

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4195278号
(P4195278)

(45) 発行日 平成20年12月10日(2008.12.10)

(24) 登録日 平成20年10月3日(2008.10.3)

(51) Int. Cl. F I
CO1F 5/04 (2006.01) CO1F 5/04
BO1J 19/00 (2006.01) BO1J 19/00 N
F27B 19/04 (2006.01) F27B 19/04

請求項の数 3 (全 8 頁)

(21) 出願番号	特願2002-350424 (P2002-350424)	(73) 特許権者	000119988
(22) 出願日	平成14年12月2日(2002.12.2)		宇部マテリアルズ株式会社
(65) 公開番号	特開2004-182519 (P2004-182519A)		山口県宇部市大字小串1985番地
(43) 公開日	平成16年7月2日(2004.7.2)	(74) 代理人	100074675
審査請求日	平成17年7月21日(2005.7.21)		弁理士 柳川 泰男
		(72) 発明者	在田 洋
			山口県宇部市大字小串1985番地 宇部マテリアルズ株式会社内
		(72) 発明者	加藤 裕三
			山口県宇部市大字小串1985番地 宇部マテリアルズ株式会社内
		審査官	岡本 恵介

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 金属マグネシウム溶融蒸発装置、及びこれを用いた高純度酸化マグネシウム微粉末の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

上部に金属マグネシウムの導入口、そして側面下部に溶融マグネシウムの取出し口を備えた金属マグネシウムの溶融鍋、該溶融鍋の溶融マグネシウム取出し口に接続する耐熱性パイプ、そして該耐熱性パイプの他方の端部に接続する溶融マグネシウムの導入口を側面下部に備え、上部にはマグネシウム蒸気の吹き出し口を備えたマグネシウムの蒸発鍋からなり、該蒸発鍋の溶融マグネシウム導入口から底部までの距離が、該溶融鍋の溶融マグネシウム取出し口から底部までの距離よりも長いことを特徴とする金属マグネシウム溶融蒸発装置。

【請求項2】

上記蒸発鍋の底部に、開閉可能な溶融マグネシウムの排出口が設けられていることを特徴とする請求項1に記載の金属マグネシウム溶融蒸発装置。

【請求項3】

請求項1もしくは2に記載の金属マグネシウム溶融蒸発装置を用い、溶融鍋の金属マグネシウム導入口に金属マグネシウムを投入し、蒸発鍋のマグネシウム蒸気吹き出し口からマグネシウム蒸気を噴射させ、次いで該マグネシウム蒸気と酸素含有気体とを接触させることにより、マグネシウムを酸化して酸化マグネシウム微粉末を生成させる高純度酸化マグネシウム微粉末の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、高純度酸化マグネシウム微粉末の製造に有利に使用することができる金属マグネシウム溶融蒸発装置に関するものである。

【0002】**【従来の技術】**

高純度の酸化マグネシウム微粉末を製造する方法として、気相合成法が知られている。この気相合成法は、金属マグネシウムを加熱して、マグネシウム蒸気を発生させ、このマグネシウム蒸気と酸素含有気体とを互いに接触させることにより、マグネシウムを酸化して酸化マグネシウム微粉末を生成させる方法である。

【0003】

気相合成法により酸化マグネシウム微粉末を工業的に製造するには、長期間にわたって連続的にマグネシウム蒸気を生成することができる装置が必要となる。

【0004】

マグネシウム蒸気を連続的に生成するための装置としては、金属マグネシウムを加熱して溶融させるための金属マグネシウムの溶融鍋（溶解鍋ともいう）と、溶融マグネシウムを加熱して蒸発させるためのマグネシウムの蒸発鍋とを耐熱性パイプ（接続パイプともいう）で連結した構成の金属マグネシウム溶融蒸発装置が知られている（特許文献1を参照）。この金属マグネシウム溶融蒸発装置では、金属マグネシウムを溶融マグネシウムとして蒸発鍋に供給するので、蒸発鍋内の溶融マグネシウムの温度を高温に維持できるため、マグネシウム蒸気を効率よく連続的に生成することが可能となる。

【0005】**【特許文献1】**

特開平2-307822号公報

【0006】**【発明が解決しようとする課題】**

上記の金属マグネシウム溶融蒸発装置は、マグネシウム蒸気を効率よく連続的に生成するためには有用な装置といえることができる。しかしながら、上記の金属マグネシウム溶融蒸発装置を実際に用いて酸化マグネシウム微粉末を製造すると幾つかの問題があることが分かった。そのうちの一つに、その製造時間の経過とともに、製造される酸化マグネシウム微粉末に混入する重金属、特にマグネシウムよりも沸点の高い重金属（例：鉄、ニッケル、クロム）の量が増加する傾向にあるという問題がある。

【0007】

そこで、本発明者が上記の重金属の混入量が増加する原因を究明するために研究を行なった結果、その主な原因は、酸化マグネシウム微粉末の製造原料である金属マグネシウム中の高沸点重金属が徐々に金属マグネシウム溶融蒸発装置の蒸発鍋に蓄積され、その蓄積量の増加に従って、マグネシウム蒸気中に高沸点重金属が混入し易くなるためであることが判明した。従って、本発明の課題は、重金属の混入量の少ないマグネシウム蒸気を長期間にわたって生成することができる金属マグネシウム溶融蒸発装置を開発して、高純度の酸化マグネシウム微粉末を長期間にわたって連続的に製造することのできる技術を提供することにある。

【0008】**【課題を解決するための手段】**

本発明は、上部に金属マグネシウムの導入口、そして側面下部に溶融マグネシウムの取出し口を備えた金属マグネシウムの溶融鍋、該溶融鍋の溶融マグネシウム取出し口に接続する耐熱性パイプ、そして該耐熱性パイプの他方の端部に接続する溶融マグネシウムの導入口を側面下部に備え、上部にはマグネシウム蒸気の吹き出し口を備えたマグネシウムの蒸発鍋からなり、該蒸発鍋の溶融マグネシウム導入口から底部までの距離が、該溶融鍋の溶融マグネシウム取出し口から底部までの距離よりも長いことを特徴とする金属マグネシウム溶融蒸発装置にある。

【0009】

上記本発明の金属マグネシウム溶融蒸発装置において、蒸発鍋の底部には、開閉可能な溶融マグネシウムの排出口が設けられていることが好ましい。

【0010】

本発明はさらに、上記の金属マグネシウム溶融蒸発装置を用い、溶融鍋の金属マグネシウム導入口に金属マグネシウムを投入し、蒸発鍋のマグネシウム蒸気取り出し口からマグネシウム蒸気を噴射させ、次いで該マグネシウム蒸気と酸素含有気体とを接触させることにより、マグネシウムを酸化して酸化マグネシウム微粉末を生成させる高純度酸化マグネシウム微粉末の製造方法にもある。

【0011】

【発明の実施の形態】

本発明の金属マグネシウム溶融蒸発装置、及びその装置を用いた高純度酸化マグネシウム微粉末の製造方法について、添付図面を参照しながら説明する。

【0012】

図1は、本発明に従う金属マグネシウム溶融蒸発装置の一例を示す図である。図1の金属マグネシウム溶融蒸発装置10は、金属マグネシウムの導入口11と金属マグネシウムの酸化を防止するための酸化防止ガスの導入口12とを備えた蓋部13、及び側面下部に溶融マグネシウムの取出口14を備えた鍋部15からなる金属マグネシウムの溶融鍋16、溶融鍋の溶融マグネシウム取出口14に接続する耐熱性パイプ17、そして耐熱性パイプ17の他方の端部に接続する溶融マグネシウムの導入口18を側面下部に備えた鍋部19、及びマグネシウム蒸気の吹き出し口20と不活性ガス導入口21とを備えた蓋部22からなるマグネシウムの蒸発鍋23からなり、蒸発鍋23の溶融マグネシウム導入口から底部までの距離(L_2)は、溶融鍋16の溶融マグネシウム取出口から底部までの距離(L_1)よりも長くなっている。ここで、蒸発鍋の溶融マグネシウム導入口から底部までの距離(L_2)は、溶融マグネシウム導入口の中心から水平方向に延長した破線Aと蒸発鍋の最も深い部分との間の距離を意味する。また、溶融鍋16の溶融マグネシウム取出口から底部までの距離(L_1)は、溶融マグネシウム取出口の中心から水平方向に延長した破線Bと溶融鍋の最も深い部分との間の距離を意味する。

【0013】

蒸発鍋23に蓄積する高沸点重金属は、一般にマグネシウムよりも比重が大きい。このため、高沸点重金属は、蒸発鍋23の底部側に主に滞留する傾向にある。従って、蒸発鍋23の溶融マグネシウム導入口18から底部までの距離(L_1)を、溶融鍋16の溶融マグネシウム取出口14から底部までの距離(L_2)よりも長くすることによって、蒸発鍋23の底部側に滞留させることのできる高沸点重金属の量が増え、マグネシウム蒸気に混入する重金属量を長期間にわたって少なくすることができる。

【0014】

蒸発鍋23の溶融マグネシウム導入口から底部までの距離(L_2)は、溶融鍋16の溶融マグネシウム取出口から底部までの距離(L_1)の1.2~1.8倍の範囲とすることが好ましい。

【0015】

溶融鍋16及び蒸発鍋23の形状に特には制限はないが、溶融鍋16は平底とすることが好ましく、蒸発鍋23は丸底とすることが好ましい。また、溶融鍋16の断面形状は矩形とすることが好ましく、蒸発鍋23の断面形状は丸形とすることが好ましい。

【0016】

溶融鍋16及び蒸発鍋23のサイズは、溶融鍋と蒸発鍋の断面積比(溶融鍋断面積/蒸発鍋断面積)が1以上、特に2~8の範囲とするのが好ましい。耐熱性パイプ17のサイズは、その断面積が蒸発鍋23の横断面積の1/10~1/25の範囲とすることが好ましい。

【0017】

図2は、金属マグネシウム溶融蒸発装置の別の一例を示す図である。図2の金属マグネシウム溶融蒸発装置30は、金属マグネシウムの導入口31と金属マグネシウムの酸化を

10

20

30

40

50

防止するための酸化防止ガスの導入口 3 2 とを備えた蓋部 3 3、及び側面下部に溶融マグネシウムの取出口 3 4 を備えた鍋部 3 5 からなる金属マグネシウムの溶融鍋 3 6、溶融鍋の溶融マグネシウム取出口 3 4 に接続する耐熱性パイプ 3 7、そして耐熱性パイプ 3 7 の他方の端部に接続する溶融マグネシウムの導入口 3 8 を側面下部に備えた鍋部 3 9、及びマグネシウム蒸気の吹き出し口 4 0 と不活性ガス導入口 4 1 とを備えた蓋部 4 2 からなるマグネシウムの蒸発鍋 4 3 からなり、蒸発鍋 4 3 の底部に、バルブ 4 4 により開閉可能な溶融マグネシウムの排出口 4 5 が設けられている。

【 0 0 1 8 】

図 2 の金属マグネシウム溶融蒸発装置では、蒸発鍋 4 3 の底部側に滞留する高沸点重金属を溶融マグネシウムと共に間欠もしくは連続的に外部に抜き取ることができるので、マグネシウム蒸気に混入する重金属量を長期間にわたって少なくすることができる。

10

【 0 0 1 9 】

次に、本発明の酸化マグネシウム微粉末の製造方法について説明する。

図 3 は、本発明に従う金属マグネシウム溶融蒸発装置を用いた酸化マグネシウム微粉末の製造装置の一例を示す図である。

図 3 において、酸化マグネシウム微粉末製造装置は、図 1 に示した金属マグネシウム溶融蒸発装置 1 0、マグネシウム酸化装置 5 0、熱交換機 5 1、バグフィルター 5 2、そしてホッパー 5 3 から構成されている。

【 0 0 2 0 】

原料となる金属マグネシウム 5 4 は、金属マグネシウム溶融蒸発装置 1 0 の溶融鍋の金属マグネシウム導入口 1 1 から投入され、その溶融鍋 1 6 にて、マグネシウムの溶融温度に加熱されて溶融マグネシウム 5 5 となる。溶融マグネシウム 5 5 は耐熱性パイプ 1 7 を通って蒸発鍋 2 3 に貯留され、その蒸発鍋にてさらにマグネシウムの沸点以上の温度に加熱されてマグネシウム蒸気が生成する。

20

【 0 0 2 1 】

マグネシウム蒸気を生成する際には、溶融鍋 1 6 の内部には酸化防止ガス導入口 1 2 から酸化防止ガスを、蒸発鍋 2 3 の内部には不活性ガス導入口 2 1 から不活性ガスをそれぞれ供給する。

【 0 0 2 2 】

酸化防止ガスとしては、六フッ化硫黄ガス、二酸化炭素ガス、ネオンガス、アルゴンガス、クリプトンガス、キセノンガス、及びラドンガスを用いることができる。これらのガスの中でも、六フッ化硫黄ガスが特に好ましい。

30

【 0 0 2 3 】

不活性ガスとしては、ヘリウムガス、ネオンガス、アルゴンガス、クリプトンガス、キセノンガス、及びラドンガスを用いることができる。これらのガスの中でも、アルゴンガスが特に好ましい。

【 0 0 2 4 】

マグネシウム蒸気は、蒸発鍋の不活性ガス導入口 2 1 から導入された不活性ガスと共に、蒸発鍋のマグネシウム蒸気吹き出し口 2 0 を通って、マグネシウム酸化装置 5 0 のマグネシウム蒸気噴射口 6 1 に送られる。マグネシウム酸化装置 5 0 には、アルゴンガスなどの不活性ガスで分圧を調整した酸素含有気体が酸素含有気体導入管 6 2 から導入される。このマグネシウム蒸気と酸素含有気体とを互いに接触させることにより、マグネシウムは酸化され酸化マグネシウム微粉末 5 6 となる。

40

【 0 0 2 5 】

マグネシウム酸化装置 5 0 は、マグネシウム蒸気と酸素含有気体とが略垂直に接触するように、マグネシウム蒸気噴射口 6 1 は底部に、酸素含有気体の導入管 6 2 は側部に配置されている。酸化マグネシウム微粉末取り出し口 6 3 は、酸化マグネシウム微粉末 5 6 をマグネシウム蒸気と共に導入された不活性ガスの流れにのせて取り出せるように、マグネシウム蒸気噴射口 6 1 の垂直上方に設けられている。

【 0 0 2 6 】

50

マグネシウム酸化装置 50 の内部温度（すなわち、マグネシウムの酸化反応温度）は 1200 ~ 2000 とすることが好ましいが、マグネシウムの酸化反応は発熱反応であるため、酸化マグネシウム微粉末の生成に伴ってマグネシウム酸化装置の内部温度は上昇する傾向にある。このため、図 3 のマグネシウム酸化装置 50 では、冷却用空気導入口 64 と冷却用空気排気口 65 とを備えた冷却用外管 66 で部分的に覆われており、冷却用空気導入口 64 に冷却用空気を導入することにより、マグネシウム酸化装置 50 の内部温度を調整できるようにされている。

【0027】

マグネシウム酸化装置 50 にて生成する酸化マグネシウム微粉末の粒子径は、マグネシウム酸化装置内に導入されるマグネシウム蒸気と不活性ガスとの割合及びその導入速度、あるいはマグネシウム酸化装置内に導入される酸素含有気体の酸素濃度及びその導入速度により調整することができる。

10

【0028】

図 3 のマグネシウム酸化装置 50 のように、底部にマグネシウム蒸気噴射口 61 が配置されているマグネシウム酸化装置では、マグネシウム蒸気噴射口 61 の周囲に金属マグネシウムやマグネシウム化合物（例：酸化マグネシウム）が堆積して、マグネシウム蒸気の導入量の変動することがある。このため、マグネシウム酸化装置 50 では、側部に内部観察用窓 67 を備え、かつその底部に平行に、マグネシウム蒸気噴射口 61 に堆積する酸化マグネシウムを削り取る研削装置 68 が付設されている。

【0029】

20

研削装置 68 は、先端に研削板 69 を備えたアーム 70 と、そのアームをマグネシウム酸化装置の底部に平行に出し引きするためのシリンダ 71 とから構成されている。なお、図 3 のマグネシウム酸化装置では、内部観察用窓 67 と研削装置 68 とが、それぞれ中空の筐体 72 に一体的に組み込まれて配置されているが、内部観察用窓及び研削装置の配置には特に制限はない。研削装置 68 のアーム 70 の作動速度は、内部観察用窓 67 にて観察された金属マグネシウムやマグネシウム化合物の堆積状態を考慮して適宜調整する。この研削装置 68 により削り取られた金属マグネシウムやマグネシウム化合物は、マグネシウム酸化装置の側部に備えられた開口部（掃除用窓）73 により、外部に取り出せるようになっている。

【0030】

30

マグネシウム酸化装置 50 にて生成した酸化マグネシウム微粉末は、酸化マグネシウム微粉末取り出し口 63 を通って熱交換機 51 に送られる。熱交換機 51 にて冷却された酸化マグネシウム微粉末はバグフィルター 52 にて回収され、ホッパー 53 に一旦貯蔵される。

【0031】

気相合成により生成される酸化マグネシウム微粉末は、活性が高いため空気に接触すると空気中の二酸化炭素や水蒸気を吸着することがある。このため、ホッパーに貯蔵されている酸化マグネシウム微粉末は、その出荷の前に 500 ~ 1100 の温度で再焼成することが好ましい。

【0032】

40

【発明の効果】

本発明の金属マグネシウム熔融蒸発装置では、長期間にわたって金属の混入量の少ないマグネシウム蒸気を生成することができる。従って、本発明の金属マグネシウム熔融蒸発装置を酸化マグネシウム微粉末の製造に用いることにより、高純度の酸化マグネシウム微粉末を長期間にわたって連続的に製造することができる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】 本発明に従う金属マグネシウム熔融蒸発装置の構成の例を示す図である。

【図 2】 金属マグネシウム熔融蒸発装置の構成の別の例を示す図である。

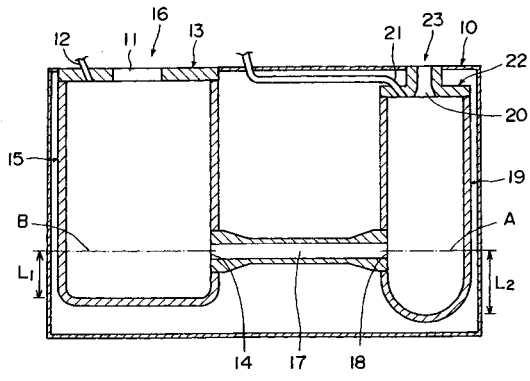
【図 3】 金属マグネシウム熔融蒸発装置を用いた酸化マグネシウム微粉末の製造装置の構成の例を示す図である。

50

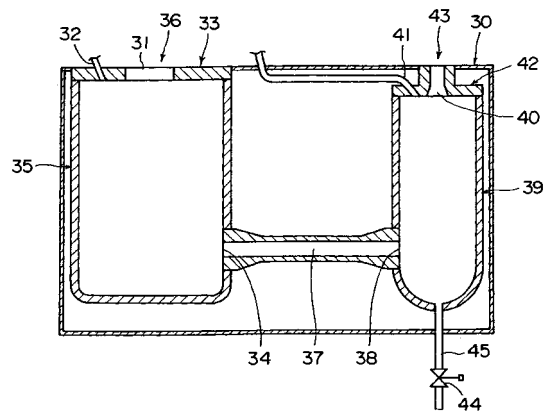
【符号の説明】

10、30	金属マグネシウム溶融蒸発装置	
11、31	金属マグネシウム導入口	
12、32	<u>酸化防止</u> ガス導入口	
13、33	蓋部	
14、34	溶融マグネシウム取出し口	
15、35	鍋部	
16、36	溶融鍋	
17、37	耐熱性パイプ	
18、38	溶融マグネシウム導入口	10
19、39	鍋部	
20、40	マグネシウム蒸気吹き出し口	
21、41	不活性ガス導入口	
22、42	蓋部	
23、43	蒸発鍋	
44	バルブ	
45	溶融マグネシウム排出口	
50	マグネシウム酸化装置	
51	熱交換機	
52	バグフィルター	20
53	ホッパー	
54	金属マグネシウム	
55	溶融マグネシウム	
56	酸化マグネシウム微粉末	
61	マグネシウム蒸気噴射口	
62	酸素含有気体導入管	
63	酸化マグネシウム微粉末取り出し口	
64	冷却用空気導入口	
65	<u>冷却用</u> 空気排気口	
66	冷却用外管	30
67	内部観察用窓	
68	研削装置	
69	研削板	
70	アーム	
71	シリンダ	
72	筐体	
73	開口部（掃除用窓）	

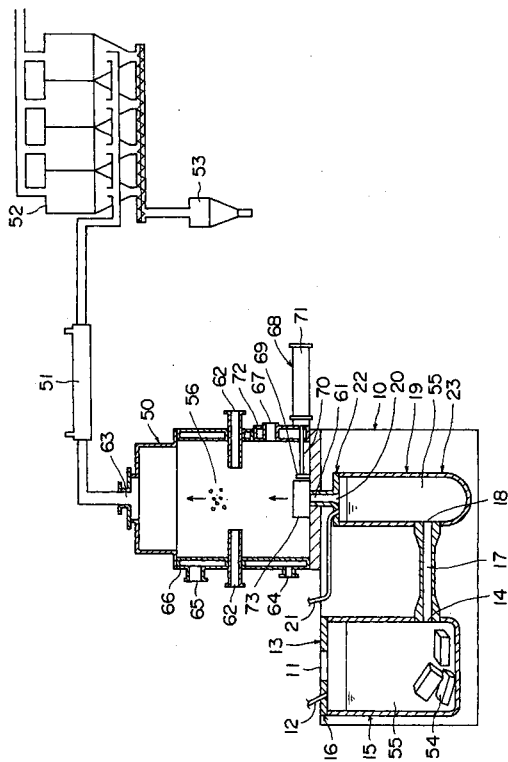
【図1】



【図2】



【図3】



フロントページの続き

- (56)参考文献 特開平07-101722(JP,A)
特開平03-275506(JP,A)
特開平02-307822(JP,A)
特開昭62-105920(JP,A)
特開昭61-291406(JP,A)
特開昭61-122106(JP,A)
特開昭61-161327(JP,A)
特開昭59-213619(JP,A)
特開2001-012719(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C01F 1/00-17/00
B01J 19/00
F27B 19/04