



平成 20 年度 鶴岡工業高等専門学校主催

# 第 5 回 技術発表会

## ～ 技術発表 概要集 ～

### 発表者

木村 英人  
(第1班)

石田 克敏  
(第2班)

丸金 祥子  
(佐藤貴哉研究室)

和田 史明  
(一関高専)

鈴木 大介  
(第2班)

矢作 友弘  
(第3班)

### 発表テーマ

『水路幅 1.7m の暗渠の蓋の除去と復元のための道具の検討  
(マイクロ水車設置に関連した問題と対策)』

『真空蒸着装置とそのメンテナンス  
～油拡散ポンプの分解・洗浄作業～』

『イオン液体の特徴を生かしたもの造り』

『一関高専電算室の紹介と利用者の動向』

『FEM による共鳴形消音器の数値シミュレーション』

『学生実験におけるアンモニアソーダ法の改良』



平成 20 年 8 月 8 日(金)

会場：7号館 3階 731 教室

平成20年度 鶴岡工業高等専門学校主催  
第5回 技術発表会 概要

職名	技術職員	No. 1
氏名	木村 英人	
題名	水路幅1.7mの暗渠の蓋の除去と復元のための道具の検討 (マイクロ水車設置に関連した問題と対策)	

### 1. 緒言

環境・エネルギー問題が世界の最大の課題となっている。この背景の中で、本校で開発した水車の実証試験計画が、鶴岡市と共同で進められている。実証試験地点は、鶴岡市浄化センターの排水溝で、図1に水車の設置予定地点の断面図を示す。排水溝は一級河川の堤防を貫通しており、水車は図中のF点である。水力発電装置重量は、水車本体約400kg、発電機(3kW)約100kg、架台や増速装置等が約200kg、総重量約700kgである。河川法上、堤防を越えて重機自身の移動ができない。そこで提案されたのが、「図2に示すように、水門(図1のA点)で水力発電装置を組み、装置全体に車輪を付け、水路縁をレール代わりにして設置地点まで移動させる」工法である。ここで、図1D~E間の水路は、図3に示す1個の重さ80kgの蓋が50枚あり、水車を運ぶ上で外す必要があった。著者の課題は、「どんな方法で蓋を外し、水車設置作業後に元に戻すか」である。ここでは、蓋を移動させる道具の検討経緯について示す。

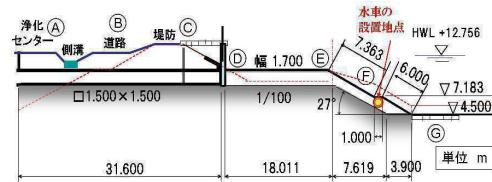


図1 水車設置予定水路

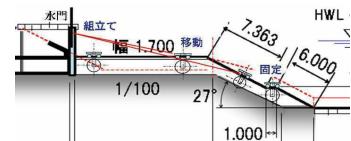


図2 水車の運搬と設置

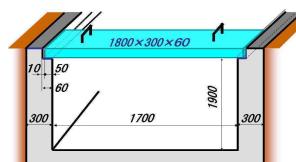


図3 水路断面



図4 水路写真

### 2. 装置の案に至る過程

本装置は、水力発電装置の設置上では補助的なもので、経費が計上されていない。製作条件は、①一人で持てるうこと、かつ軽トラックで運搬できること、②学校の廃材を利用すること、などである。以下、完成までの経緯を示す。

#### (1) ステップ1(従前の方法の検討)

従来、マンホールや側溝の蓋を持ち上げる道具は存在する。ここで問題としている蓋に、この原理を用いると、図5のように、①蓋の重量Wが大である、②支点Oから蓋の重心までの距離sが長い、の2点からモーメント(W·s)が大きい点が問題である。持ち上げるために大きな力を必要とすることは、材料に大きな曲げが作用するので、断面係数、強度が共に大で、装置が重くなりやすい。

#### 2) 側溝蓋の持ち上げからの発想

放置されていた使用済みの脚立2脚を、図6のように組み替えて、蓋を持ち上げると、容易に持ち上げることができた。ここでは、広い下部に蝶番を用いて自由に回転させ、運搬時に折り畳む構造にしている。各部分に作用する力の解析結果も、図7に示すように、十分と判断できる値である。

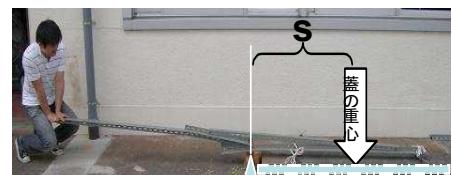


図5 従来の蓋上げでは無理がある



図6 基本構造の確認

氏名	木村 英人	No. 2
<b>(3) 蓋を上げる高さを小さくする方法</b>		
<p>図7において、蓋は吊り上げ棒と一緒に支点Oを中心を持ち上げられる。従って、蓋を水路壁から完全に浮かせるためには、作業者の作用点が地上に着く程の移動が必要である。そこで、図8に示すように、①蓋の手元側を上げる、②全体を回転させて浮かせる。このステップを踏むことにより、装置全体は蓋の先端部が蓋の厚さ分(60mm)のみ上げると外すことができた。step-1からstep-2に至る過程では、蓋の前方を持ち上げるテコAの支点と蓋のフック間距離が変わるために、図(b)中に示す方向に蓋を押す。蓋を戻す場合に、逆の挙動を示すとすると、蓋の位置決めに支障をきたす可能性がある。そこで、フック部を吊り下げる部分の形は、蓋が移動しない形状にしている。構造は後述する図9左下に示してある。</p>		
<b>(4) 現地での試験</b>		
<p>完成した本装置の現場での試験状況を図9に示す。コンクリートの蓋を持ち上げた後は、水路の外に引き出す必要があるので、装置の支点には、キャスターを2個取り付けてある。蓋を本装置への固定部を「脚1」、作用点までをそれぞれ「脚2」、「脚3」、「脚4」と呼ぶ。図中点線で示すように、脚3-4のみチェインで繋いであり、他はバーで接続している。この部分に作用する力は「引っ張り」のみであるので、2つの違いは、折り畳みの容易さのみである。現場での使用結果は、装置としての機能上では問題ないものの、現場の地面に凹凸があって、蓋を持ち上げてから位置移動に大きな力を要することが分かった。この点は、検討が必要である。また、現地での試験を経て、他の方法の可能性も見えた。</p>		
<h3>3. 結び</h3> <p><b>(1) 無意識の中での拘束と教訓</b></p> <p>本装置は、可能限り脚立の原型を維持している。しかし、「あるものを使う」という当初の条件から、無意識の中に「役割を終えたら、可能な限り最初の形に戻す」という意識が働いていた。本装置がゼロからスタートしたように、次の課題でのスタートの障害を避ける工夫でもある。おそらく、本装置が環境対策の一環でもあることに対する無意識の中での考慮であった。このような無意識の中での配慮こそが、地球が抱える問題解決への道ではないかと思われる。</p> <p><b>(2) 技術の根源</b></p> <p>今回本装置を製作するに当たって、問題点などを解決していくことでのづくりの難しさ、楽しさを実感するいい機会になった。また、製作を進めていくことで改めて構想とその具現化への重要性を知った。</p> <p>水車の設置は、9月末に予定されている。8月末までには、ここで取り上げたコンクリート蓋を除去しなければならない。一つのプロジェクトに参加できることは感激である。</p>		

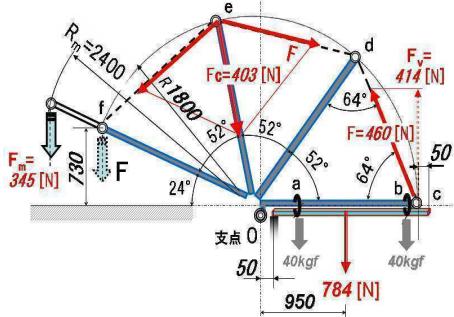


図7 構造解析

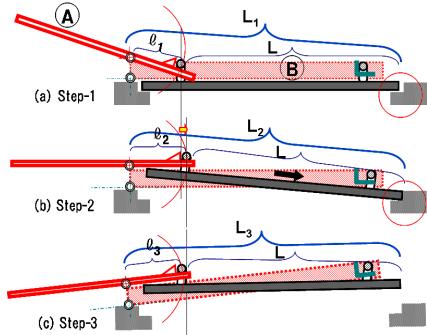


図8 蓋を上げる手順



図9 現場での試験

平成20年度 鶴岡工業高等専門学校主催  
第5回 技術発表会 概要

職名	技術専門職員	
氏名	石田 克敏	No. 1
題名	真空蒸着装置とそのメンテナンス ~油拡散ポンプの分解・洗浄作業~	

### 1. はじめに

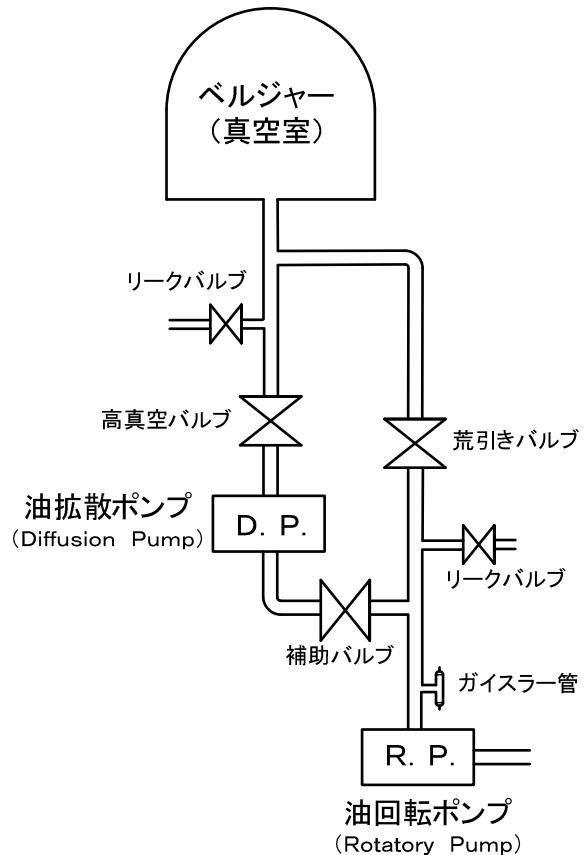
本校の電気電子工学科に設置されている真空蒸着装置の真空排気能力が年々低下し、高真空になるまでに時間を要するようになってきていた。昨年、装置内の油拡散ポンプの分解・洗浄作業を行い、その改善を図ったので報告する。

### 2. 真空蒸着装置の概要

真空蒸着装置の主な仕様を第1表に、真空排気系の概略を第1図に示す。

第1表 真空蒸着装置の主な仕様

メーカー	(株)シンクロン
型式	BC-8P型
作業圧力	$10^{-5}$ Torr 台
排気速度	$5 \times 10^{-5}$ Torr 台まで 10 分 (真空室がカラ状態)
操作方法	排気・蒸着共 手動操作
真空室	500 mm $\phi$ × H600 mm、軟鋼製 (Niメッキ処理) 水冷パイプ巻、前扉式
内部機構	基板加熱用マイクロヒータ 温度計(600°C) 熱電対付 ドーム回転機構 基板ドーム; 400 mm $\phi$ 抵抗加熱用電極; 4kW × 2 シャッタ; 110 mm $\phi$ × 2
高真空系	油回転ポンプ; CP-600型 センコ型 空冷式 油拡散ポンプ; HD-200型 1. 2kWヒータ 水冷バッフル付
真空計	ペニング真空計(G-F3型) ガイスラー管
電気系	三相 200V 50Hz 12kW
所要冷却水	最大 6.6L/min
寸法	W1000mm × H1750mm × D800mm (架台)
総重量	約500kg



第1図 真空蒸着装置の真空排気系

氏名	石田 克敏	No. 2
3. 作業前の装置の状態		
・真空圧力の状況 : $3 \times 10^{-5}$ Torr ( 20 時間以上、排気 )		
4. 作業内容と手順		
下記に示した手順に従い、油拡散ポンプの分解・洗浄作業を行った。		
<ol style="list-style-type: none"><li>① 油拡散ポンプ本体からの取り外し</li><li>② 油拡散ポンプ本体からのジェット部の取外し</li><li>③ 拡散ポンプ油の抜取り</li><li>④ ジェット部の分解</li><li>⑤ 油拡散ポンプ内部、各部品の洗浄</li><li>⑥ ジェット部の組立て</li><li>⑦ 拡散ポンプ油の注入</li><li>⑧ ジェット部の油拡散ポンプ本体への取付け</li><li>⑨ 油拡散ポンプ本体に取り付け</li></ol>		
5. 作業結果		
<ol style="list-style-type: none"><li>i) 分解・洗浄作業を行って、下記に示したような点が見られた。<ul style="list-style-type: none"><li>・各部品に油の焦げつき</li><li>・拡散ポンプ油の汚れ</li><li>・拡散ポンプ油の量の減少</li></ul></li><li>ii) この分解・洗浄作業に人数が 6 名で、約 4 時間の労力を要した。</li><li>iii) 真空圧力の状況を <math>10^{-5}</math> Torr 台 ( 約 1 時間半、排気 ) に改善した。</li></ol>		
6. おわりに		
初めての分解・洗浄作業であり、作業終了後のリーケの不安もあったが、そのような事もなく、当初の目的を果たすことができた。また、実際に油拡散ポンプの構造を見ることができ、そして、作業に要する時間、人数等を把握することができた点でも有意義であった。		

平成20年度 鶴岡工業高等専門学校主催  
第5回 技術発表会 概要

職名	技術補佐員	
氏名	丸金 祥子	No. 1
題名	イオン液体の特徴を生かしたもの作り	

・はじめに

所属している「有機機能材料研究室」の主なテーマは、「イオン液体の開発・応用」である。新規のイオン液体を開発することはもちろん、開発したイオン液体を応用したもの造りで社会に貢献することを最終目標としている。今回はイオン液体を、近年広く使用されるようになつたリチウムイオン二次電池に応用した成果を報告する。

・イオン液体とは

- 1) プラスとマイナスのイオンのみから構成される
- 2) 常温で液体状態をしめす

という2つの条件を満たした物質のことである。

プラスとマイナスのイオンのみから構成されている物質で身近なものと言えば食塩である。しかし、食塩は常温で固体状態を示すためイオン液体とは呼べない。右図はイオン液体の外観写真である。



イオン液体の特徴として、

- 電気を通す（高いイオン導電性を有する）
- 電気分解されにくい（耐電圧が高い）
- ほとんど蒸発しない（蒸気圧が小さく、不揮発性である）
- 極めて燃えにくい（不燃もしくは難燃性で、高い熱分解温度を有する）
- 何でもよく溶かす（化学的に安定で、物質の溶解力が高い）
- 広い温度範囲で液体状態（-90°C～330°C程度の範囲）

ということが挙げられる。

・リチウムイオン二次電池

リチウムイオン二次電池とは、リチウムイオンの移動により充電と放電を繰り返し行える電池のことをいう。ニカド電池やニッケル水素電池と比較して、電圧が高く軽量であるため、エネルギー密度が高いという特徴をもっている。そのため、携帯電話、ノートパソコンなどに用いられている。将来的に、電気自動車への搭載も期待されている。

・イオン液体のリチウムイオン二次電池への応用

携帯電話、ノートパソコンなどに用いられているリチウムイオン二次電池であるが、最近発火・爆発事故の発生が目立っている。原因是、電極表面にリチウムイオンが樹枝状に析出してショートしたり、外部からの物理的な力など色々な要因が引き金となり、最終的に電池の电解液として使用されている可燃性の溶媒に着火することにある。そのため、电解液に可燃性の溶媒を使用しない燃えない電池の開発が求められている。

そこで、先に示したイオン液体の特徴である、ほとんど蒸発しない、極めて燃えにくいと言う2つの特徴を生かし、燃えない電池を造ることに挑戦した。更に、イオン液体を高分子化したイオン液体ポリマーを用いて电解液をゼリー状に固める（ゲル化）ことにより、二次電池だけではなく一次電池においても懸念材料である、电解液漏れを起こさない電池となることも発見した。この特徴からこの電池はイオングル電池と呼ばれている。

氏名	丸金 祥子	No. 2
----	-------	-------

### <イオンゲル電池の作製>

リチウム二次電池は水の電気分解点を越えた、3V～4.2Vという高電圧で使用される電池である。故に、作製プロセスにおいて水分は厳禁である。そのため、右図に示した装置を使用した。この装置内には、乾燥アルゴンガスを充填している。装置内の水分率計の露点は−90°C以下(相対湿0.0037%)に管理されており、水分含有量は0.09ppmとなる。



イオンゲル電池の外観

### <イオンゲル電池の性能評価試験 >

電池の評価は、左図に示した充放電装置を用いて実施した。定電流・定電圧制御をハードウェアで行い制御条件設定やデータの収集・保存はソフトウェアにて処理のできる装置である。評価試験内容は、放電性能評価試験・サイクル性能評価試験である。

結果を下図1、2に示した。

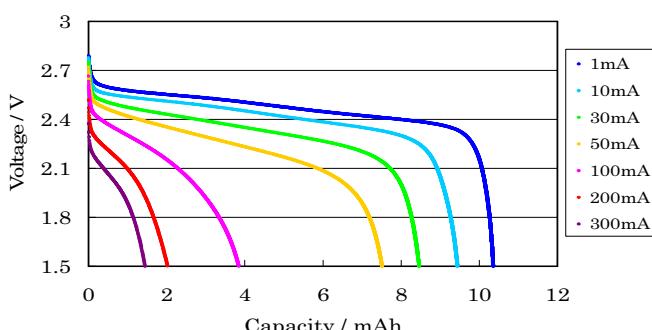


図1 放電容量性能評価

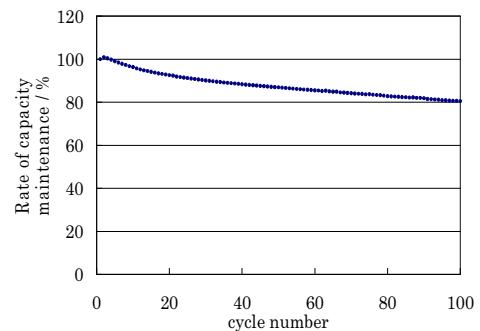


図2 サイクル性能評価

放電性能は、電池容量10mAhに対して1～300mAの電流でそれぞれ放電を行った結果である。一般に、1時間で放電が終了する電流値の3倍の大きさ(試験電池の場合30mA)で放電を行ったときに、低電流(試験電池の場合1mA)での放電値の80%を維持した場合、実用可能な性能であるとみなされている。よって、このイオンゲル電池の放電性能は、実用可能レベルであると評価できた。

サイクル性能は、サイクルの1回目と最終回の容量を比較して、どれだけ容量が維持されたかという結果である。100サイクル終了後:維持率80%という結果は、500サイクル終了後:維持率80%が実用可能レベルであることから、実用可能レベルにはまだ及んでいないと判断した。

#### まとめ

イオンゲル電池は、サイクル性能の向上が必要である。サイクル性能が実用可能レベルに達することができると、「燃えず・電解液漏れしない」 = 「安全」という理想的な電池となる。

現在、産業技術開発機構(NEDO)の助成の下、イオンゲル電池の技術をより安全性が重要視される大型の電池へ応用し、高性能で安全な電池の開発を進めている。

# 一関高専電算室の紹介と利用者の動向

一関工業高等専門学校 技術室電気・情報班 和田史明

## 1 概要

本校の電子計算機室(以下、電算室)は、第一実習室と第二実習室があり、それぞれ46台のPC、44台のPCが常時使用できる環境となっている。平日の利用時間は、8:30(授業開始時間)～18:00までである(ただし、試験期間中や長期休業中は17:15まで)。当然、土日・祝日は利用できない。

私が電算室の専従担当となってから、一年が経過した。電算室では、以前から電算室利用の状況を知る手段として、利用者人数の記録をとっている。だが、今までのデータを見ると記録時間に一貫性がなく、データとしてはあまり意味を成さないものとなっていた。

そこで、専従担当となってから電算室閉室時間の10分前にデータを取るようにした。電算室利用の現状を報告する。

## 2 電算室の構成

本校電算室は、授業時の利用はもちろん、昼休みや放課後も開放している。電算室実習室のPCは、デュアルブートとなっていて、OSがVineLinuxとWindowsXPの2つが用意されている。

第一実習室はデフォルトがVineLinux、第二のデフォルトはWindowsXPが起動されるようになっているが、それぞれ起動する前に選択画面がでて、ユーザが選択できるようになっている。

また、各実習室にはモノクロプリンタが2台ずつ設置されており、それらと各端末PCがネットワークで構成されているため、ほぼ自由にプリントアウトできるようになっている。

学生には、入学時に五年間使用するためのアカウントを配布している。学生がログオンまたはログインする際は、各自がアカウントとパスワードを入力することで、サーバからプロファイルが呼び出されPCに反映される。そのため、どちらの実習室を利用しても、同じ環境で作業することができる。

## 3 利用者の目的

自由に使用できる環境にある電算室なので、利用者(主に学生)の目的も様々である。電算室専従職員であっても、技術室に籍をおいている関係上、四六時中学生の使用を監視することはできないのが現状である。ウイルス感染等の被害を軽減するため、有害サイトに対してフィルタの設定を行なっている。

## 4 利用者状況の調査

数年前から行なっていたようだが、調査時間に統一性がなかった。そのため、できるだけ統一するために、閉室 10 分前に記録を残すようにした。

記録は、エクセルにまとめ、一ヶ月毎のグラフを作成してファイルに綴じている。また、半期ごと、年間グラフもそれぞれ作成している。

## 5 利用者状況

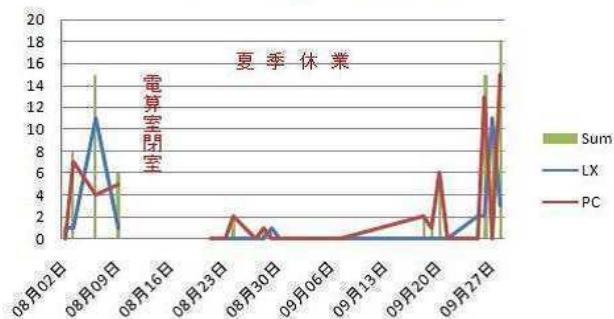


図 1 2007 年度 8 月～9 月の状況

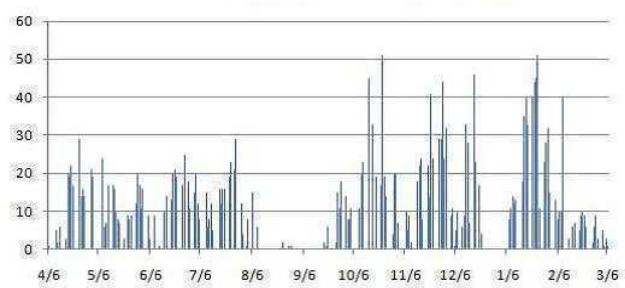


図 2 2007 年度年間状況

図 1 に昨年度夏季休業中の利用状況のグラフ、図 2 に昨年度年間利用状況のグラフを示す。一斉休業日を除く夏季休業中も、電算室は開室していたが、図 1 で示すとおり、やはり利用者はほとんどいない。これは、夏季休業中のため寮も閉寮しているために、学校内に学生がいなかっためである。

図 2 は年間状況のグラフであるが、平均すると一日あたり約 15 人前後が利用している。また、夏季休業明けに利用者人数が一気に増えている。これは、夏季休業後は後期授業となり、授業でも本格的に課題提出などの数が増えていることが挙げられる。年度末の 2 月においても、利用者が増加している。学年最後ということで、レポート作成や課題等の駆け込みで利用する学生が目立つ。

## 6 まとめ

今年度も電算室専従となった。利用者状況の調査は今後も継続する予定である。可能なら、何の目的で使用しているかまで調査したいが、学生が正直に答えてくれるかどうかにかかっている。利用者が多いため、無作為に選んで調査することも考えている。

平成20年度 鶴岡工業高等専門学校主催  
第5回 技術発表会 概要

職名	技術職員	
氏名	鈴木 大介	No. 1
題名	FEMによる共鳴形消音器の数値シミュレーション	

## 1. 緒言

現在、工業製品に於ける機種の多様化や開発期間の短縮に伴い、解析ツールを用いた CAE による製品化が広い分野で行われており、今後更に、これらの解析ツールを有効活用した設計開発及び製造過程に於ける数値解析の要求は高まると思われる。

共鳴形の消音器としてヘルムホルツ形がよく知られているが、省スペース化を目的に、挿入管形の消音器の設計が重要になってきている。

そこで、本研究は FEM(有限要素法)による、挿入管形消音器の特性により解析を行った作業について述べる。

## 2. 解析について

本解析では挿入管形消音器とヘルムホルツ形消音器の 2 種類を比較することでその特性を理解する。それぞれの共鳴形消音器のモデルを図 1、図 2 に示す。

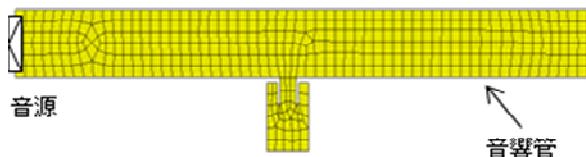


図1 メッシュモデル(挿入管形取付)

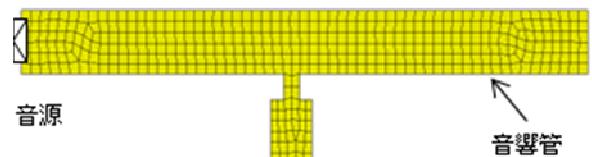


図2 メッシュモデル(ヘルムホルツ形取付)

各モデルは、音響管の中央にヘルムホルツ形消音器と挿入管形消音器を取り付けたものである。

解析は、形状データを Hyper Mesh で作成し、SYSNOISE 用テンプレートで出力した後、SYSNOISE で読み込み、諸条件を定義することで解析を行った。

解析内容は以下の通りである。

- ・挿入管形消音器とヘルムホルツ形消音器の首丈の違いによる音響インピーダンスの解析
- ・音響管のみと消音器を取り付けた音響管との比較による音圧の減音の解析

解析手順・算出方法は以下の通りである。

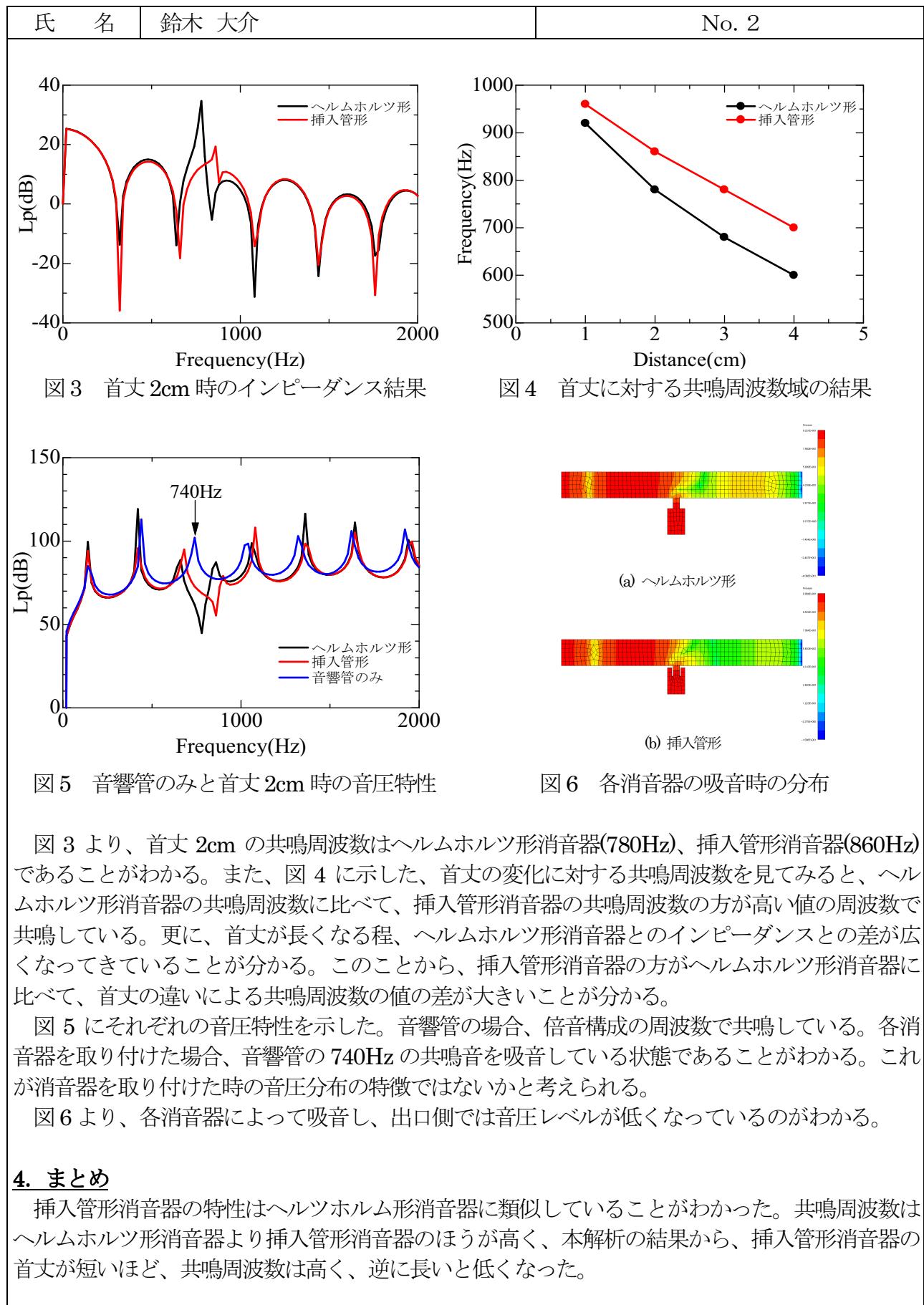
インピーダンスの解析は、

- ・各共鳴器の入口側と出口側における周波数を解析する。
- ・解析した二点の周波数の差を求め、共鳴周波数特性を割り出す。
- ・共鳴周波数を、各消音器ごと、首丈の長さ(1cm~4cm)をパラメータとしてまとめる。

共鳴器の出口側の音圧特性、音圧分布の視覚化を解析する。

## 3. 解析結果

まず、首丈 2cm 時のインピーダンスの結果を図 3 に示す。また、インピーダンスの首丈毎の共鳴周波数をまとめた結果を図 4 に示す。音響管のみと各消音器の首丈 2cm の時の音圧特性の結果を図 5 に示し、各消音器の吸音時の分布を図 6 に示す。



平成20年度 鶴岡工業高等専門学校主催  
第5回 技術発表会 概要

職名	技術職員	
氏名	矢作 友弘	No. 1
題名	学生実験におけるアンモニアソーダ法の改良	

### 1. はじめに

アンモニアソーダ法は食塩を原料として安価に炭酸ナトリウム ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) を作る工業的製法である。本法では飽和食塩水にアンモニアを飽和するまで溶解し、これに二酸化炭素を通気して溶解度の小さい炭酸水素ナトリウム ( $\text{NaHCO}_3$ ) の沈殿を得る（式1）。



さらに、生成した炭酸水素ナトリウムを加熱分解し炭酸ナトリウムとする（式2）。



本校物質工学科3年生の無機化学実験では、この実験を取り入れ、炭酸水素ナトリウムと炭酸ナトリウムを製造する。

### 2. 学生実験におけるアンモニアソーダ法

実験操作は次の通りで、まず図1のような装置を組み、氷水で冷却した大型試験管内の飽和食塩水15 mlにアンモニアガスを通気して、飽和させる。続けて図2のような装置を組み、希塩酸と大理石の反応で発生した二酸化炭素を通気して糊状の沈殿となるまで反応を進行させる。これを濾別乾燥し $\text{NaHCO}_3$ 沈殿を得る。さらに $\text{NaHCO}_3$ を加熱分解し、 $\text{Na}_2\text{CO}_3$ を得る。

製造した $\text{NaHCO}_3$ と $\text{Na}_2\text{CO}_3$ は試薬と比較しながら定性試験を行い、炭酸塩と重炭酸塩の違いを学習する。このときの定性試験は次の二つで（I）各水溶液とフェノールフタレイン指示薬（変色域pH8.3～10）の呈色反応、（II）各冷水溶液と硫酸マグネシウム溶液との沈殿生成反応さらに加熱時の変化の観察である。

試薬の場合にはそれぞれ表1のような定性反応を示す。

### 3. 問題点

本実験での問題点は2つあり、一つは炭酸水素ナトリウムを得る反応が長く、時には実験時間内に反応が終了しないこと。もう一つは、実験生成物と試薬とを比較した場合の定性反応が一致しないことである。本実験は無機化学実験書を参考に作製したものであるが、工業的製法と比較してみると反応時の温度が異なっていることが分かった。参考の実験書も含め幾つかの実験書では式1の反応温度条件を0°Cとしているのだが（以下0°C法）、工業的には30°Cで反応させる（以下30°C法）。0°C法と30°C法で実験を行い、反応時間と収量、生成物の組成について調査する。

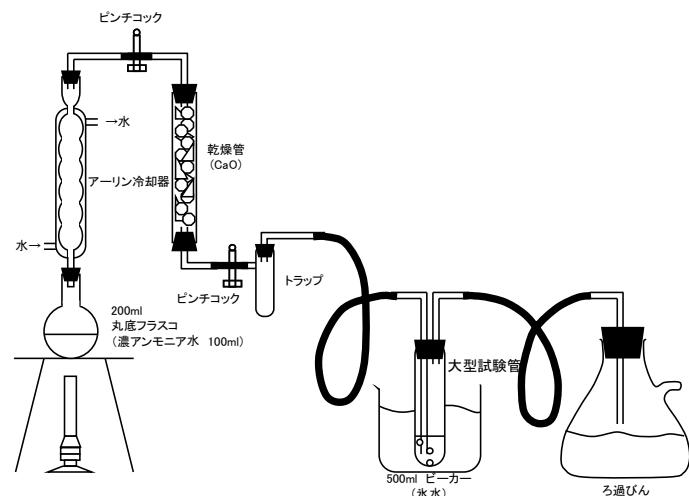


図1 アンモニア吸収装置。

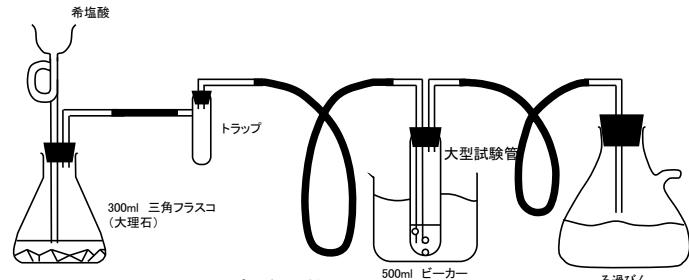


図2 炭酸化装置。

表1 炭酸水素ナトリウムと炭酸ナトリウムの定性反応。

定性試験 試薬	(I)		(II)	
	加熱前	加熱後	加熱前	加熱後
$\text{NaHCO}_3$	淡い赤	無色透明	白色沈殿	白色沈殿
$\text{Na}_2\text{CO}_3$	赤色	白色沈殿	白色沈殿	白色沈殿

氏名	矢作 友弘	No. 2
<b>4. 実験</b>		
<b>4. 1 0°C法と30°C法の比較</b>		
飽和食塩水15 mlを用いて0°C法と30°C法でアンモニアソーダ法を行い、反応終了までの時間とNaHCO <sub>3</sub> 沈殿量を比較した。さらに、NaHCO <sub>3</sub> 沈殿を400°Cで焼成してNa <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> とし、それぞれ定性試験(I)を行った。この結果を表2に示す。これより30°C法の方が短時間でより多くのNaHCO <sub>3</sub> 沈殿を回収できることがわかる。また、0°C法のNa <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> の定性反応(I)は無色で、本来Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> が示すはずの赤色とは異なる。この疑問を解明するため、粉末X線回折(XRD)測定により含有物を分析した(図3)。0°C法と30°C法のNaHCO <sub>3</sub> 沈殿には共に塩化アンモニウム(NH <sub>4</sub> Cl)と炭酸水素アンモニウム(NH <sub>4</sub> HCO <sub>3</sub> )が含まれていて、そのピーク強度から30°C法の方がNaHCO <sub>3</sub> 含有量が多いことが分かる。0°C法Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> のXRDパターンは、予想外に食塩(NaCl)のみを示し、30°C法Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> からは、NaClと微量のNa <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> が確認できた。0°C法のNa <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> の定性試験(I)の結果が無色となつたのは、生成するはずのNa <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> が含まれていなかつたためである。NaCl生成過程を調べるため、試薬のNaHCO <sub>3</sub> とNH <sub>4</sub> Clを等モル混合し焼成過程を分析してみると、NH <sub>4</sub> Cl存在下ではNaHCO <sub>3</sub> から生成したNa <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> が、さらにNH <sub>4</sub> Clと反応して、NaClとなることがわかつた。したがつて、NaHCO <sub>3</sub> 沈殿中に多量含まれるNH <sub>4</sub> Clは除去しなければならない。		
<b>4. 2 生成物の洗浄</b>		
0°Cの水100 gへの溶解度はNH <sub>4</sub> Clが29 g、NaHCO <sub>3</sub> が7.0 gで、NaHCO <sub>3</sub> は0°C水へ若干溶ける。これらの化合物は共に白色であり洗浄が十分であるか確認することは難しい。そこで簡便に塩化アンモニウムを除去するために22.2%の0°C食塩水での洗浄を提案する。22.2%の0°C食塩水100 gにNH <sub>4</sub> Clは11.6 g、NaHCO <sub>3</sub> は0.5 g溶解するので、0°Cの水よりNaHCO <sub>3</sub> の損失が少なく、洗浄が容易である。		
実験4. 1のアンモニアソーダ法-30°C法で得たNH <sub>4</sub> Cl含有NaHCO <sub>3</sub> 沈殿を0°Cの22.2%食塩水65 mlで念入りに洗浄し、次に食塩水を洗うために冷水20 mlでさっと流す。このようにして得られたNaHCO <sub>3</sub> 沈殿は純粋で、以降の定性試験においても試薬と同様の結果を示した。		
<b>5. まとめ</b>		
アンモニアソーダ法による炭酸水素ナトリウムの製造では反応温度を30°Cに制御した方が、短時間でかつ高収量であった。しかし、生成した沈殿には多量の塩化アンモニウムが含まれており、これは焼成時に炭酸ナトリウムと反応してしまうので洗浄し除去しなくてはならない。この時、洗浄には22.2%の0°C食塩水と冷水を併用する方法が炭酸水素ナトリウムを失いにくく簡便な方法である。洗浄後の炭酸水素ナトリウムは純粋であり、定性試験の問題は解決できた。		

表2 0°C法と30°C法の比較。

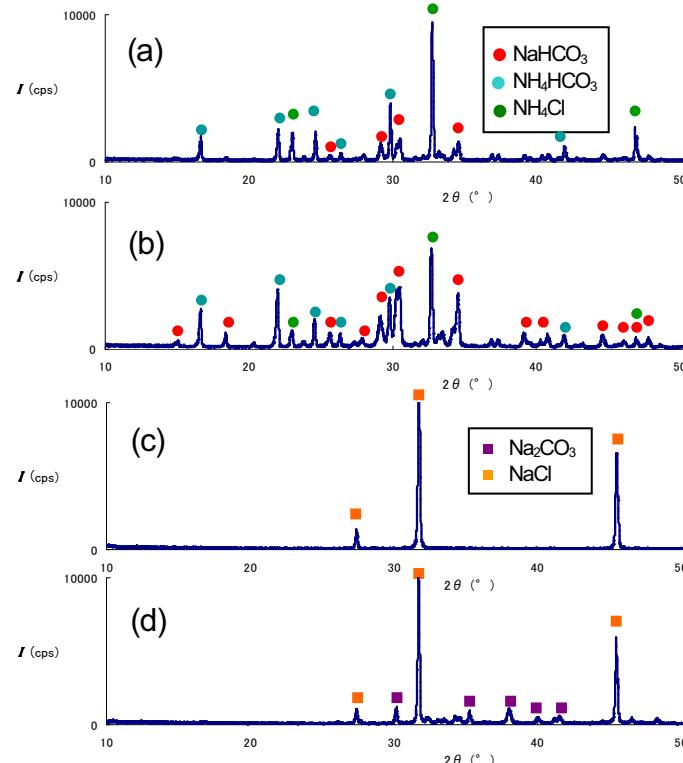
比較項目	反応条件		反応温度
	0°C	30°C	
反応時間(分)	60	30	
沈殿量(g)	2.5	5.4	

定性試験(I)

NaHCO<sub>3</sub>Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>

淡い赤

赤

図3 XRD パターン (a) 0°C法 NaHCO<sub>3</sub>、(b) 30°C法 NaHCO<sub>3</sub>、(c) 0°C法 Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>、(d) 30°C法 Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>。