明　細　書

発明の名称 ： 高吸油量炭酸水素ナトリウム粉末

技術分野

[0001]　本発明は、高吸油量炭酸水素ナトリウム粉末に関する。

本願は、２０２４年３月１４日に、日本に出願された特願２０２４－０４０３５６号に基づき優先権を主張し、その内容をここに援用する。

背景技術

[0002]　炭酸水素ナトリウムは、食品用、飼料用、消臭剤用、医薬品用、焼却排ガス処理用等の幅広い分野で使用されている。これらの炭酸水素ナトリウムは粉体として取り扱われているが、保管時に固結しやすいという問題があった。固結が起こると、搬送中のタンクや保管しているサイロ等からの取り出し、計量等の作業に支障が生じる。そのため、炭酸水素ナトリウム粉末の固結を防止する方法が提案されてきた。

[0003]　特許文献１には、炭酸水素ナトリウム粒子表面に存在する炭酸ナトリウム分の一部または全部がセスキ炭酸ナトリウムである、耐固結性の炭酸水素ナトリウムが開示されており、炭酸水素ナトリウム粒子を相対湿度５０～９０％、温度２０～７０℃で処理することにより、このような炭酸水素ナトリウムを得ている。

先行技術文献

特許文献

[0004] 特許文献1：特開２００３－１０４７２２号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0005]　特許文献１では、一旦得られた重曹粒子の表面組成を変えることによって耐固結性の重曹を得ている。しかし、炭酸水素ナトリウムをセスキ炭酸ナトリウムとするには、高湿度で長時間の処理が必要であるが、高温・高湿度で長時間処理しすぎると粒子表面の全部が炭酸ナトリウムとなって化学的性質

が変わってしまうという問題があった。

更には、特許文献１の耐固結性重曹でも耐固結性（耐湿性）の改善は未だ充分ではなかった。

本発明は、上記事情に鑑みてなされたものであって、耐湿性と消臭性に優れた炭酸水素ナトリウム粉末を提供することを課題とする。

課題を解決するための手段

[0006] 本発明者らは鋭意検討した結果、炭酸水素ナトリウム粉末の吸油量又は見掛け密度を調整することにより、上記課題を解決できることを見出し、本発明を完成させるに至った。本発明は、以下に記載される態様を包含する。

［１］　吸油量が４０ｍＬ／１００ｇ以上である炭酸水素ナトリウム粉末。

［２］　（２１０）面の結晶子サイズが７５ｎｍ以下、かつ、（１２１）面の結晶子サイズが７０ｎｍ以下である［１］に記載の炭酸水素ナトリウム粉末。

［３］　（２１０）面の結晶子サイズ（Ｄ２１０）と（１２１）面の結晶子サイズ（Ｄ１２１）との比（Ｄ２１０／Ｄ１２１）が、０．６０～１．００である［１］又は［２］に記載の炭酸水素ナトリウム粉末。

［４］　見掛け密度が０．３２ｇ／ｍＬ以下である炭酸水素ナトリウム粉末。

［５］　（２１０）面の結晶子サイズが７５ｎｍ以下、かつ、（１２１）面の結晶子サイズが７０ｎｍ以下である［４］に記載の炭酸水素ナトリウム粉末。

［６］　（２１０）面の結晶子サイズ（Ｄ２１０）と（１２１）面の結晶子サイズ（Ｄ１２１）との比（Ｄ２１０／Ｄ１２１）が、０．６０～１．００である［４］又は［５］に記載の炭酸水素ナトリウム粉末。

［７］　二酸化炭素を含むガスのファインバブルを、水酸化ナトリウムの水溶液または炭酸ナトリウムの水溶液に供給して炭酸水素ナトリウムを得る、炭酸水素ナトリウムの製造方法。

［８］　炭酸水素ナトリウムの水溶液をスプレードライヤーで噴霧して、炭

酸水素ナトリウムを得る、炭酸水素ナトリウムの製造方法。

［９］　吸油量が４０ｍＬ／１００ｇ以上であり、かつ、見掛け密度が０．３２ｇ／ｍＬ以下である炭酸水素ナトリウム粉末。

［１０］　（２１０）面の結晶子サイズが７５ｎｍ以下、かつ、（１２１）面の結晶子サイズが７０ｎｍ以下である［９］に記載の炭酸水素ナトリウム粉末。

［１１］　（２１０）面の結晶子サイズ（Ｄ２１０）と（１２１）面の結晶子サイズ（Ｄ１２１）との比（Ｄ２１０／Ｄ１２１）が、０．６０～１．００である［９］又は［１０］に記載の炭酸水素ナトリウム粉末。

［１２］　吸油量が１００ｍＬ／１００ｇ以上である［１］～［６］、［１０］及び［１１］のいずれかに記載の炭酸水素ナトリウム粉末。

［１３］　見掛け密度が０．１０ｇ／ｍＬ以下である［１］～［６］、［１０］及び［１１］のいずれかに記載の炭酸水素ナトリウム粉末。

［１４］　平均粒子径（ｄ５０）が１２μｍ～５０μｍである［１］～［６］、［１０］～［１３］のいずれかに記載の炭酸水素ナトリウム粉末。

［１５］　（２１０）面の結晶子サイズが６０ｎｍ以下又は４５ｎｍ以下、かつ、（１２１）面の結晶子サイズが５５ｎｍ以下である［１］～［６］、［１０］～［１４］のいずれかに記載の炭酸水素ナトリウム粉末。

発明の効果

[0007]　本発明によれば、簡便な方法で製造することができ、かつ、耐湿性と消臭性に優れた炭酸水素ナトリウム粉末を提供することができる。

図面の簡単な説明

[0008] [図1]本発明の炭酸水素ナトリウム粉末を製造するための装置の一例を示す模式図である。

[図2]本発明の炭酸水素ナトリウム粉末を製造するための装置の他の一例を示す模式図である。

[図3]本発明の炭酸水素ナトリウム粉末を製造するための装置の更に他の一例を示す模式図である。

[図4-1]実施例における耐湿性試験方法の手順を説明するための図である。

[図4-2]実施例における耐湿性試験方法の手順を説明するための図である。

発明を実施するための形態

[0009] 本明細書において、「～」で表される数値範囲は、～の前後の数値を下限値及び上限値とする数値範囲を意味する。

[0010] 以下、本発明について説明するが、以下の説明における例示によって本発明は限定されない。

《炭酸水素ナトリウム粉末》

本実施形態の炭酸水素ナトリウム粉末は、吸油量が４０ｍＬ／１００ｇ以上又は見掛け密度が０．３２ｇ／ｍＬ以下である。吸油量が４０ｍＬ／１００ｇ以上であり、かつ、見掛け密度が０．３２ｇ／ｍＬ以下であることも本実施形態の好ましい１例である。

＜吸油量＞

前記吸油量は、６０ｍＬ／１００ｇ以上であることが好ましく、１００ｍＬ／１００ｇ以上であることがより好ましい。吸油量が前記下限値以上であることにより、耐湿性と消臭性に優れた炭酸水素ナトリウム粉末が得られる。吸油量の上限値は限定されないが、通常は２００ｍＬ／１００ｇ以下とすれば良い。

尚、前記吸油量は、ＪＩＳ　Ｋ５１０１－１３－１に準じて測定される値である。

[0011] ＜見掛け密度＞

前記見掛け密度は、０．２５ｇ／ｍＬ以下であることが好ましく、０．１０ｇ／ｍＬ以下であることがより好ましい。見掛け密度が前記上限値以下であることにより、耐湿性と消臭性に優れた炭酸水素ナトリウム粉末が得られる。見掛け密度の下限値は限定されないが、通常は０．０４ｇ／ｍＬ以上とすれば良い。

尚、前記見掛け密度は、ＪＩＳ　Ｋ５１０１－１２－１の規定に従う見掛け密度測定器を用いて測定される値である。

[0012] ＜結晶子サイズ＞

本実施形態の炭酸水素ナトリウム粉末は、（２１０）面の結晶子サイズが７５ｎｍ以下、かつ（１２１）面の結晶子サイズが７０ｎｍ以下であることが好ましい。

前記（２１０）面の結晶子サイズは、６０ｎｍ以下であることがより好ましく、４５ｎｍ以下であることが更に好ましい。（２１０）面の結晶子サイズが前記上限値以下であることにより、炭酸水素ナトリウム粉末の耐湿性と消臭性をより向上させることができる。（２１０）面の結晶子サイズの下限値は特に制限されないが、通常は２０ｎｍ以上とすればよい。

前記（１２１）面の結晶子サイズは、５５ｎｍ以下であることがより好ましく、４０ｎｍ以下であることが更に好ましい。（１２１）面の結晶子サイズが前記上限値以下であることにより、炭酸水素ナトリウム粉末の耐湿性と消臭性をより向上させることができる。（１２１）面の結晶子サイズの下限値は特に制限されないが、通常は１５ｎｍ以上とすればよい。

また、（２１０）面の結晶子サイズ（Ｄ２１０）と（１２１）面の結晶子サイズ（Ｄ１２１）との比（Ｄ２１０／Ｄ１２１）が、０．６０～１．００であることが好ましく、０．７０～０．９０であることがより好ましい。この比（Ｄ２１０／Ｄ１２１）が上記範囲内であると、炭酸水素ナトリウム粉末の耐湿性と消臭性を更に向上させることができる。　前記（２１０）面の結晶子サイズ及び（１２１）面の結晶子サイズは、Ｘ線回折パターンの$NaHCO_3$に由来するピークの内、他ピークとの重複が無く、かつ比較的相対強度の大きいピークとして、（２１０）面と（１２１面）による回折ピークを選び、以下のＳｃｈｅｒｒｅｒの式を用いてそれぞれの結晶面に対する結晶子サイズを求める。

$D = K\lambda / \{(B - B_0)\cos\theta\}$

ここで、Ｄは結晶子サイズ（ｎｍ）、ＫはＳｃｈｅｒｒｅｒ定数で０．８９を用いる。λはＸ線の波長（ｎｍ）であり、Ｃｕ－Ｋα線の０．１５４２ｎｍを用いる。Ｂは各回折ピークの半値全幅（ｒａｄ）、B_0は装置関数であ

り、結晶子サイズが１μｍ以上のα－アルミナ焼結体を測定して得られたピークの半値全幅（ｒａｄ）を用いる。θは各回折ピークの回折角（ｒａｄ）である。

尚、前記半値全幅（ｒａｄ）は０．２～０．３であることが好ましい。

[0013] ＜炭酸水素ナトリウム粉末のｄ５０＞

本実施形態の炭酸水素ナトリウム粉末の平均粒子径（ｄ５０）は、１μｍ～１００μｍであることが好ましく、５μｍ～５０μｍであることがより好ましく、１２μｍ～５０μｍであることがさらに好ましい。平均粒子径が前記範囲内であると、炭酸水素ナトリウム粉末の耐湿性と消臭性の向上がより容易になる。

炭酸水素ナトリウム粉末のｄ５０は、レーザー回折・散乱法により求められる体積基準累積５０％径（メジアン径）である。すなわち、レーザー回折・散乱法により粒度分布を測定し、粒子の集団の全体積を１００％として累積カーブを求め、その累積カーブ上で累積体積が５０％となる点の粒子径である。

[0014] ≪炭酸水素ナトリウム粉末の製造方法≫

本発明の炭酸水素ナトリウム粉末は、例えば、以下に説明する２通りの方法で得ることができる。

＜第１の方法＞

第１の方法は、水酸化ナトリウムの水溶液に二酸化炭素を含むガスの気泡を供給して炭酸化及び炭酸水素化を行い、炭酸水素ナトリウムを得る方法である。前記気泡は後述するファインバブルであることが好ましい。即ち、二酸化炭素を含むガスのファインバブルを作り、これを水酸化ナトリウムの水溶液または炭酸ナトリウムの水溶液に供給することが好ましい。

前記水溶液における水酸化ナトリウムの濃度は、水酸化ナトリウムの飽和濃度以下であれば特に制限はないが、４～２０％が好ましく、８～１５％がより好ましい。この濃度が、上記下限値以上であれば、炭酸化及び炭酸水素化によって得られる炭酸水素ナトリウム水溶液が過飽和となり、炭酸水素ナ

トリウムが析出して炭酸水素ナトリウムスラリーとなり、その後の濾過と乾燥によって炭酸水素ナトリウム粉末が得られるので好ましい。上記上限値以下であれば、炭酸水素ナトリウムスラリーの粘度が高すぎず取扱いしやすいという利点がある。

ファインバブルとは、直径１～１００μｍのマイクロバブルと直径１μｍ未満のナノバブルの総称である。水中にマイクロバブルが多数生じると白濁現象となって現れる。一方、ナノバブルは非常に小さいために水は透明を保ったままである。二酸化炭素を含むガスをファインバブル化することによって、水酸化ナトリウムの水溶液または炭酸ナトリウムの水溶液との気液界面が大きくなり、二酸化炭素の溶解速度を速くする事ことができ、供給された二酸化炭素のほぼ全量が水酸化ナトリウムまたは炭酸ナトリウムと反応できることにより、二酸化炭素をロス無く反応させることができ、炭酸水素ナトリウムの晶析を非常に高速で行うことができるのである。炭酸水素ナトリウムの晶析を非常に高速で行うことにより、炭酸水素ナトリウムの微結晶が析出し、吸油量が大きく、見掛け密度が小さい炭酸水素ナトリウム粉末が得られる。

[0015] このようなファインバブルを作る装置としては特に限定されず、次のようなものが挙げられる。

（例１）加圧ポンプの吸入側にガスを供給し、加圧ポンプ内で高速回転するミキシングブレードによって吸入したガスをファインバブル化する装置。具体例として、（株）ニクニ製の「渦流ターボミキサーポンプ」（商品名）が挙げられる。

（例２）液体の流れにベンチュリー効果（加圧した液体の流路を狭めて流速を増加させて圧力の低い部分を作ること）によって圧力の低い部分を作り、その部分にガスを供給してファインバブル化する装置。具体例として、エンバイロビジョン（株）製の「ＹＪノズル」（商品名）や、ウオーターナビ（株）製の「アクアトランスファノズル」（商品名）が挙げられる。

（例３）高速回転するディスクから水を放射状に噴出させることによって中

心部に負圧部を作り、ガスを吸引してファインバブル化する装置。具体例として、ウオーターナビ（株）製の「スピノール」（商品名）が挙げられる。

[0016] 二酸化炭素を含むガスのファインバブルを供給する際の水酸化ナトリウムの水溶液または炭酸ナトリウムの水溶液の温度としては特に限定されず、０℃～８０℃であることが好ましい。温度が低いほど水酸化ナトリウムの水溶液または炭酸ナトリウムの水溶液に対する二酸化炭素の溶解度が大きくなるが、０℃以上であると凍結の恐れがないので好ましい。一方、温度が高いほど水酸化ナトリウムの水溶液または炭酸ナトリウムの水溶液に対する二酸化炭素の溶解度が小さくなり、８０℃以下であるとアルカリ金属の炭酸塩の生成速度が遅くなりにくいので好ましい。上記水溶液の温度は、より好ましくは２０～６０℃、更に好ましくは３０～５０℃である。

[0017] 二酸化炭素を含むガスとは、二酸化炭素の濃度が１０体積％以上であれば特に限定されず、燃焼炉の排ガス、ガラス溶融炉の排ガス、炭酸塩の中和によって発生するガス等の二酸化炭素と空気や窒素ガスとの混合ガスに限らず、高純度の二酸化炭素ガス等が挙げられる。二酸化炭素濃度の好ましい範囲は３０体積％以上、より好ましくは５０体積％以上である。

[0018] また、前記二酸化炭素を含むガスの気泡は、ｄ５０が１００μｍ以下であり、かつ、ｄ９０が１５０μｍ以下であることが好ましい。このような大きさの気泡は、公知のファインバブル調整法の条件を適宜調整することにより得ることができる。

前記気泡の大きさは、例えば、メトラー・トレド（株）製のＦＢＲＭ（収束ビーム反射測定法）による粒度分析装置（商品名：Ｐａｒｔｉｃｌｅ　Ｔｒａｃｋ）を用いて測定することができる。本明細書において、前記気泡の大きさの分布は、気泡の大きさに対する気泡の体積の累積分布曲線における１０％径（ｄ１０）、５０％径（メジアン径、ｄ５０）、９０％径（ｄ９０）で表す。

なお、本発明の効果をより確実にする観点からは、ｄ５０は５０～９０μｍが好ましく、６０～８０μｍがより好ましく、ｄ９０は１００～１５０μ

ｍが好ましく、１００～１３０μｍがより好ましい。

二酸化炭素を含むガスの気泡の大きさをこのような範囲に調整することにより、二酸化炭素の溶解速度を速くすることができ、炭酸水素ナトリウムの晶析を非常に高速で行うことができるので、炭酸水素ナトリウムの微結晶が析出し、吸油量が大きく、見掛け密度が小さい炭酸水素ナトリウム粉末が得られる。炭酸ナトリウム水溶液から炭酸水素ナトリウムの晶析に要する時間の好ましい範囲は１２時間以下、より好ましい範囲は６時間以下、更に好ましくは３時間以下である。

[0019] 以上のように、水酸化ナトリウムの水溶液または炭酸ナトリウムの水溶液に二酸化炭素を含むガスのファインバブルを供給することによって、炭酸水素ナトリウムのスラリーが得られる。次いで、このスラリーを遠心脱水機等の濾過機によって濾過して炭酸水素ナトリウムのケーキとし、このケーキを乾燥し、粉砕することによって炭酸水素ナトリウム粉末が得られる。

[0020] 以下、図１及び図２に参照して、第１の方法を説明するが、これは例示に過ぎず、この例示によって本発明は限定されない。

図１は、本発明の炭酸水素ナトリウム粉末を製造するため装置（以下、「炭酸水素ナトリウム粉末製造装置」と称することもある。）であって、第１の方法の実施に用いることができる装置の一例（以下、「第１の態様の装置」と称することもある。）を示す模式図である。図１に例示する炭酸水素ナトリウム粉末製造装置１００は、二酸化炭素を含むガスのファインバブルを作る装置として、（株）ニクニ製の「渦流ターボミキサーポンプ」（商品名）を用いて、炭酸ナトリウムの水溶液から炭酸水素ナトリウムを析出させる装置であるが、この例示によって本発明は限定されない。

[0021] 炭酸水素ナトリウム粉末製造装置１００は、晶析槽１を備え、晶析槽１には撹拌装置２が設けられている。晶析槽１内の液３は、当初は炭酸ナトリウム水溶液であり、この炭酸ナトリウム水溶液を渦流ターボミキサーポンプ４を用いて循環配管５を介して晶析槽１で循環させつつ、渦流ターボミキサーポンプ４の吸入側に二酸化炭素を含むガス供給配管６を通じて二酸化炭素を

ファインバブル化して導入する。二酸化炭素を含むガスが導入されるにつれて、晶析槽内の液３はｐＨが低下し、炭酸水素ナトリウムが析出して白濁するようになる。最終的に晶析槽内の液３のｐＨが８．５以下となったところで、二酸化炭素を含むガスの供給を止め、炭酸水素ナトリウムスラリーが得られる。得られた炭酸水素ナトリウムスラリーを送り配管７を通じて遠心脱水機８に送り、遠心脱水すると炭酸水素ナトリウムのケーキ１０が得られ、残りは濾液９となる。炭酸水素ナトリウムのケーキ１０を乾燥設備１１で乾燥すると、炭酸水素ナトリウム粉末１２が得られる。

[0022] 図２は、第１の方法の実施に用いることができる装置の他の一例（以下、「第２の態様の装置」と称することもある。）を示す模式図である。図２に例示する炭酸水素ナトリウム粉末製造装置２００は、二酸化炭素を含むガスのファインバブルを作る装置として、エンバイロビジョン（株）製の「ＹＪノズル」（商品名）を用いて、炭酸ナトリウムの水溶液から炭酸水素ナトリウムを析出させる装置であるが、この例示によって本発明は限定されない。

[0023] 第２の態様の装置は、第１の態様の装置に比して、二酸化炭素を含むガスのファインバブルを作る装置として、渦流ターボミキサーポンプの代わりに、ＹＪノズルを用いたものである。晶析槽１内の液３をマグネットポンプ１３でＹＪノズル１４に供給する。二酸化炭素を含むガスは供給配管６によってＹＪノズル１４の中央部へ供給され、ＹＪノズル内でファインバブル化される。これによって、第１の態様の装置と同様に、晶析槽１内に炭酸水素ナトリウムスラリーが得られる。

[0024] ＜第２の方法＞

本発明の炭酸水素ナトリウム粉末を得るための第２の方法は、炭酸水素ナトリウムの水溶液をスプレードライヤーで噴霧して炭酸水素ナトリウムの粉末を得る方法である。

スプレードライヤーで噴霧する際の条件としては、例えば、次のような条件を採用することができる：空気の入口温度が一般的には１００～２００℃、好ましくは１１０～１５０℃；空気の出口温度が一般的には６０～１５０

℃、好ましくは８０～１３０℃;噴霧空気圧力が一般的には０．４～１．０ＭＰａ、好ましくは０．５～０．８ＭＰａ ;空気量が一般的には３～２０Ｌ／min、好ましくは６～１５Ｌ／min。

空気の入口温度が上記下限以上であれば、炭酸水素ナトリウムの水溶液から水を充分除去することができ、炭酸水素ナトリウムの粉末が析出しないことや、得られた炭酸水素ナトリウム粉末が湿ってしまうことを防ぐことが出来るので好ましい。空気の入口温度が上記上限以下であれば、炭酸水素ナトリウムが熱分解することを防げるので好ましい。

[0025] 以下、図３に参照して、第２の方法を説明するが、これは例示に過ぎず、この例示によって本発明は限定されない。

図３は、第２の方法において用いられる炭酸水素ナトリウム粉末製造装置の一例（以下、「第３の態様の装置」と称することもある。）を示す模式図である。図３に例示する炭酸水素ナトリウム粉末製造装置３００は、炭酸水素ナトリウムの水溶液をスプレードライヤーで噴霧して炭酸水素ナトリウムの粉末を得る装置であるが、この例示によって本発明は限定されない。

[0026] 容器１５に収容されている噴霧する液１６をポンプ１７で２流体ノズル１８へ供給する。２流体ノズル１８には高温空気１９も供給され、噴霧する液１６は高温空気１９によってスプレーシリンダー２０内に噴霧される。噴霧された液は、スプレーシリンダー２０内で乾燥されて炭酸水素ナトリウム粉末となる。この炭酸水素ナトリウム粉末は高温空気に同伴してサイクロン２１に導入され、回収容器２２の中に炭酸水素ナトリウム粉末２３として回収される。サイクロン２１を通過した空気はフィルター２４で濾過されて大気へ放出される。

[0027] 以上、本発明の炭酸水素ナトリウム粉末及びその製造方法について説明したが、本発明は上記実施形態に記載した構成に限定されるものではなく、その趣旨を逸脱しない範囲において適宜その構成を変更できる。

[0028] 本発明の炭酸水素ナトリウム粉末の用途に特に限定はないが、ガスとの反応性が高いことから消臭剤、酸性物質の中和剤、焼却排ガスの除害剤に適す

る。また高湿環境下での耐湿性に優れ、固結し難いことから緊急用中和剤、台所用洗剤等にも適する。

実施例

[0029] 以下、本発明を実施例により詳しく説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。なお、特に説明のない限り、「部」、「％」はそれぞれ、「質量部」、「質量％」を表す。

[0030] 例１～３は実施例であり、例４～６は比較例である。

[0031] ≪測定方法・評価方法≫

（二酸化炭素の利用率）

上述した本発明の炭酸水素ナトリウム粉末を製造するため第１の方法（第１態様及び第２態様の装置を使用）において、実際に炭酸水素ナトリウム析出のために供給した二酸化炭素のガス量（Ａ）に対して、用いた炭酸ナトリウム水溶液中の炭酸ナトリウムをすべて炭酸水素ナトリウムにするのに必要な二酸化炭素のガス量の計算値（Ｂ）の比率を百分率で示したものを炭酸水素ナトリウム析出時の二酸化炭素の利用率（％）とした。

炭酸水素ナトリウム析出時の二酸化炭素の利用率（％）＝炭酸ナトリウムをすべて炭酸水素ナトリウムにするのに必要な二酸化炭素のガス量の計算値（Ｂ、単位：Ｌ）／実際に供給した二酸化炭素のガス量（Ａ、単位：Ｌ）×１００

[0032] （炭酸水素ナトリウム粉末のｄ５０）

日機装（株）製の粒度分布測定装置、マイクロトラックＦＲＡ型を用い、混合溶媒（メタノール＝１１％、エタノール＝８８％、イソプロパノール＝１％）中に分散させた炭酸水素ナトリウム粒子の粒度分布を測定し、メジアン径ｄ５０を求めた。

[0033] （炭酸水素ナトリウム粉末の吸油量）

吸油量は、ＪＩＳ　Ｋ５１０１－１３－１に準じて測定した。具体的には、炭酸水素ナトリウム粉末全体が一かたまりとなるまで練りながら、炭酸水素ナトリウム粉末に煮アマニ油を加えていく。吸油量は、試料全体が一かた

まりになった時の、炭酸水素ナトリウム１００gあたりの煮アマニ油の容量で表した。

[0034]（炭酸水素ナトリウム粉末の見掛け密度）

見掛け密度は、ＪＩＳ　Ｋ５１０１－１２－１の規定に従う見掛け密度測定器を用いて測定した。

[0035]（炭酸水素ナトリウム粉末の結晶子サイズ）

（株）Ｒｉｇａｋｕ製のＸ線回折計（型式：ＳｍａｒｔＬａｂ）を用いて、粉末Ｘ線回折を行った。測定条件は、出力：４５ｋＶ－２００ｍＡ、走査速度：２０°／分、ステップ幅：０．０２°、走査範囲：１０～８０°で行った。

得られたＸ線回折パターンの$NaHCO_3$に由来するピークの内、他ピークとの重複が無く、かつ比較的相対強度の大きいピークとして、（２１０）面と（１２１面）による回折ピークを選び、以下のＳｃｈｅｒｒｅｒの式を用いてそれぞれの結晶面に対する結晶子サイズを求めた。

$D = K\lambda / \{(B - B_0)\cos\theta\}$

ここで、Ｄは結晶子サイズ（ｎｍ）、ＫはＳｃｈｅｒｒｅｒ定数で０．８９を用いた。λはＸ線の波長（ｎｍ）であり、Ｃｕ－Ｋα線の０．１５４２ｎｍを用いた。Ｂは各回折ピークの半値全幅（ｒａｄ）、B_0は装置関数であり、結晶子サイズが１μｍ以上のα－アルミナ焼結体を測定して得られたピークの半値全幅（ｒａｄ）を用いた。θは各回折ピークの回折角（ｒａｄ）である。

[0036]（炭酸水素ナトリウム粉末の耐湿性）

図４－１と図４－２に、耐湿性試験方法を示す。

まず、図４－１に示すように、スチロール樹脂製容器２５（内径：１５ｃｍ、深さ：９ｃｍ）に炭酸水素ナトリウム粉末２６を３０ｇ入れ、シリカゲルを配置したデシケータ中で７２時間静置して、炭酸水素ナトリウム粉末を初期化した。デシケータ内の環境は温度：２５±１℃、湿度：２３±１％ＲＨであった。

次いで、この炭酸水素ナトリウム粉末の入った容器をデシケータから取り出し、恒温恒湿槽に保管した。恒温恒湿槽は温度：２５±１℃、湿度：８８±３％ＲＨであった。そして、１２時間毎に恒温恒湿槽から取り出し、炭酸水素ナトリウム粉末の固結性を調べた。　図４－２に固結性の試験方法を示す。炭酸水素ナトリウム粉末の入ったスチロール樹脂製容器を水平から約３０度傾斜させた状態で１５ｒｐｍの速度で回転させた。炭酸水素ナトリウム粉末が崩れ落ちてきた場合は固結していないので、耐湿性：〇とした。一方、炭酸水素ナトリウム粉末が崩れ落ちてこない場合は固結しているので、耐湿性：×とした。

[0037]（炭酸水素ナトリウム粉末の消臭性能）

繊維評価技術評議会のＳＥＫマーク繊維製品認証基準に準用したガスクロマトグラフ法で、臭気成分としてイソ吉草酸に対する炭酸水素ナトリウム粉末の消臭性能を試験した。具体的には、次の手順で試験した。

１）５００ｍＬの三角フラスコの底に炭酸水素ナトリウム粉末を０．１ｇ入れた。

２）次いで三角フラスコ内にイソ吉草酸のエタノール溶液（イソ吉草酸濃度：３８ｐｐｍ）を５μL滴下した。

３）三角フラスコを密閉して、２０℃で２時間放置後、三角フラスコ内のイソ吉草酸のガス濃度をガスクロマトグラフ法で測定した。

４）イソ吉草酸の初期濃度（単位：ｐｐｍ）に対する２時間後の濃度（単位：ｐｐｍ）から減少率（％）を以下の式で求め、消臭性能とした。

消臭性能（％）＝（初期濃度－２時間後の濃度）／初期濃度×１００

[0038]（例１）

図１に示す第１態様の装置１００を用いて炭酸水素ナトリウム粉末を合成した。まず、内容積６Ｌの晶析槽１へ炭酸ナトリウム粉末４００ｇとイオン交換水２０００ｇを仕込んで撹拌し、濃度１６．７％の炭酸ナトリウム水溶液２４００ｇを得た。次に渦流ターボミキサーポンプ４を起動し、循環配管５を用いて炭酸ナトリウム水溶液を循環した。渦流ターボミキサーポンプは

、（株）ニクニ製のＫＴＭ１５ＮＤ０２Ｓ型を用いた。循環流量は２０Ｌ／分であった。循環を開始した直後から、渦流ターボミキサーポンプ４の吸入配管側に二酸化炭素のガスを１．０Ｌ／分の速度で供給して、二酸化炭素をファインバブル化して導入した。８５分後、晶析槽内はｐＨ＝８．０で白濁した炭酸水素ナトリウムスラリーとなった。二酸化炭素の利用率＝１００％であった。

得られた炭酸水素ナトリウムスラリーを遠心脱水機８で濾過して炭酸水素ナトリウムのケーキ１０にした後、乾燥設備１１で乾燥して炭酸水素ナトリウム粉末１２を得た。得られた炭酸水素ナトリウム粉末は４２０gであった。更にｄ５０が約１０μｍとなるように、ハンマーミルで粉砕した。

得られた炭酸水素ナトリウム粉末のｄ５０は８．９μｍで、吸油量は４２ｍＬ／１００ｇと大きかった。見掛け密度は０．２８ｇ／ｍＬと小さかった。結晶子サイズも、（２１０）面の結晶子サイズが８２ｎｍ、（１２１）面の結晶子サイズが７７ｎｍであった。　耐湿性試験では、温度：２５±１℃、湿度：８８±３％ＲＨの環境で６０時間保管しても固結しなかった。イソ吉草酸も７６％消臭した。

種々の条件と結果を表１及び表２に示す。

[0039]（例２）

図２に示す第２態様の装置２００を用いて炭酸水素ナトリウム粉末を合成した。まず、内容積６Ｌの晶析槽１へ炭酸ナトリウム粉末８００ｇとイオン交換水４０００ｇを仕込んで撹拌し、濃度１６．７％の炭酸ナトリウム水溶液４８００ｇを得た。次にマグネットポンプ１３を起動し、循環配管５を用いて炭酸ナトリウム水溶液を循環した。マグネットポンプは、丸八ポンプ製作所製のステンレスモーターポンプ　ＭＭ－２５４型（商品名）を用いた。循環流量は２０Ｌ／分であった。循環を開始した直後から、ＹＪノズル１４に二酸化炭素のガスを１．０Ｌ／分の速度で供給して、二酸化炭素をファインバブル化して導入した。ＹＪノズルは、エンバイロビジョン（株）製のＹＪ－６　ｉｎｌｉｎｅ型（商品名）を用いた。１６９分後、重炭酸ナトリウ

ム析出槽内はｐＨ＝８．０で白濁した重炭酸ナトリウムスラリーとなった。二酸化炭素の利用率＝１００％であった。

得られた炭酸水素ナトリウムスラリーを遠心脱水機８で濾過して炭酸水素ナトリウムのケーキ１０にした後、乾燥設備１１で乾燥して炭酸水素ナトリウム粉末１２を得た。得られた炭酸水素ナトリウム粉末は、８５０gであった。更にｄ５０が約１０μｍとなるように、ハンマーミルで粉砕した。

得られた炭酸水素ナトリウム粉末のｄ５０は１１．１μｍで、吸油量は４６ｍＬ／１００ｇと大きかった。見掛け密度は０．２９ｇ／ｍＬと小さかった。結晶子サイズは、（２１０）面の結晶子サイズが９３ｎｍ、（１２１）面の結晶子サイズが８５ｎｍであった。　また、得られた炭酸水素ナトリウム粉末は、例１と同様に耐湿性と消臭性能に優れるものであった。

種々の条件と結果を表１及び表２に示す。

[0040]（例３）

図３に示す第３の態様の装置３００を用いて炭酸水素ナトリウム粉末を合成した。イオン交換水：３０００ｇに炭酸水素ナトリウム粉末：２８２ｇを加えて撹拌溶解し、濃度８．６％の炭酸水素ナトリウム水溶液１６を得た。スプレードライヤー装置は、日本ビッヒ（株）製のミニスプレードライヤーＢ－２９０型を用いた。口径：０．７ｍｍの２流体ノズル１８へ、炭酸水素ナトリウム水溶液１６を１０ｇ／分の速度で供給しつつ、１５０℃の高温空気１９も供給して、スプレーシリンダー２０へ噴霧した。噴霧の開始と同時にサイクロン２１の下部の回収容器２２の中に炭酸水素ナトリム粉末が回収された。約５時間後、炭酸水素ナトリウム水溶液１６が無くなったところで噴霧を終了し、回収容器内の炭酸水素ナトリウム粉末を回収した。得られた炭酸水素ナトリウム粉末は１２３gであった。ｄ５０が約１０μｍであったので、ハンマーミルでの粉砕は行わなかった。

得られた炭酸水素ナトリウム粉末のｄ５０は１４．０μｍで、吸油量は１２５ｍＬ／１００ｇと非常に大きかった。見掛け密度は０．０８ｇ／ｍＬと非常に小さかった。結晶子サイズは、（２１０）面の結晶子サイズが４０ｎ

ｍ、（１２１）面の結晶子サイズが５０ｎｍと非常に小さかった。耐湿性試験では、温度：２５±１℃、湿度：８８±３％ＲＨの環境で８４時間保管しても固結しなかった。イソ吉草酸も９９％消臭し、消臭性に優れていた。

種々の条件と結果を表１及び表２に示す。

[0041]（例４）

ＡＧＣ（株）製の一般工業用炭酸水素ナトリウム（品種名：ＫＦ）の物性を評価した。　ｄ５０は、１３０．０μｍと大きかった。吸油量は１４ｍＬ／１００ｇと非常に小さかった。見掛け密度は１．１２ｇ／ｍＬと非常に大きかった。結晶子サイズは、（２１０）面の結晶子サイズが１４９ｎｍ、（１２１）面の結晶子サイズが１５７ｎｍと非常に大きかった。

また耐湿性は非常に悪く、１２時間後で固結していた。消臭性能も例１～３に比べて悪かった。

種々の条件と結果を表１及び表２に示す。

[0042]（例５）

例４のＡＧＣ（株）製の一般工業用炭酸水素ナトリウム（品種名：ＫＦ）をｄ５０が約１０μｍとなるように、ハンマーミルで粉砕した。

ｄ５０が１３．４μであった。吸油量は３０ｍＬ／１００ｇと小さかった。見掛け密度は０．３５ｇ／ｍＬと小さくなった。結晶子サイズは、（２１０）面の結晶子サイズが９３ｎｍ、（１２１）面の結晶子サイズが９８ｎｍであった。

また耐湿性は非常に悪く、２４時間後で固結していた。消臭性能も例１～３に比べて悪かった。

種々の条件と結果を表１及び表２に示す。

[0043]（例６）

トロナ鉱を原料とした市販品の炭酸水素ナトリウム粉末の物性を評価した。

ｄ５０は、１１０．９μｍであった。吸油量は２９ｍＬ／１００ｇと小さかった。見掛け密度は１．０９ｇ／ｍＬと大きかった。結晶子サイズは、（

２１０）面の結晶子サイズが８８ｎｍ、（１２１）面の結晶子サイズが７６ｎｍと比較的小さかった。

また耐湿性は非常に悪く、１２時間後で固結していた。消臭性能も１０％しかなく、例１～３に比べて非常に悪かった。

種々の条件と結果を表１及び表２に示す。

[0044]

[表1]

例	炭酸水素ナトリウム粉末	得られた炭酸水素ナトリウムの物性													
		d50	吸油量	見掛け密度	(210)面の結晶子サイズ					(121)面の結晶子サイズ					
					ピーク位置 2θ	B 半値全幅		B_0		結晶子サイズ	ピーク位置 2θ	B 半値全幅		B_0	
		(μm)	(ml/100g)	(g/ml)	(deg)	(deg)		(deg)		(nm)	(deg)	(deg)		(deg)	
例1	図1の装置で合成したもの	8.9	42	0.28	25.53	0.149		0.0502		82	34.43	0.165		0.058	77
例2	図2の装置で合成したもの	11.1	46	0.29	25.55	0.137		0.0502		93	34.45	0.155		0.058	85
例3	図3の装置で合成したもの	14.0	125	0.08	25.53	0.251		0.0502		40	34.45	0.222		0.058	50
例4	AGC(株)製、一般工業用重曹KF	130.0	14	1.12	25.57	0.104		0.0502		149	34.48	0.110		0.058	157
例5	例4の粉砕品	13.4	30	0.35	25.56	0.137		0.0502		93	34.47	0.142		0.058	98
例6	トロナ鉱を原料とした市販品	110.9	29	1.09	25.61	0.142		0.0502		88	34.51	0.166		0.058	76

[0045]

[表2]

例	炭酸水素ナトリウム粉末の名称	耐湿性							消臭性能
		12時間後	24時間後	36時間後	48時間後	60時間後	72時間後	84時間後	96時間後	(%)
例1	図1の装置で合成したもの	○	○	○	○	○	×	–	–	76
例2	図2の装置で合成したもの	○	○	○	○	○	×	–	–	79
例3	図3の装置で合成したもの	○	○	○	○	○	○	○	×	99
例4	AGC(株)製、一般工業用重曹KF	×	–	–	–	–	–	–	–	71
例5	例4の粉砕品	○	×	–	–	–	–	–	–	71
例6	トロナ鉱を原料とした市販品	×	–	–	–	–	–	–	–	10

符号の説明

[0046] １００、２００、３００　炭酸水素ナトリウム粉末製造装置

１　晶析槽
２　撹拌装置
３　晶析槽内の液
４　渦流ターボミキサーポンプ
５　循環配管
６　二酸化炭素を含むガスの供給配管
７　送り配管
８　遠心脱水機
９　濾液
１０　炭酸水素ナトリウムのケーキ
１１　乾燥設備
１２　炭酸水素ナトリウム粉末
１３　マグネットポンプ
１４　ＹＪノズル
１５　容器
１６　噴霧する液
１７　ポンプ
１８　２流体ノズル
１９　高温空気
２０　スプレーシリンダー
２１　サイクロン
２２　回収容器
２３　炭酸水素ナトリウム粉末
２４　フィルター
２５　スチロール樹脂製容器
２６　炭酸水素ナトリウム粉末

請求の範囲

[請求項1] 吸油量が４０ｍＬ／１００ｇ以上である炭酸水素ナトリウム粉末。

[請求項2] （２１０）面の結晶子サイズが７５ｎｍ以下、かつ、（１２１）面の結晶子サイズが７０ｎｍ以下である請求項１に記載の炭酸水素ナトリウム粉末。

[請求項3] （２１０）面の結晶子サイズ（Ｄ２１０）と（１２１）面の結晶子サイズ（Ｄ１２１）との比（Ｄ２１０／Ｄ１２１）が、０．６０～１．００である請求項１に記載の炭酸水素ナトリウム粉末。

[請求項4] 見掛け密度が０．３２ｇ／ｍＬ以下である炭酸水素ナトリウム粉末。

[請求項5] （２１０）面の結晶子サイズが７５ｎｍ以下、かつ、（１２１）面の結晶子サイズが７０ｎｍ以下である請求項４に記載の炭酸水素ナトリウム粉末。

[請求項6] （２１０）面の結晶子サイズ（Ｄ２１０）と（１２１）面の結晶子サイズ（Ｄ１２１）との比（Ｄ２１０／Ｄ１２１）が、０．６０～１．００である請求項４に記載の炭酸水素ナトリウム粉末。

[請求項7] 吸油量が４０ｍＬ／１００ｇ以上であり、かつ、見掛け密度が０．３２ｇ／ｍＬ以下である炭酸水素ナトリウム粉末。

[請求項8] （２１０）面の結晶子サイズが７５ｎｍ以下、かつ、（１２１）面の結晶子サイズが７０ｎｍ以下である請求項７に記載の炭酸水素ナトリウム粉末。

[請求項9] （２１０）面の結晶子サイズ（Ｄ２１０）と（１２１）面の結晶子サイズ（Ｄ１２１）との比（Ｄ２１０／Ｄ１２１）が、０．６０～１．００である請求項７に記載の炭酸水素ナトリウム粉末。

[請求項10] 吸油量が１００ｍＬ／１００ｇ以上である請求項１～９のいずれかに記載の炭酸水素ナトリウム粉末。

[請求項11] 見掛け密度が０．１０ｇ／ｍＬ以下である請求項１～９のいずれかに記載の炭酸水素ナトリウム粉末。

[請求項12] 平均粒子径（ｄ５０）が１２μｍ～５０μｍである請求項１～９のいずれかに記載の炭酸水素ナトリウム粉末。

[請求項13] （２１０）面の結晶子サイズが６０ｎｍ以下又は４５ｎｍ以下、かつ、（１２１）面の結晶子サイズが５５ｎｍ以下である請求項１～９のいずれかに記載の炭酸水素ナトリウム粉末。

[請求項14] 二酸化炭素を含むガスのファインバブルを、水酸化ナトリウムの水溶液または炭酸ナトリウムの水溶液に供給して炭酸水素ナトリウムを得る、炭酸水素ナトリウムの製造方法。

[請求項15] 炭酸水素ナトリウムの水溶液をスプレードライヤーで噴霧して、炭酸水素ナトリウムを得る、炭酸水素ナトリウムの製造方法。