

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5246510号  
(P5246510)

(45) 発行日 平成25年7月24日(2013.7.24)

(24) 登録日 平成25年4月19日(2013.4.19)

(51) Int.Cl. F I  
C O I F 7/02 (2006.01) C O I F 7/02 A

請求項の数 6 (全 14 頁)

(21) 出願番号	特願2009-155259 (P2009-155259)	(73) 特許権者	000002093
(22) 出願日	平成21年6月30日(2009.6.30)		住友化学株式会社
(65) 公開番号	特開2010-37188 (P2010-37188A)		東京都中央区新川二丁目27番1号
(43) 公開日	平成22年2月18日(2010.2.18)	(74) 代理人	100064746
審査請求日	平成22年9月15日(2010.9.15)		弁理士 深見 久郎
(31) 優先権主張番号	特願2008-180324 (P2008-180324)	(74) 代理人	100085132
(32) 優先日	平成20年7月10日(2008.7.10)		弁理士 森田 俊雄
(33) 優先権主張国	日本国(JP)	(74) 代理人	100083703
			弁理士 仲村 義平
		(74) 代理人	100096781
			弁理士 堀井 豊
		(74) 代理人	100109162
			弁理士 酒井 将行
		(74) 代理人	100111246
			弁理士 荒川 伸夫

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 脱色されたアルミン酸ソーダ水溶液の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

固体状酸化マグネシウムとアルミン酸ソーダ水溶液とからなるスラリー、固体状酸化マグネシウムと固体状水酸化アルミニウムと低濃度アルミン酸ソーダ水溶液とからなるスラリー、または、固体状酸化マグネシウムと固体状水酸化アルミニウムと苛性ソーダ水溶液とからなるスラリーを、130以上の温度で加熱処理した後、固形分を分離する脱色されたアルミン酸ソーダ水溶液の製造方法。

【請求項2】

固体状酸化マグネシウムと固体状水酸化アルミニウムと低濃度アルミン酸ソーダ水溶液とからなるスラリー、または、固体状酸化マグネシウムと固体状水酸化アルミニウムと苛性ソーダ水溶液とからなるスラリーを、130以上の温度で加熱処理した後、固形分を分離する請求項1に記載の製造方法。

【請求項3】

前記固体状酸化マグネシウムの添加量が、前記アルミン酸ソーダ水溶液、低濃度アルミン酸ソーダ水溶液、または、苛性ソーダ水溶液に対して0.01~10g/Lである請求項1または2に記載の製造方法。

【請求項4】

前記固体状酸化マグネシウムのBET比表面積が5~50m<sup>2</sup>/gである請求項1~3のいずれかに記載の製造方法。

【請求項5】

10

20

さらに、固形分を分離した後のアルミン酸ソーダ水溶液にオゾン含有ガスを吹き込む請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の製造方法。

【請求項 6】

請求項 1 ~ 5 のいずれかに記載の製造方法により製造されたアルミン酸ソーダ水溶液から水酸化アルミニウムを析出させる高白色水酸化アルミニウムの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、脱色されたアルミン酸ソーダ水溶液の製造方法に関するものである。詳細には、固体状酸化マグネシウムを用いて脱色されたアルミン酸ソーダ水溶液を製造する方法、ならびに、その方法により得られる脱色されたアルミン酸ソーダ水溶液を用いて高白色水酸化アルミニウムを製造する方法に関するものである。

10

【背景技術】

【0002】

水酸化アルミニウムは、ボーキサイトに含まれるアルミニウムを苛性ソーダ水溶液で抽出してアルミン酸ソーダ水溶液を得る工程において該アルミン酸ソーダ水溶液を適当な濃度に調整した後、水酸化アルミニウムの種子結晶を添加して該アルミン酸ソーダ水溶液を加水分解させることにより水酸化アルミニウムを析出させる方法（いわゆる、バイヤー法）によって工業的に製造されるものである。

【0003】

20

原料となるボーキサイトは天然の鉱石であり、土壌に含まれる有機物が腐食して生成したフミン酸などの着色物質を多く含んでいるため、バイヤー工程において作られたアルミン酸ソーダ水溶液は着色しており、該溶液から析出する水酸化アルミニウムにも着色物質が取り込まれてしまう。

【0004】

しかし、水酸化アルミニウムは、人工大理石の充填剤、歯磨き粉等の研磨剤、製紙用の充填剤やコーティング剤などの用途に多用されており、かかる用途に用いられる水酸化アルミニウムには、高い白色度を有することが求められている。

【0005】

そこで、着色物質を含む粗水酸化アルミニウムを、再度苛性ソーダ水溶液やアルミニウム濃度の低いアルミン酸ソーダ水溶液に溶解させ、その後再度析出させることにより、比較的白色度の高い水酸化アルミニウムを製造する方法が知られている（特開 2002 - 241128 号公報：特許文献 2）。

30

【0006】

しかし、粗水酸化アルミニウムに含まれる着色物質が多い場合は、それを溶解させたアルミン酸ソーダ水溶液中に多量の着色物質が存在するため、そこから再度析出した水酸化アルミニウムにも少量の着色物質が取り込まれてしまう。また、水酸化アルミニウムを溶解・再析出させるためのアルミン酸ソーダ水溶液は、通常、工業的には繰返して使用されるため、粗水酸化アルミニウム中の着色物質が蓄積されるので、このような場合にも、そこから再析出する水酸化アルミニウムには着色物質が取り込まれてしまう。

40

【0007】

したがって、白色度の高い水酸化アルミニウムを得るためには、着色物質を含むアルミン酸ソーダ水溶液から着色物質を除去することが根本的に必要である。このため、アルミン酸ソーダ水溶液中の着色物質の低減をはかる方法が種々提案されており、第三成分の添加による着色物質の吸着除去方法が多数報告されている。

【0008】

例えば、特開昭 54 - 163799 号公報（特許文献 1）には、アルミン酸ソーダ水溶液に、該溶液に実質的に溶解せず、且つ実質的に反応しないアルカリ土類金属化合物の 1 種または 2 種以上を添加して攪拌後ろ過した液から、白色度の高い水酸化アルミニウムを析出させる方法が開示されている。

50

## 【0009】

また、特開2002-241128号公報(特許文献2)には、特定のBET比表面積、平均粒子径、カルシウム含有量を有する水酸化マグネシウムをアルミン酸ソーダ水溶液中に添加、80~150の温度範囲で脱色処理後、固液分離する方法が開示されている。

## 【0010】

さらに、米国特許第4915930号明細書(特許文献3)には、酸化マグネシウムを低濃度アルミン酸ソーダ水溶液と反応させてハイドロタルサイトを合成し、これを90~110のバイヤー液と接触させて着色物質を除去する方法が開示されている。

## 【0011】

しかし、上記のようなアルミン酸ソーダ水溶液中の着色物質の低減をはかる方法を用いた場合でも、特に高い白色度が求められる場合には、アルミン酸ソーダ水溶液の着色物質の低減効果が必ずしも充分とはいえなかった。

## 【先行技術文献】

## 【特許文献】

## 【0012】

【特許文献1】特開昭54-163799号公報

【特許文献2】特開2002-241128号公報

【特許文献3】米国特許第4915930号明細書

## 【発明の概要】

## 【発明が解決しようとする課題】

## 【0013】

本発明は、脱色されたアルミン酸ソーダ水溶液の製造方法を提供し、さらに、その製造方法により得たアルミン酸ソーダ水溶液を用いて高い白色度を有する高白色水酸化アルミニウムを製造することを目的とする。

## 【課題を解決するための手段】

## 【0014】

本発明者らは、アルミン酸ソーダ水溶液を脱色する方法について鋭意検討した結果、固体状酸化マグネシウムとアルミン酸ソーダ水溶液とからなるスラリー、固体状酸化マグネシウムと固体状水酸化アルミニウムと低濃度アルミン酸ソーダ水溶液とからなるスラリー、または、固体状酸化マグネシウムと固体状水酸化アルミニウムと苛性ソーダ水溶液とからなるスラリー(以下、これらを総称して「原料スラリー」ともいう)を、130以上の温度で加熱処理した後、固形分を分離することによりアルミン酸ソーダ水溶液の脱色を高効率で行えることを見出した。また、そうして得られたアルミン酸ソーダ水溶液へ更にオゾンを吹込んで酸化することにより、オゾン単独で酸化した場合よりも脱色効果が高いことを見出した。

## 【0015】

すなわち、本発明は、固体状酸化マグネシウムとアルミン酸ソーダ水溶液とからなるスラリー、固体状酸化マグネシウムと固体状水酸化アルミニウムと低濃度アルミン酸ソーダ水溶液とからなるスラリー、または、固体状酸化マグネシウムと固体状水酸化アルミニウムと苛性ソーダ水溶液とからなるスラリーを、130以上の温度で加熱処理した後、固形分を分離する脱色されたアルミン酸ソーダ水溶液の製造方法である。

## 【0016】

本発明の製造方法においては、前記原料スラリーのうち、固体状酸化マグネシウムと固体状水酸化アルミニウムと低濃度アルミン酸ソーダ水溶液とからなるスラリー、または、固体状酸化マグネシウムと固体状水酸化アルミニウムと苛性ソーダ水溶液とからなるスラリーを用いることが好ましい。

## 【0017】

前記固体状酸化マグネシウムの添加量は、前記アルミン酸ソーダ水溶液、低濃度アルミン酸ソーダ水溶液、または、苛性ソーダ水溶液に対して0.01~10g/Lであること

10

20

30

40

50

が好ましい。

【0018】

前記固体状酸化マグネシウムのBET比表面積は5～50m<sup>2</sup>/gであることが好ましい。

【0019】

前記製造方法においては、さらに、固形分を分離した後のアルミン酸ソーダ水溶液にオゾン含有ガスを吹き込むことが好ましい。

【0020】

また、本発明は、前記製造方法により製造された脱色されたアルミン酸ソーダ水溶液から水酸化アルミニウムを析出させる、高白色水酸化アルミニウムの製造方法にも関する。

【発明の効果】

【0021】

本発明において、前記原料スラリーを、130以上の温度で加熱処理した後、液中の固形分を分離することで、脱色されたアルミン酸ソーダ水溶液を得ることができる。また、本発明の製造方法によって得られた脱色されたアルミン酸ソーダ水溶液を用いることにより、白色度の高い水酸化アルミニウムを製造することができる。

【0022】

また、本発明において、さらに、アルミン酸ソーダ水溶液へオゾン含有ガスを吹き込むことにより、オゾン単独で酸化した場合よりも脱色されたアルミン酸ソーダ水溶液を得ることができる。

【発明を実施するための形態】

【0023】

本発明の脱色されたアルミン酸ソーダ水溶液の製造方法は、固体状酸化マグネシウムとアルミン酸ソーダ水溶液とからなるスラリー、固体状酸化マグネシウムと固体状水酸化アルミニウムと低濃度アルミン酸ソーダ水溶液とからなるスラリー、または、固体状酸化マグネシウムと固体状水酸化アルミニウムと苛性ソーダ水溶液とからなるスラリーを、130以上の温度で加熱処理した後、固形分を分離する工程を含む製造方法である。

【0024】

加熱処理を行う際、130未満の温度では脱色の効果が低減する。一方、250を超える温度を得るためには、多量のエネルギーを必要とするため好ましくない。このため、液温は130以上250以下とすることが好ましい。さらに好ましくは、140以上200以下である。また、液温を130以上に保持する時間は、通常、0.1時間以上5時間以下である。

【0025】

液温を上昇させる速度に特に制限はなく、好ましくは0.1/分～50/分程度である。昇温速度は速い方が生産性の面で好ましいが、昇温に必要なエネルギーとコストがバランスするように適宜調整すればよい。

【0026】

固体状酸化マグネシウムとアルミン酸ソーダ水溶液とからなるスラリーを得る方法としては特に限定されず、例えば、固体状酸化マグネシウムとアルミン酸ソーダ水溶液とを従来公知の方法で混合すればよい。

【0027】

固体状酸化マグネシウムと固体状水酸化アルミニウムと低濃度アルミン酸ソーダ水溶液とからなるスラリーを得る方法としては特に限定されず、例えば、固体状酸化マグネシウムと固体状水酸化アルミニウムと低濃度アルミン酸ソーダ水溶液とを従来公知の方法で混合すればよい。

【0028】

固体状酸化マグネシウムと固体状水酸化アルミニウムと低濃度アルミン酸ソーダ水溶液とからなるスラリーを得る場合、低濃度アルミン酸ソーダ水溶液に、固体状酸化マグネシウム及び固体状水酸化アルミニウムを同時に添加してもよいし、固体状水酸化アルミニウ

10

20

30

40

50

ムと低濃度アルミン酸ソーダ水溶液とからなるスラリーに、固体状酸化マグネシウムを添加してもよい。

【0029】

固体状酸化マグネシウムと固体状水酸化アルミニウムと苛性ソーダ水溶液とからなるスラリーを得る方法としては特に限定されず、例えば、固体状酸化マグネシウムと固体状水酸化アルミニウムと苛性ソーダ水溶液とを従来公知の方法で混合すればよい。

【0030】

固体状酸化マグネシウムと固体状水酸化アルミニウムと苛性ソーダ水溶液とからなるスラリーを得る場合、苛性ソーダ水溶液に、固体状酸化マグネシウム及び固体状水酸化アルミニウムを同時に添加してもよいし、固体状水酸化アルミニウムと苛性ソーダ水溶液とからなるスラリーに、固体状酸化マグネシウムを添加してもよい。

10

【0031】

前記混合の方法としては、例えば、攪拌翼を用いて混合する方法等が挙げられる。

前記原料スラリーにおいて、前記加熱処理によって、該原料スラリー中の固体状水酸化アルミニウムが溶解することが好ましい。

【0032】

前記アルミン酸ソーダ水溶液もしくは固体状水酸化アルミニウムを溶解させて得られるアルミン酸ソーダ水溶液中のアルミニウム濃度は、 $Al_2O_3$ 換算で $60\text{ g/L}$ 以上 $200\text{ g/L}$ 以下であり、ソーダ濃度は $Na_2O$ 換算で $60\text{ g/L}$ 以上 $200\text{ g/L}$ 以下であることが好ましい。

20

【0033】

前記固体状酸化マグネシウムと固体状水酸化アルミニウムと低濃度アルミン酸ソーダ水溶液とからなるスラリーにおける液相中のアルミニウム濃度は、 $Al_2O_3$ 換算で $10\text{ g/L}$ 以上 $100\text{ g/L}$ 以下であることが好ましく、ソーダ濃度は $Na_2O$ 換算で $60\text{ g/L}$ 以上 $200\text{ g/L}$ 以下であることが好ましい。一方、前記固体状酸化マグネシウムと固体状水酸化アルミニウムと苛性ソーダ水溶液とからなるスラリーにおける液相中のソーダ濃度は、 $Na_2O$ 換算で、 $60\text{ g/L}$ 以上 $200\text{ g/L}$ 以下であることが好ましい。

【0034】

前記固体状 $MgO$ は、粉末状、顆粒状などの種々の形状で添加してもよく、固体状 $MgO$ 微粒子が水に分散したスラリーなどの状態で添加してもよい。固体状 $MgO$ のBET比表面積が $5\sim 50\text{ m}^2/\text{g}$ であることが好ましい。 $5\text{ m}^2/\text{g}$ よりも小さい場合には、加熱時に固体状 $MgO$ が液中のアルミニウムおよび着色物質と接触するのに時間がかかることがあり、結果として着色物質を除去するために要する時間が長くなることがあるため、生産効率の点から好ましくない。 $50\text{ m}^2/\text{g}$ より大きい場合には、使用する固体状 $MgO$ が特殊で高価なものとなることがあるため、費用対効果の面で好ましくない。

30

【0035】

前記固体状 $MgO$ の添加量は、前記アルミン酸ソーダ水溶液、低濃度アルミン酸ソーダ水溶液、または、苛性ソーダ水溶液に対して、好ましくは、 $0.01\text{ g/L}$ 以上 $10\text{ g/L}$ 以下である。添加量が $0.01\text{ g/L}$ より少ない場合、所望の脱色効果が得られないことがある。また、 $10\text{ g/L}$ より多く添加しても、格別な脱色効果の向上はみられないことがある。なお、添加量を $Mg$ のモル濃度に換算した場合には、好ましくは、 $0.25\text{ mol/L}$ 以上 $250\text{ mol/L}$ 以下である。

40

【0036】

前記固体状 $MgO$ は、レーザー散乱法で測定した平均粒子径が $0.1\text{ }\mu\text{m}$ 以上、 $100\text{ }\mu\text{m}$ 以下が好ましい。平均粒子径が $0.1\text{ }\mu\text{m}$ 未満であると、前記原料スラリーの粘度を上昇させることがある。また、平均粒子径が $100\text{ }\mu\text{m}$ を超えると、熱処理の工程において液中のアルミニウムとの反応性および液中の着色物質を吸着する速度が低下することがあるため、所望の脱色を行うための時間が長時間となることがある。

【0037】

加熱処理後に得られるスラリーを加圧ろ過、遠心分離等の固液分離操作により固液分離

50

することで、着色物質を取り込んだ固形分と脱色されたアルミン酸ソーダ水溶液とを分離することができる。分離回収された固形分は、液中の着色物質を吸着して茶褐色に着色しているが、か焼により固形分中の有機物を除去すれば、着色したアルミン酸ソーダ水溶液の脱色処理に再利用することもできる。

**【 0 0 3 8 】**

本発明において、前記原料スラリーのうち、固体状酸化マグネシウムと固体状水酸化アルミニウムと低濃度アルミン酸ソーダ水溶液とからなるスラリー、または、固体状酸化マグネシウムと固体状水酸化アルミニウムと苛性ソーダ水溶液とからなるスラリーを用いることが好ましい。ここで、上記固体状水酸化アルミニウムは、粉末状、顆粒状などの種々の形状で添加してもよく、固体状水酸化アルミニウム微粒子が水に分散したスラリーなどの状態で添加してもよい。

10

**【 0 0 3 9 】**

また、前記原料スラリーのうち、固体状酸化マグネシウムと固体状水酸化アルミニウムと低濃度アルミン酸ソーダ水溶液とからなるスラリー、または、固体状酸化マグネシウムと固体状水酸化アルミニウムと苛性ソーダ水溶液とからなるスラリーを用いる場合、前記加熱処理において、固体状水酸化アルミニウムが溶解することが好ましい。これにより、固体状水酸化アルミニウムを溶解して粗アルミン酸ソーダ水溶液を準備する溶解工程を別途行なう必要がなく、製造工程が簡略化される。また、固体状水酸化アルミニウムを溶解した後の粗アルミン酸ソーダ水溶液に対して固体状 Mg O を添加する方法に比べて、高い脱色効果が得られる。

20

**【 0 0 4 0 】**

( オゾン含有ガス等による脱色の併用 )

本発明のアルミン酸ソーダ水溶液の製造方法においては、さらに、オゾン含有ガスを固形分を分離した後の脱色されたアルミン酸ソーダ水溶液に吹き込むことが好ましい。このように脱色されたアルミン酸ソーダ水溶液をオゾン含有ガスによりさらに脱色することで、オゾン単独で脱色した場合よりも高い脱色効果を得ることができる。オゾンを用いた脱色方法は酸化分解によるものであるため、非着色有機物、着色有機物のいずれであるかに関係無く、酸化されやすい有機物から先に分解される。このため、所望の脱色効果を得るには多量のオゾンが必要となる。しかし、前記固体状 Mg O を用いた脱色方法は着色物質を吸着除去することによるものであり、このような吸着作用による着色物質の除去と酸化分解とを組合せることで、さらに高い脱色効果を得ることができる。

30

**【 0 0 4 1 】**

ここで使用するオゾン含有ガスは、オゾンを含む気体であれば特に限定されないが、オゾン含有ガス中のオゾン濃度は、通常、 $5 \text{ g} / \text{m}^3$ 以上 $300 \text{ g} / \text{m}^3$ 以下であり、より好ましくは、 $20 \text{ g} / \text{m}^3$ 以上 $200 \text{ g} / \text{m}^3$ 以下である。オゾン濃度が $5 \text{ g} / \text{m}^3$ 未満であれば、液へ吹込むオゾン量が少なく、液中に含まれる着色有機物を分解するためには多量のオゾン含有ガスを吹き込まなければならなくなり、脱色に長時間を要することがある。一方、 $300 \text{ g} / \text{m}^3$ よりも高い濃度のオゾン含有ガスを得るには、装置が特殊なものとなることがある。

**【 0 0 4 2 】**

オゾンを製造するために用いる原料は酸素、空気いずれでもよいが、高濃度のオゾンを効率的に得られることから、酸素を用いることが好ましい。特に、大量の酸素を容易に製造出来る点から、PSA ( Pressure Swing Adsorption : 圧力変動吸着 ) 法を用いて空気を分離して得られる酸素を用いることが好ましい。この点で、上記オゾン含有ガスは、オゾン / 酸素混合ガスであることが好ましい。

40

**【 0 0 4 3 】**

オゾンは、無声放電方式、沿面放電方式、紫外線照射方式など、一般に知られている方法を用いて発生させることが出来るが、発生効率が高い点や大容量のオゾンを得られる点等から無声放電式で発生させることが好ましい。

**【 0 0 4 4 】**

50

オゾンと接触させる際のアルミン酸ソーダ水溶液の温度は、通常、30 以上沸点以下である。特に、オゾンと接触後に水酸化アルミニウムの析出工程に直ぐに移れるという工程上の利点から、50 以上90 以下であることが好ましい。

【0045】

オゾン含有ガスと脱色されたアルミン酸ソーダ水溶液とを接触させる方法に特段の制限は無く、宗宮功編著「オゾンハンドブック」154頁に記載されているようなオゾン接触槽を用いることができる。また、一般にオゾンは高pH領域では自己分解が促進されることが知られている。このため、アルミン酸ソーダ水溶液のような高アルカリ水溶液中にオゾンを吹き込む場合には、オゾンが水溶液に溶解した直後に着色有機物と接触出来るような方法を用いることが好ましい。例えば、オゾン含有ガスの気泡をマイクロバブル化する

10

【0046】

また、本発明のアルミン酸ソーダ水溶液の製造方法においては、前記加熱処理後、公知の吸着剤を添加してさらに着色物質の脱色を行なうことも出来る。該吸着剤としては、活性炭、マグネシウムおよびカルシウムの水酸化物、炭酸塩、珪酸塩、シュウ酸塩、塩酸マッド、第四級アンモニウム塩など、公知のものを用いることができる。

【0047】

(水酸化アルミニウムの製造方法)

本発明は、上記製造方法により製造された脱色されたアルミン酸ソーダ水溶液から水酸化アルミニウムを析出させる、高白色水酸化アルミニウムの製造方法にも関するものである。本発明の製造方法により製造された脱色されたアルミン酸ソーダ水溶液を用いて、水酸化アルミニウムを析出させることにより、高い白色度を有する水酸化アルミニウム粉末を得ることができる。

20

【0048】

本発明のアルミン酸ソーダ水溶液の製造方法により得られた脱色されたアルミン酸ソーダ水溶液を用いて水酸化アルミニウムを析出させる方法は、種々公知の方法を用いることができる。具体的には、脱色されたアルミン酸ソーダ水溶液中に種子となる粒状水酸化アルミニウムを添加した状態で液温を30 以上90 以下に保ちながら1時間以上攪拌して、種子水酸化アルミニウム表面に水酸化アルミニウムを析出させる方法や、脱色された

30

【実施例】

【0049】

以下に実施例および比較例を挙げ、本発明を更に詳細に説明するが、本発明はこれらの記載により何ら限定を受けるものではない。

【0050】

(1) 液色の測定方法

ガラスセルにアルミン酸ソーダ水溶液を入れ、測色色差計[日本電色工業株式会社製「ZE-2000」]を用いて2回測定し、その値の算術平均値を水溶液の色とした。測定方法は、JIS Z 8729に準拠してL値、a値、b値の測定を行った。脱色度合いの指標としては、正の方向に大きな値であるほど黄色に着色していることを示すb値を用いた。

40

【0051】

(2) 中心粒子径測定方法

レーザー散乱式粒度分布計[リーズ アンド ノースラップ社製「マイクロトラックHRA」]により粒度分布曲線を求め、50重量%相当粒子径(D50)として平均粒子径を求めた。

【0052】

50

## (3) BET比表面積の測定方法

JIS - Z - 8830に規定された方法に従って、窒素吸着法により求めた。

## 【0053】

## (実施例1)

$\text{Na}_2\text{O}$ 濃度145 g/Lの苛性ソーダ水溶液200 mLに粉末状粗水酸化アルミニウム(ボーキサイトからバイヤー法により得られた水酸化アルミニウムであり、含有炭素量は0.06%である。レーザー回折法で測定した中心粒子径 $110\ \mu\text{m}$ )を47 gおよび粉末状MgO(A)(UC95-C、宇部マテリアルズ社製、BET比表面積:  $9\ \text{m}^2/\text{g}$ 、レーザー回折法で測定した中心粒子径 $3.6\ \mu\text{m}$ )を0.1 g添加して得られたスラリーを、オートクレーブに仕込み、昇温速度4 /分で160 まで昇温させてから10分間保持した。この過程で全ての水酸化アルミニウムは苛性ソーダ水溶液に溶解しアルミン酸ソーダ水溶液が得られた。その後、水冷して液温を室温まで低下させた。この状態で液中の固形分を加圧ろ過で除去し、脱色されたアルミン酸ソーダ水溶液を得た。なお、スラリーにおける粉末状MgOの使用量は苛性ソーダ水溶液1 Lあたり0.5 gである。

10

## 【0054】

## (実施例2)

粉末状MgO(A)を1 g添加した以外は、実施例1と同様の操作を行い、脱色されたアルミン酸ソーダ水溶液を得た。

## 【0055】

## (実施例3)

粉末状MgO(B)(#5000、タテホ化学社製、BET比表面積 $6\ \text{m}^2/\text{g}$ 、レーザー回折法で測定した中心粒子径 $2.9\ \mu\text{m}$ )を0.1 g添加した以外は、実施例1と同様の操作を行い、脱色されたアルミン酸ソーダ水溶液を得た。

20

## 【0056】

## (実施例4)

粉末状MgO(C)(H-10、タテホ化学社製、BET比表面積 $44\ \text{m}^2/\text{g}$ 、レーザー回折法で測定した中心粒子径 $4.4\ \mu\text{m}$ )を0.1 g添加した以外は、実施例1と同様の操作を行い、アルミン酸ソーダ水溶液を得た。

## 【0057】

## (実施例5)

スラリーをオートクレーブに仕込んだあとの加熱処理として、昇温速度4 /分で180 まで昇温させてから60分間保持した点以外は、実施例1と同様の操作を行い、アルミン酸ソーダ水溶液を得た。

30

## 【0058】

## (比較例1)

粉末状MgOを添加しなかった以外は実施例1と同様の操作を行い、アルミン酸ソーダ水溶液を調製した。

## 【0059】

## (比較例2)

粉末状MgOを添加せずに実施例1と同様の操作を行って調製したスラリーを、オートクレーブに仕込み、昇温速度4 /分で180 まで昇温させてから60分間保持した。その後、水冷して液温を室温まで低下させた。得られたアルミン酸ソーダ水溶液を90に昇温し、粉末状MgO(A)を0.1 g添加したのち90 で10分間保持した後、固形分を加圧ろ過で除去することにより、アルミン酸ソーダ水溶液を調製した。

40

## 【0060】

## (比較例3)

粉末状MgOの代わりに、粉末状の水酸化マグネシウム(マグスター#30、タテホ化学社製、BET比表面積 $26\ \text{m}^2/\text{g}$ 、レーザー回折法で測定した中心粒子径 $10.5\ \mu\text{m}$ )を用いた以外は実施例1と同様の操作を行ってアルミン酸ソーダ水溶液を調製した。

## 【0061】

50

## (実施例6)

$\text{Na}_2\text{O}$ 濃度 145 g/L の苛性ソーダ水溶液 700 mL に、粉末状粗水酸化アルミニウム（ボーキサイトからパイヤー法により得られた水酸化アルミニウムであり、含有炭素量は 0.06% である。レーザー回折法で測定した中心粒子径は 93  $\mu\text{m}$ ）を 165 g、および、粉末状  $\text{MgO}$  (A) を 0.35 g ( $\text{Mg}$  モル濃度換算：12 mmol/L) 添加して得られたスラリーを、オートクレーブに仕込み、昇温速度 4 /分 で 160 まで昇温させてから 10 分間保持した。その後、再度水冷して液温を室温まで低下させてから、液中の固形分を加圧ろ過で除去し、アルミン酸ソーダ水溶液を得た。

【0062】

## (実施例7)

粉末状  $\text{MgO}$  (A) の添加量を 0.7 g ( $\text{Mg}$  モル濃度換算：25 mmol/L) とした以外は、実施例6と同様の操作を行い、アルミン酸ソーダ水溶液を得た。

【0063】

## (実施例8)

$\text{Na}_2\text{O}$ 濃度 145 g/L の苛性ソーダ水溶液 700 mL に粉末状粗水酸化アルミニウム（実施例6と同様のもの）を 165 g 添加したスラリーを、オートクレーブに仕込み、昇温速度 4 /分 で 160 まで昇温させてから 10 分間保持した。その後、水冷して液温を室温まで低下させた。得られたアルミン酸ソーダ水溶液に、 $\text{MgO}$  を 0.35 g ( $\text{Mg}$  モル濃度換算：12 mmol/L) 添加し、再度 160 まで昇温させてから 10 分間保持した。その後、再度水冷して液温を室温まで低下させてから、液中の固形分を加圧ろ過でろ過し、アルミン酸ソーダ水溶液を得た。

【0064】

## (実施例9)

$\text{MgO}$  添加量を 0.7 g ( $\text{Mg}$  モル濃度換算：25 mmol/L) とした以外は、実施例8と同様の操作を行い、アルミン酸ソーダ水溶液を得た。

【0065】

## (比較例4)

粉末状  $\text{MgO}$  の代わりに比較例3で用いた  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  を 0.5 g ( $\text{Mg}$  モル濃度換算：12 mmol/L) を添加した以外は実施例6と同様の操作を行い、アルミン酸ソーダ水溶液を得た。

【0066】

## (比較例5)

$\text{Mg}(\text{OH})_2$  添加量を 1.0 g ( $\text{Mg}$  モル濃度換算：25 mmol/L) とした以外は、比較例4と同様の操作を行い、アルミン酸ソーダ水溶液を得た。

【0067】

## (比較例6)

$\text{Na}_2\text{O}$ 濃度 145 g/L の苛性ソーダ水溶液 700 mL に粉末状粗水酸化アルミニウム（実施例6と同様のもの）を 165 g 添加したスラリーを、オートクレーブに仕込み、昇温速度 4 /分 で 160 まで昇温させてから 10 分間保持した。その後、水冷して液温を室温まで低下させた。得られたアルミン酸ソーダ水溶液に、 $\text{MgO}$  を 0.35 g ( $\text{Mg}$  モル濃度換算：12 mmol/L) 添加し、再度 110 まで昇温させてから 10 分間保持した。その後、再度水冷して液温を室温まで低下させてから、液中の固形分を加圧ろ過で除去し、アルミン酸ソーダ水溶液を得た。

【0068】

## (比較例7)

粉末状  $\text{MgO}$  添加量を 1.0 g/L ( $\text{Mg}$  モル濃度換算：25 mmol/L) とした以外は比較例6と同様の操作を行い、アルミン酸ソーダ水溶液を得た。

【0069】

## (液色の測定)

上記実施例および比較例で得られたアルミン酸ソーダ水溶液の液色を、上記液色の測定

10

20

30

40

50

方法に従って測定した。実施例 1 ~ 5 および比較例 1 ~ 3 の結果を表 1 に、実施例 6 ~ 9 および比較例 4 ~ 7 の結果を表 2 に示す。表中の「添加時」については、固体状 MgO 等の添加化合物を、固体状水酸化アルミニウムを溶解する前の段階で、固体状水酸化アルミニウムと一緒に、液中に添加する場合は「溶解時」と、添加化合物を固体状水酸化アルミニウムを溶解させた後のアルミン酸ソーダ水溶液に添加する場合は「溶解後」と表示している。また、表中の「溶解温度」とは MgO を添加する前の固体状水酸化アルミニウムを溶解する工程の温度を示し、「処理温度」とは固体状 MgO を添加した後の加熱処理の温度を示す。また、「保持時間」とは処理温度を保持した時間を示す。

【 0 0 7 0 】

【表 1】

	添加化合物	添加量 (g/L)	化合物 BET 比表面积 (m <sup>2</sup> /g)	添加時	溶解温度 (°C)	处理温度 (°C)	保持時間 (分)	液色		
								L	a	b
実施例 1	MgO	0.5	9	溶解時	—	160	10	99	-0.25	2.58
実施例 2		5	9				10	100	-0.18	1.46
実施例 3		0.5	6				10	99	-0.3	2.70
実施例 4		0.5	44				10	99	-0.31	2.85
実施例 5		0.5	9				60	100	-0.23	2.02
比較例 1	—	0	—	—	—	—	99	-0.37	5.76	
比較例 2	MgO	0.5	9	溶解後	180	90	60	97	-0.15	3.17
比較例 3	Mg(OH) <sub>2</sub>	0.5	26	溶解時	—	160	10	99	-0.2	3.60

【0071】

10

20

30

40

## 【表 2】

	添加化合物	添加量 (g/L)	Mg 換算添加量 (mol/L)	添加時	溶解温度 (°C)	処理温度 (°C)	保持時間 (分)	液色		
								L	a	b
実施例 6	MgO	0.50	0.012	溶解時	-	160	10	100	-0.26	2.46
実施例 7		1.00	0.025					100	-0.24	2.25
実施例 8		0.50	0.012	溶解後	160	99		-0.32	2.93	
実施例 9		1.00	0.025			100		-0.28	2.45	
比較例 4	Mg(OH) <sub>2</sub>	0.72	0.012	溶解時	-	160	10	99	-0.28	3.60
比較例 5		1.45	0.025					99	-2.24	3.02
比較例 6		MgO	0.50	0.012	溶解後	160		110	99	-0.27
比較例 7	1.00		0.025	99			-0.24		3.03	

10

20

30

40

## 【0072】

(実施例 10)

Na<sub>2</sub>O濃度 145 g/L の苛性ソーダ水溶液 700 mL に粉末状粗水酸化アルミニウム (実施例 1 と同様のもの) を 165 g および粉末状 MgO (A) を 0.07 g 添加したスラリーを、オートクレーブに仕込み、昇温速度 4 / 分で 160 まで昇温させてから

50

10分間保持した。その後、水冷して液温を室温まで低下させた。得られたアルミン酸ソーダ水溶液をろ過した後、このアルミン酸ソーダ水溶液250gを41に加熱してオゾン濃度45g/m<sup>3</sup>のオゾン/酸素混合ガスを、流量0.5L/分で、高密度ポリエチレン製多孔質ボールフィルターを用いて3分間吹き込んで、脱色されたアルミン酸ソーダ水溶液を得た。得られたアルミン酸ソーダ水溶液の色を上記液色の測定方法に従って測定した結果を表3に示す。

【0073】

【表3】

	添加化合物	添加量 (g/L)	吹込オゾン濃度 (g/m <sup>3</sup> )	酸化時間 (分)	液色		
					L	a	b
実施例10	MgO	0.1	45	3	97	-0.2	0.67

10

【0074】

また、以上の実施例に示されるような、本発明の方法によって得られる脱色されたアルミン酸ソーダ水溶液を用いれば、通常の製法により、高い白色度を有する水酸化アルミニウムが得られることは明らかである。

20

【0075】

今回開示された実施の形態および実施例はすべての点で例示であって制限的なものではないと考えられるべきである。本発明の範囲は上記した説明ではなくて特許請求の範囲によって示され、特許請求の範囲と均等の意味および範囲内でのすべての変更が含まれることが意図される。

---

フロントページの続き

- (74)代理人 100124523  
弁理士 佐々木 真人
- (72)発明者 竹村 一樹  
東京都中央区新川二丁目27番1号 住友化学株式会社内
- (72)発明者 川村 祐介  
愛媛県新居浜市惣開町5番1号 住友化学株式会社内

審査官 横山 敏志

- (56)参考文献 特開昭54-163799(JP,A)  
特開2002-241128(JP,A)  
特開2004-203674(JP,A)  
特開昭59-102819(JP,A)  
米国特許第04915930(US,A)  
独国特許出願公開第02148604(DE,A1)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
- C01F1/00-17/00
  - CAplus(STN)
  - JSTPlus(JDreamII)
  - Science Direct
  - Scopus
  - WPI
  - CiNii