습식법에서는 제조에 필요한 에너지는 작아도 되지만, 규산 원료에 포함되어 있는 불순물 때문에 착색될 우려가 있을 뿐만 아니라 여과성(濾過性)이 나빠서 MR이 2.5이상인 높은 몰비의 제품을 제조할 수 없는 결점이 있었다.

다만 규산 원료로서 화이트 카아본(white carbon) 실리카 겔(silica gel) 등 고순도의 가용성 실리카를 사용하면 높은 몰비의 제품을 만들수는 있지만, 이러한 고순도의 가용성 실리카는 비싸서 비경제적이므로 적합치 못하였다.

또 건식법에서는 높은 몰비의 제품을 제조할 수는 있지만 제조하는데 필요한 열 에너지가 방대하므로 열효율을 개선하려면 막대한 부대 설비가 필요하다는 결정이 있었다.

다시 말하면 에너지 소비량이 적으면서도 높은 몰비의 규산 소오다의 공업적인 제조법은 아직 개발되어 있지 않으므로, 에너지 절약이 요구되는 오늘날에는 강력히 요망되고 있다.

본 발명자는 이러한 요망에 따라 면밀히 검토한 결과 특수한 반응 장치를 사용해서 알칼리와 규산의 반응을 반응물이 탈포초자(脫泡硝子) 상태로 이행하기 직전에 끝내면 된다는 것을 발견했다.

즉 본 발명의 목적은 에너지 소비량이 적은 높은 몰비의 규산 소오다의 제조 방법과 그 장치를 제공하려는 것이다.

이러한 목적을 달성하기 위하여 알칼리를 함유한 물질로 피복된 규산 원료를 가열하여 반응시키고 반응물이 수용성이 낮은 탈포초자 상태로 이행하기 전에 고온의 영역으로 부터 분리하는 것을 특징으로 하는 방법과 열교환 반응 용기 내에 열원(熱源)을 설치하여 이 열원의 주위에 열교환판을 설치하고, 반응 용기 상부에는 원료의 입구를 설치하고 하부에는 반응물의 출구를 설치한 것을 특징으로 하는 규산 소오다의 제조 장치이다.

이하 본 발명을 상세히 설명하면 다음과 같다.

본 발명에서는 원료로서 제3도에 나타낸 바와 같은 분말 형상의 고알칼리성 나트륨염으로 피복된 규산(b) 원료를 사용한다.

여기에 분말 형상의 고알칼리성 나트륨염(a)으로서는 메타(meta-) 규산소오다, 오르토(ortho-) 규산소오다, 가성소오다 등을 들 수 있으며, 이들 중에서 통상 메타규산소오다가 사용된다.

이것들의 대부분은 초자의 원료로서 공지되어 있으며, 예를 들면 메타규산소오다로 피복된 규산 원료는 가성소오다와 규사를 320-450℃로 가열하면 규사의 표면과 가성소오다가 반응하여 입상(粒狀)의 상태로 된다.

이와 같은 규산 원료를 사용하는 것은 다음 공정에서 용융하는 반응이 용이하게 진행되기 때문이다.

다음에 이 원료를 850-900℃로 가열하여 고알칼리성 나트륨염과 규산을 반응시키고, 반응물이 탈포한 초자 상태로 이행하기 전에 고온의 영역으로부터 분리된다.

탈포한 초자 상태로 이행하면, 반응물의 특질인 기포를 많이 포함한 거품 상태가 초자화 진행에 비례하여 상실되므로, 용해시에는 오오토클레이브와 같은 고온 고압 장치가 필요하게 되므로 열원도 또한 필요하게 되는 것이다.

반응은 도면에서와 같은 장치로 할 수가 있다.

제1도는 이 장치의 제1실시예로서, "1"은 철판식 또는 붉은 벽돌식의 반응 용기로서 상부는 원료 입구(13)로 개방되어 있으며, 하부 중심에는 누두상(漏斗狀)의 반응물의 출구(2)가 설치되어 있다.

반응 용기(1)의 내부 중앙 부근에는 전기 히이터, 가스 버너 등의 열원(3)이 설치되어 있으며, 이 주위에 공극(空隙)이 형성되도록 다단상(多段狀)으로 열교환판(4)이 설치되어 있고 열원(3)의 윗쪽에는 원추판(5)이 설치되어 있으며 이 원추판(5)에는 온도계(14)가 끼여져 있다.

당연한 것이지만 열교환판(4) 및 원추판(5)은 내화 재료(耐火材料)로 만들어져 있으나 금속판으로 제작해도 된다.

"6"은 반응물의 출구(2) 아랫쪽에 설치되어 있는 용해조로서, 내부에는 교반기(7)가 비치되어 있다.

이와 같은 장치에 열원(3)을 작동시켜서 장치내를 850℃ 이상으로 가열하므로써 알칼리 함유물질로 피복된 규산원료(8)가 연속적으로 반응을 일으킨다.

이 반응에 의하여 반응물(9)은 다수의 미소한 기포를 포함한 백색의 거품상의 점성 유체가 되어 자체의 중량에 의해 열교환판(4)으로부터 저절로 화살표로 나타낸 바와 같이 낙하하여 반응물의 출구(2)를 통하여 반응 용기(1) 밖으로 나간다.

열교환판(4)을 따라 낙하한 후에는 다음의 규산 원료(8)가 반응하여 마찬가지로 점성유체가 되며, 이 반응물(9)도 자체의 중량에 의하여 낙하하여 고온의 영역으로부터 분리된다.

즉 이와 같이 반응하면 점성유체가 되어 탈포한 초자 상태로 이행됨이 없이 직접계외(系外)로 나온다.

반응 용기에서 나온 반응물(9)은 물 또는 규산소오다가 가득 차 있는 용해조(6)로 들어가며, 여기서 기포를 방출하면서 30초 전후에서 분화(紛化) 된다.

낙하되는 거품상의 반응물(9)은 반응할 때 가열된 열량(약 850-900℃)을 가지고 있으므로 교반에 의하여 자연히 완전히 용액화 된 가성소오다를 얻을 수 있다.

또한 제2도는 제조 장치의 제2실시예를 나타낸 것으로서 본 실시예에서는 열교환판(4)을 독립적으로 설치하지 않고 반응 용기의 벽재(壁材)(10)에 테이퍼(taper)면(11)을 형성하여 이 테이퍼면(11)을 반응판(4)으로 겸용하고 있다.

" 14 " 는 뚜껑(12)으로부터 용기 내부에 떨어져 있는 온도계이다.

규산 원료는 벽재(10)와 뚜껑(12)사이의 원료 입구(13)로부터 투입되어 테이퍼면(11)을 따라 낙하되는 사이에 열원(3)의 방열에 의하여 반응하여 반응물의 출구(2)로부터 나올 때에는 거품상의 점성유체가 된다.

또한 본 발명으로 얻어진 거품상의 점성유체는 냉각하여 고체화가 되면 그 비중이 약 1.9 전후를 나타내는 지금까지 존재하지 않았던 새로운 물질로 그 화학 구조식은 확실치 않으므로 앞으로 더 연구를 계속하지 않으면 안된다.

또한 본 발명에서는 전술한 장치와 같이 반응물의 출구(2)와 용해조(6)는 반드시 직결되게 하지 않아도 된다.

그러므로 경우에 따라서는 공정을 나누어 용해하여도 된다.

다만 직결시켜 두면 반응물(9) 자체가 보유하는 열을 용해조(6)에서 활용할 수 있으므로 좋다.

이와 같이 본 발명은 규산 원료를 반응시켜 탈포된 초자 상태로 이행되기 전에 반응물 자체의 중량에 의하여 고온의 영역으로부터 분리되는 것을 특징으로 하는 규산소오다의 제조 방법과 그 장치에 관한 것으로서, 다음과 같은 효과가 있다.

(1) 거품상의 반응물은 극히 용해하기 쉽기 때문에 종래에는 제조가 곤란했던 MR4 이상의 규산소오다도 자유로이 제조할 수가 있다. 그 이유는 확실치 않으므로 금후의 연구를 기대해야 하는 것이다. 또한 본 발명에 따른 가장 큰 유효의 규산소오다는 특수한 용도에 사용되는 동시에 새로운 용도의 창안도 가능해졌다. 종래의 주지된 용도에 있어서, 예를 들면 실리카겔을 제조할 경우 제조 비용에 많은 비율을 차지하는 알칼리 및 산의 사용량을 줄일 수 있으므로 실리카겔의 제조 비용을 현저히 절감할 수가 있는 것이다.

(2) 본 발명에서 얻어진 알칼리와 규산의 반응물은 운수 중에서 간단히 부스러져서 용해되는 동시에 원료 속에 함유되어 있는 알루미나(alumina), 마그네슘, 철류 등의 불순물을 용이하게 여과시킬 수 있다. 따라서 극히 순도가 높은 규산소오다를 제조할 수가 있다. 종래 무수규산소오다 초자를 용해하는 데는 고압용기 및 보일라가 필요하였지만, 본 발명에서는 이러한 것이 필요치 않으므로 간단히 용해할 수가 있다.

(3) 종래의 건식법처럼 반응에 고온을 요하지 않으므로 열에너지가 적어도 된다. 특히 본 발명의 장치에서는 용기의 중앙에 열원을 배치하고 그 주위에 원료를 충전하도록 하였으므로 열의 손실이 적으므로 열효율이 높다. 방열에 의한 열손실은 거의 없다.

(4) 알칼리 함유물질로 피복된 규산원료는 과립상이므로 반응 용기내에 충전된 원료는 계속해서 이동하여 저질로 반응이 진행된다. 또한 반응판 위의 원료는 30-35℃의 접촉각을 가진 열을 받는 면이 넓으므로, 그 면에서 반응이 단 시간에 이루어지므로 능률적이다. 다음에 본 발명을 실시예에 따라 상세히 설명하겠지만 본 발명은 본 발명의 요지를 벗어나지 않는 범위 내에서 다음 실시예에 한정되는 것은 아니다.

[실시예 1]

제2도에 나타난 제2실시예의 장치에서는 열원(3)으로서 전기 히이터를 사용하였다.

먼저 전기 히이터의 열원(3)에 전기를 통하게 하여 온도계(14)가 1,100℃에 도달한 시점에서 가성소오다 1중량과 규사 2.5 중량으로 제조한 메타 규산소오다로 피복된 규산 원료(8)를 입구(13)로부터 반응 상황에 맞게 서서히 투입 했을 때 투입 후 약 5분후에 테이퍼면(11)의 위로부터 1/3 정도의 위치에서 서서히 반응이 시작되어 거품상의 점성유체(1)가 되며, 그 다음 약 2분후에 출구에 도달하여 반응 용기(1)로부터 유출되어 900℃의 온도에서 용해조(6) 내의물(15) 속으로 투입되어 수중에서 기포를 방출하면서 약 30초 사이에 분화된다.

분화된 것을 비이커에서 완전히 끓이면 약 1시간 후 완전히 액화된, MR이 1 : 3.1의 규산소오다를 얻을 수 있다.

[실시예 2]

제1도에 표시한 제1실시예의 장치에서는 열원(3)으로는 등유를 버너에서 연소시켰다.

가성소오다 1중량과 규사 2.5 중량으로 제조한 메타 규산소오다로 피복된 규산원료(8)를 용기상부의 원료 입구(13)로부터 투입하면, 열원(3) 부근의 온도가 약 900℃가 되면 열교환판(4) 위에서 규산 원료(8)의 반응이 시작되어 약 1,100℃에 도달하면 아주 빠르게 반응이 일어나고 거품상의 유체(9)가 심하게 낙하하여 약 1,200℃에 도달하면 더욱 더 점성유체(9)의 낙하량은 늘어나지만 온도는 그 이상 상승하지 아니하였다.

점성유체(9)가 낙하하여 투입되는 용해조(6)의 물 (15)의 온도는 상승하여 비점 (沸點)을 유지하며, 점성유체(9)는 수중에서 먼저 분체(粉體)가 되고 점차적으로 용해되어 MR이 1 : 30인 규산소오다를 얻었다.

(57) 청구의 범위

청구항 1

분말 형상의 고알칼리성 나트륨염으로 피복된 규산을 가열 용융시켜, 생성물이 기포를 다량 함유한 상태에서 고온의 영역으로부터 분리시킴으로써 얻어지는 고수용성인 거품상의 물질을 사용하는 것을 특징으로 하는 규산소오다의 제조방법.

청구항 2

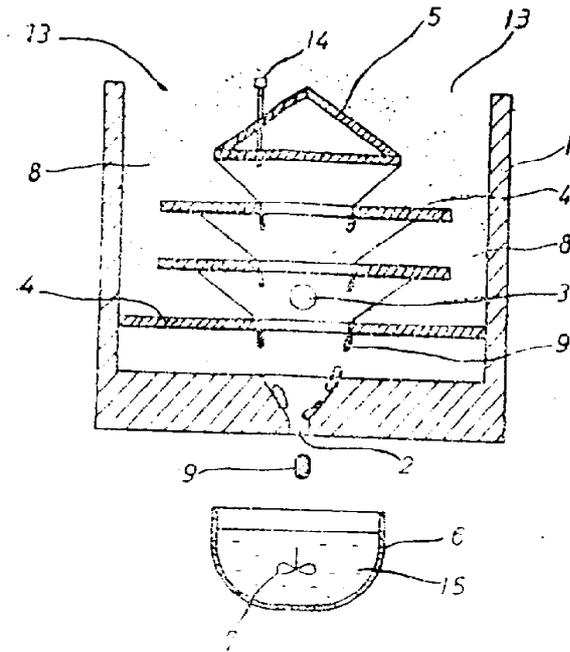
제1항에 있어서, 분말상의 고알칼리성 나트륨염이 메타규산소오다, 오르토규산소오다인 것을 특징으로 하는 규산소오다의 제조방법.

청구항 3

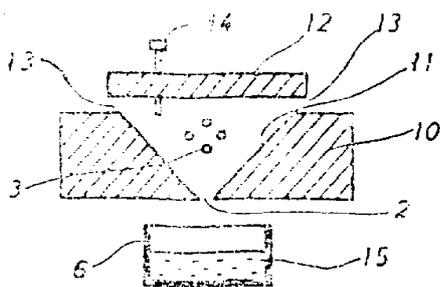
분말상의 고알칼리성 나트륨염으로 피복된 규산을 제공하기 위한 원료 입구(13)를 반응 용기(1)에 설치하며, 반응 용기(1) 안에 열원(3)을 설치하고, 이 열원(3)의 주위에 공극이 형성되도록 열교환판(4)(12)을 설치하고, 이 열교환판(4)(12)의 하부에 테이퍼면을 지닌 반응물의 출구(2)를 전술한 반응 용기(1)에 설치한 것을 특징으로 하는 규산소오다의 제조장치.

도면

도면1



도면2



도면3

