

敬贈
請交換

研 究 報 告 第 四 號

博山鋁石頁岩提製鋁氧初步試驗

民國二十二年三月

黃海化學工業研究社印行

448730

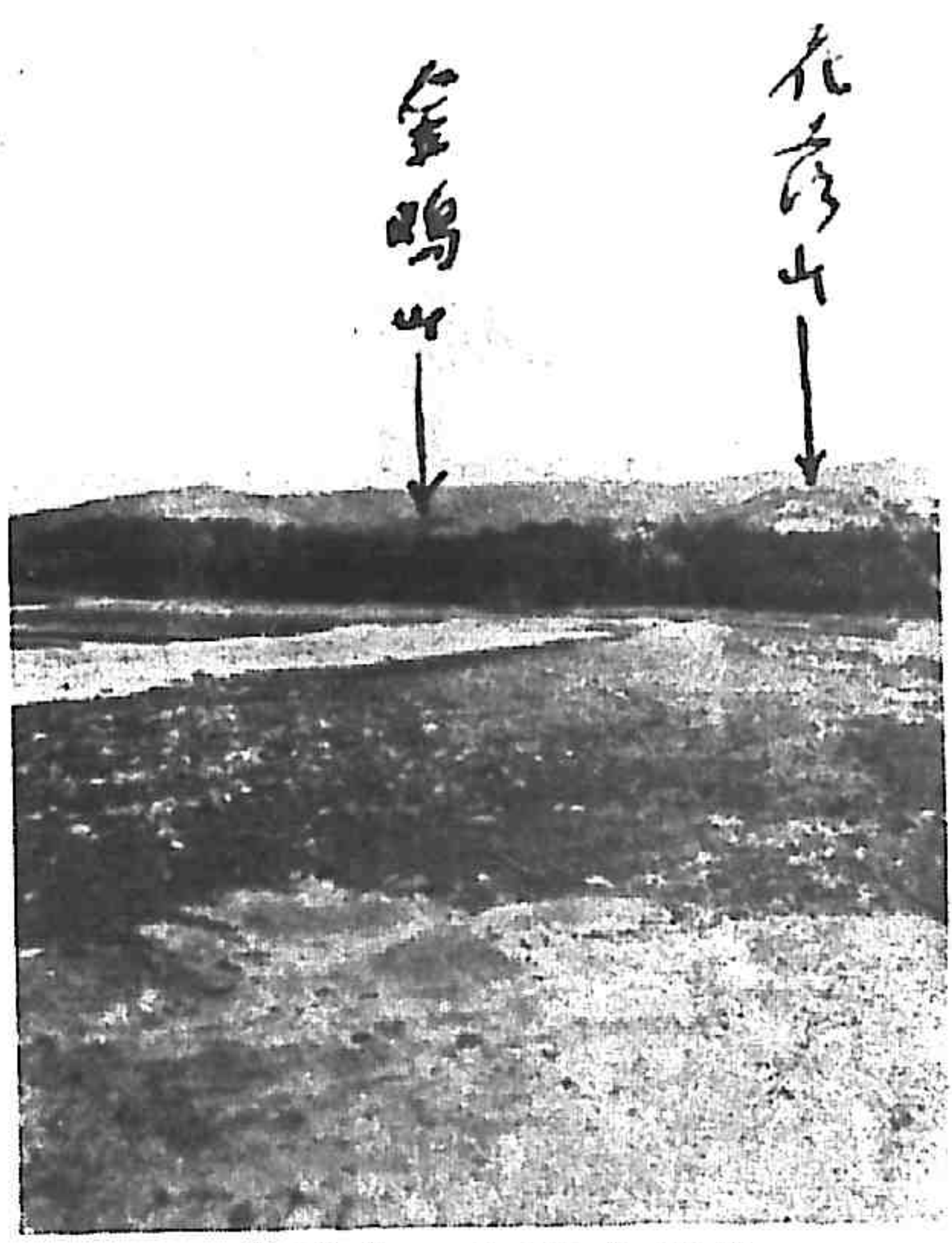
博山鉛石頁岩提製鋁氧初步試驗

黃海化學工業研究社

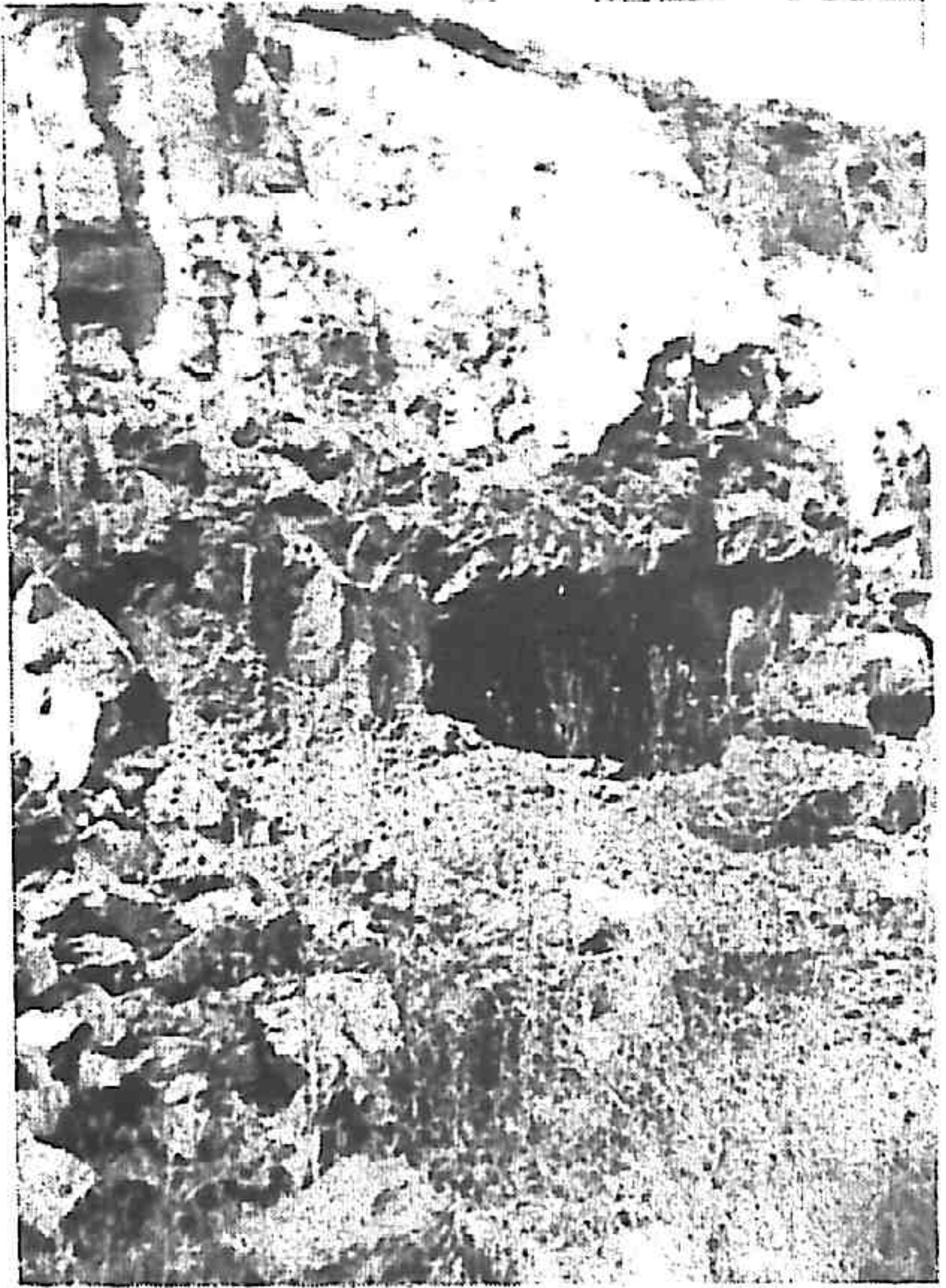
研究報告第四號

國立北平圖書館現代工業資料展覽會

月二年四廿國民
際社究研業工學化海黃
館書圖中北立國



花落山，金鷄山遠景



花落山之鉛石頁岩
洞係探掘磁土之遺跡

目 錄

- 一. 引言
 - 二. 鋁石頁岩樣品之採集及其分析
 - 三. 鋁氧之提取及其歷史
 - 四. 試驗
 - A. 鹼灰添加量試驗
 - B. 石灰添加量試驗
 - C. 鹼灰收回量試驗
 - D. 鋁氧純度之試驗
 - E. 排除鋁酸鈉溶液內矽氧之試驗
 - 1. 按 $\text{Ca(OH)}_2/\text{SiO}_2$ 加適量石灰
 - 2. 加壓處理
 - 五. 結語
- 附英文摘要

博山鋁石頁岩提製鋁氧初步試驗 (第一報)

張承隆

謝光遜

一 引言

鋁及其合金，因其質輕，氧化遲緩，及不易生銹等特性，用途至廣，如製造飛機電具機械，及一切家常器皿，幾無不合用，因其特性之優，故需要之殷，大有取鋼鐵而代之之勢。至其氧之化合物，在工業科學兩方面，應用尤廣。觀世界各國對於可供提鋁之鋁石 (Bauxite) 鑛床，競相搜採，不遺餘力，於純鋁之提製，更加以縝密之研究，非無故也。

歐戰前德人經營淄川煤礦時代，曾在我國山東博山淄川間發現鋁石頁岩 (Bauxite Shale) 日本地質調查所技師 Kyukichi Watanabe⁽¹⁷⁾ 亦曾從事研究。至關於地質方面，如鋁石頁岩分布之狀況，鑛床之成因，及其儲量之多寡，北平地質調查所王竹泉先生復有極詳細之研究報告⁽¹⁾ *，足資參考。惟關於工業化學方面之如何應用，似尚未引起國人十分注意。本篇研究主旨，在按照我國工業情形，及該鋁石頁岩固有之特性，試驗提製純粹鋁氧，以爲工業試驗之基礎。茲將初步試驗所得先行分別布露，甚願藉以引起國人對於該鑛研究之興趣也。



「總計沿膠濟路張博支線之鋁石頁岩，儲量共達二萬七千一百萬噸，此
頁岩內，究含有鋁石富集帶若干噸，頗難確算，若據野外觀察所得，
假定鋁石富集帶在頁岩儲量內占三分之一則可得六千八百萬噸云……」

二、 鋁石頁岩樣品之採集及其分析

鋁石頁岩樣品之採集，係經北平地質調查所之介紹，由本社特派社員在山東博山之石廟山，金鷄山，花落山等處，採來石樣各約八百餘斤，分別製成平均代表原樣選樣兩類，加以分析。分析方法係完全採用 R, Z, Method Analysis of Bauxite ⁽¹³⁾ 其結果如下表：

第 一 表

地 點	石廟山原樣	石廟山選樣	花落山原樣
鋁 氧 (Al_2O_3)	50.82	50.28	51.64
鐵 氧 (Fe_2O_3)	12.88	14.44	13.01
鈦 氧 (TiO_2)	1.50	2.00	1.50
矽 氧 (SiO_2)	21.33	19.08	20.22
揮 發 物	13.30	14.24	13.54

綜觀各研究報告，及此次分析結果，兩相比較，頗足証明博山鋁鑛並非鋁石 (Bauxite) 實為一種含鋁氧較富之頁岩 (Shale of high Alumina Content) 殆無疑義。且石廟花落兩山頁岩，無論原樣或選樣，其中所含矽氧鐵氧，二者成分均高，自不能目為佳鑛，然其鋁氫含量恒達五十分以上，不無提製鋁氧之價值。鐵氧雖高，如採用鹼類法 Alkaline method，並不妨礙工作，惟矽氧含量太高，為本研究極端注意之點。

茲將世界各國鋁石鑛之成分，可供提製鋁氧者選擇數種列表於下，以資比較，表內所述，均係平均成分，頗足以代表各該國鋁石鑛成分之一班。

第 二 表 (14)

Country	Africa	British Guiana	France (var)	Germany	India	Italy	Jugo- slavia	North America	Roumania
District	Gold coast. Mt. Ejuanema	Christiansburg	Thoronet (red)	Hesse	Central Provinces. Jabalpur	Carriola	Dalmatia	Arkansas	Bihar
Alumina Al_2O_3	60.6	67.3	66.2	53.1	60.5	63.1	56.3	59.8	58.7
Iron Oxide Fe_2O_3	9.8	1.5	19.3	10.6	2.7	23.6	22.0	2.1	25.9
Silica SiO_2	1.4	2.9	0.9	4.9	2.0	4.2	0.9	5.7	1.2
Titania TiO_2	2.2	1.1	0.9	2.8	8.5		2.9	1.9	2.7
Water H_2O	25.6	27.5	12.4	27.8	25.0	8.3	17.9	30.5	11.7

三， 鋁氧之提取及其歷史

鋁氧爲極不易還原之氧化物，如逕由鋁石內提製純鋁，恐在鋁氧尚未起還原作用以前，礦石內所含之其他金屬氧化物，已經還原，變成各該金屬，極易與鋁熔成合金，致不純粹。故提製純鋁恒須兩步工作，第一先製純鋁氧，第二由純鋁氧再製純鋁。

提製鋁氧，恒因鋁礦性質及其所含雜質多寡不同，而研究其適宜方法。綜觀各國研究結果，及專利發明 (Patents) 簡括言之，約可分爲三類。

(1). 鹼類法⁽²⁰⁾ 一如貝氏 (Bayer)^(2,3) 用氫氧化鈉溶液與礦石粉加壓同煮，或白氏⁽³⁾ Deville Pechiney 用碳酸鈉與礦石粉同燒，使鋁石內之鋁氧起化學作用，變成可溶性之鋁酸鈉 Na_2AlO_2 鹽。以除去其他離質。此類成法用之於矽氧成分極低之鑛爲宜，鐵氧含量略高無碍。

(2). 酸類法^(6,20) 利用硫酸，鹽酸，氫沸酸等，酸性鹽類，或氣體酸類，先製純粹鋁鹽，再用高溫或沈澱法製成純鋁。此法用之於矽氧含量較高之鑛⁽⁴⁾ 如高嶺 (Kaolin) 磁土 (China Clay) 長石 (Felspar) 榴石 (Leucite)⁽⁵⁾ 爲宜。如礦石內含鐵分略高尙須有相當精製手續。

(3). 電力高溫法⁽²⁰⁾ 如哈氏 (Haglund)⁽⁷⁾ 及郝氏 (Hall)⁽⁹⁾ 諸法，利用電力高溫，及炭素，使鋁礦內雜質還原，而成合金，因之與鋁氧分離。此法用之於含矽氧鐵氧較富之鋁石頁岩極爲相宜。然所得之鋁氧，尙須經過相當之精製手續，始合製鋁之用。

現在提製純粹鋁氧，採用之法，在工業應用上，不外貝氏

(Bayer) 及白氏 Deville Pechiney 諸法，尤以貝氏法爲最普遍，然對於鋁石所含矽氧 (SiO_2) 成分限制極嚴，普通不得過 5%。哈氏郝氏 (Hall and Haglund) 法經一再改正⁽⁹⁾，如電力費用低廉已足資工業應用。其他專利發明，雖不勝枚舉，然或因設備困難，或因製法未精，多未能施之於實用也。

博山鋁石平均矽氧鐵氧成分含量既高，試驗方向似應趨重哈氏郝氏電力高溫諸法。然反觀我國電氣事業未發達，而國產純鹼 (P. A. Sodium Carbonate) 頗有取給之便利，自應斟酌特殊情形研究我國特產的利用。故經過種種初步試驗，次先研究鹼灰 (Soda Ash) 應用方法，以比較其(一)鋁氧取出量(二)鹼灰收回量及(三)鋁氧之純度，以定其有無工業應用之價值。至所用試料更以此次採集之鋁石頁岩中含矽氧 (SiO_2) 最高之石廟山原樣一種爲限。

(四) 試 驗

(A) 鹼灰添加量試驗

取細粉 (100mesh) 鋁石 20 克作試料。按照 $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$, $\text{Na}_2\text{O}/\text{Fe}_2\text{O}_3$ 及 $\text{Na}_2\text{O}/\text{TiO}_2$ 分子比數用各種異量鹼灰 (永利純鹼)⁽¹⁰⁾ 添加試驗，法以兩者混合均勻置入白金製皿，再送入電爐中加熱，待溫度上昇至 1000°C 時繼續灼熱三小時半然後取出，溫度以 (Platinum Iridium Thermo-couples) 熱量表所指示之度數爲準，是時鋁石粉已與鹼灰化合成褐綠色之焦塊鋁酸鈉 (Na AlO_2) 矽酸鈉 (Na_2SiO_3) 鐵酸鈉 ($\text{Na}_2\text{Fe}_2\text{O}_4$) 及鎢酸鈉 (Na_2TiO_3) 等之混合物。質頗堅，不易播碎，但用熱水浸之，則分解成氫氧化鐵 ($\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$) 鋁酸鈉 (Na AlO_2) 氫氧化鈉 (Na OH) 矽酸鈉 (Na_2SiO_3) 及鎢

酸 TiO_2 等物而鬆軟。用沸水浸出鋁酸鈉與氫氧化鈉，濾之則鐵氧，矽酸等均留於漏紙上，是曰殘渣(Red mud)。

濾液初呈深綠色，俟稀釋後，略顯混濁，蓋因濾液內所含之微量鐵酸鈉，與一部分鋁酸鈉因濃度變更而析出，故又將濾液再煮沸一次，濾之，得清澄之濾液，濾過之混濁物，俟乾燥燃燒後稱之得 0.035—0.037 克。濾液全溶積為 1000^{cc} 取 25^{cc} 濾液用矽精水(NH_4OH)洗滌鋁氧，脫水後稱之，減去鐵氧重量即為本試驗取出之鋁氧量。又取出一定容積之濾液，通炭酸氣，使($Na AlO_2$)洗滌為 $Al(OH)_3$ 從溶液內析出，然後過濾洗滌，所得濾液再用 $\frac{1}{10} N-H_2SO_4$ 滴定計算鹼灰收回量，所得結果如下：

第 三 表

No.	矽石;	鹼灰;	分子比		試液;	鋁氧取出量;	鋁氧之百分數;	殘渣;	鹼灰收回量;	鹼灰收回百分數;
			鹼灰	鋁氧;						
1	29 克	15.3 克	1.2		25cc	0.1550 克	61.00	15.6 克	未定量	未定量
2	20 ,,	16.45,,	1.3		25cc	0.1600 ,,	62.97	14.7 ,,	,, ,,	,, ,,
3	20 ,,	17.8 ,,	1.4		25cc	0.1875 ,,	73.78	14.0 ,,	,, ,,	,, ,,
4	20 ,,	18.99,,	1.5		25cc	0.200 ,,	78.71	13.9 ,,	13.68	72.75
5	20 ,,	20.2 ,,	1.6		25cc	0.1950 ,,	76.80	14.5 ,,	未定量	未定量
6	20 ,,	21.3 ,,	1.7		25cc	0.1900 ,,	74.80	16.8 ,,	,, ,,	,, ,,

觀第三表所得結果，知鋁氧取出量甚低，蓋因石廟山矽石頁岩內矽酸成分過高，當煨燒時，易與一部分鋁氧及碳酸鈉化合，成不溶性之鈉鋁矽酸鹽類，因之鋁氧與碳酸鈉損失極巨。

貝氏⁽⁴⁾以為該不溶性之化合物其分子式應為 $Al_2O_3 \cdot Na_2O \cdot 3SiO_2 \cdot 9H_2O$ 然究竟是否如氏所云，至今尙未能確切證明。然 SiO_2 含量愈高，則 Al_2O_3 及 Na_2CO_3 之損失量亦愈大，且所得之鋁氧

內含矽氧亦愈高，固爲一般製鋁工業者所承認之事實。故用鹼類法提取鋁氧，對於鋁石之矽氧含量限制極嚴，非無故也。如美國採用之鋁石，其矽氧含量最高不得過7%。同時歐洲因有含矽氧量較低之鋁石，故限制較美尤嚴平均含量須於小5%。

此次利用鹼灰煨燒試驗結果最佳者鋁氧取出量爲 78.71 %。鋁純度爲 96.34% 內含矽氧 2.98% (見第七表)，鹼灰收回量爲 72.95 %。

至於鹼灰之損失，除因與鋁氧化合成不溶性之鈉鋁矽酸鹽類外，更有與矽氧化合成可溶性矽酸鈉之可能，因之影響鋁氧之純度。本此設想，再作試驗如下。

(B.) 石灰添加量試驗

石灰添加試驗，其目的在使鋁石頁岩內所含之矽氧，能直接或間接與石灰起化學作用，生成不溶性之矽酸鈣，以期鋁氧取出量，及鹼灰收回量，同時增加。

由試驗(A)所得結果，知鹼灰對鉍石中之鋁氧分子比以 1.5 爲最適。故本試驗用鉍石 20 克加鹼灰 19 克作試料，而按照 (CaO/SiO_2) 分子比數添加各種異量石灰⁽¹⁶⁾ 試之。

試驗方法與前無異，惟灼熱後所得焦塊，較爲鬆軟易於搗碎。

濾液中仍有少量之鐵酸鈉 Sodium Ferrite 侵入。故浸出液初呈深綠色，殆被洗滌液稀釋後，因濃度變更關係，後受空氣氧化作用有白濁膠狀物析出，其量雖微，然甚礙濾過工作之迅速。得清澄濾液後，全容積沖淡至 1000 cc 仍依前法求鋁氧之取出量。結果如下：

第 四 表

No.	軟石;	鹼灰;	石 灰;	石灰 / 矽酸	試 樣;	鋁氧得量;	鋁 氧 之 百分數;	殘渣;
1	20 克	19 克	4.96 克	0.8	25cc	0.1580 克	62.20	19 克
2	„	„	5.58 „	0.9	25cc	0.2162 „	85.10	17.5 „
3	„	„	6.20 „	1.0	25cc	0.2225 „	87.58	17.0 „
4	„	„	6.80 „	1.1	25cc	0.2332 „	91.80	18.0 „
5	„	„	7.44 „	1.2	25cc	0.2450 „	80.66	20.0 „
6	„	„	8.07 „	1.3	25cc	0.1900 „	74.76	21.0 „
7	„	„	8.68 „	1.4	25cc	0.1825 „	71.82	22.5 „
8	„	„	9.30 „	1.5	25cc	0.1800 „	70.85	23.3 „

(C.) 鹼灰收回量試驗

鹼灰收回量之試驗，係採用直接滴定與間接滴定兩法，

直接滴定法一從(B)試驗所得之浸出液 1000^{cc} 中取出 50^{cc} 通 CO₂ 使鋁氧沈澱而析出，過濾，充分洗滌，然後用 N-H₂SO₄ 滴定其濾液而計算之。

間接滴定法一從(B)試驗所得之浸出液 1000^{cc} 中取出 50^{cc} 加過量之硫酸規定液 N-H₂SO₄ 煮沸放冷後，再用氫氧化鈉規定液 N-Na.OH 滴回(Titrate Back)以所得之差數減去 Al₂O₃ 應用之 N-H₂SO₄ 量計算鹼灰收回量。兩法均用 MethylOrange 為指示藥，試驗結果如下：

第 五 表
鹼 灰 收 回 量

No.	石灰 / 矽酸;	試樣;	直接滴定法		間接滴定法	
			N-H ₂ SO ₄ ;	鹼灰收回量 / 百分數;	cc N-H ₂ SO ₄ ;	鹼灰收回量 / 百分數;

1	0.8	50 ^{cc}	13.95 ^{cc}	77.84	14.85 ^{cc}	82.87
2	0.9	50,,	14.10 ,,	78.67	14.95 ,,	83.43
3	1.0	,,	14.65 ,,	81.75	15.50 ,,	86.47
4	1.1	,,	15.20 ,,	84.81	16.15 ,,	90.17
5	1.2	,,	15.05 ,,	83.96	16.15 ,,	90.17
6	1.3	,,	14.95 ,,	83.43	16.00 ,,	89.27
7	1.4	,,	14.80 ,,	82.59	15.80 ,,	88.16
8	1.5	,,	14.95 ,,	83.43	15.70 ,,	87.60

第四表及第五表所示之鋁氧取出量，及鹼灰收回量，因石灰之添加，均有極顯然之進步。石灰添加量之 $\text{Ca}(\text{OH})_2/\text{SiO}_2$ 以 1.1 為最適宜，過此雖石灰添加量繼增，而鋁氧取出量反因之漸減。蓋煨燒時所配之分劑 (Charge.) 如石灰添加量不足，當用水浸洗時，其中鋁氧每易與 SiO_2 化合成不溶性之鈉鋁矽酸鹽類 Soda. aluminium Silicate. 如含有過量石灰，又易成不溶性之鋁酸鈣 Calcium Aluminate. 兩者均為鋁氧損失之主因，故石灰添加量與鋁氧取出量，有極密切之關係，頗值吾人之深切注意者也。

用直接滴定間接滴定兩法，試驗鹼灰收回量，所得結果，前者恒較後者為低，此固係當然事實。惟石灰之添加量雖照 $\text{Ca}(\text{OH})_2/\text{SiO}_2$ 比例自 1.2 繼續增加，而從滴定法推得之鹼灰收回量，反有減低之勢，其原因未明。

(D) 鋁氧純度之試驗

從鋁氧取出量最高之試驗 (A.) No. 4 及 (B.) No. 4 之抽出液 1000^{cc} 中各取出 250^{cc} 為試料，在 70°C 恒溫之下，通入洗滌過之

CO₂至沈澱完全為止，過濾洗滌，乾燥，稱量，一如常法，再分析所得之氫氧化鋁Al(OH)₃，結果如下：

第 六 表
氫 氧 化 鋁 之 成 分

試 驗	表	No.	水 分	鋁 氧	鐵 氧	矽 氧	鈉 氧
A	3	4	30.75 %	61.02 %	0.15 %	1.87 %	6.19 %
B	4	4	32.65 %	65.80 %	0.05 %	0.32 %	0.64 %

更將第六表內水分與鈉氧成分改為定數（如0.2），按成分比例推算其餘鋁氧矽氧之百分數，列表以便比較。

第 七 表

試 驗	表	No.	水 分	鋁 氧	鐵 氧	矽 氧	鈉 氧
A	3	4	0.20	96.42	0.24	2.94	0.20
B	4	4	0.20	38.25	0.08	1.25	0.20

(E.) 排除 鋁酸鈉溶液內矽氧之試驗

鋁石與鹼灰煨燒時，雖曾加入相當石灰量，以防止矽氧成可溶性鹽類，然據試驗結果，仍有一部分矽氧與抽出液同時存在，致所得之鋁氧內矽氧含量頗高，故抽出液在未通CO₂以前，應再處理一次，使可溶性矽氧完全除去，以期增進鋁氧之純度。

1. 按 Ca(OH)₂/SiO₂ 加適量石灰

取鋁石粉300克按試驗(B.) 鋁氧取出量最高之 No. 4比例配備鹼灰與石灰分量，拌勻後，分置筆鉛坩堝內，置焦炭爐 Muffle Furnance內，以 1000°C 溫度煨燒三小時半，放冷碾成細粉，用 Battery式巡環法製成濃厚溶液*1500^{cc}其比重用 Westphal Balance 測定為 1.135。

第一步：先分析該溶液內 SiO_2 、 Al_2O_3 及 Na_2CO_3 含量，以爲計算石灰添加量及鋁氧損失量之準備，結果 SiO_2 爲 1.529 %， Na_2CO_3 爲 14 %， Al_2O_3 爲 73.44 %。

第二步：取每份 250^{cc} 溶液五份，分置 500^{cc} 容積之硬質燒瓶 Kjeldahl Flask·Pyrex 內，按第一步分析所得結果之分子比數 $\text{Ca}(\text{OH})_2/\text{SiO}_2$ 及 $\text{Ca}(\text{OH})_2/\text{Na}_2\text{O}$ ，添加異量石灰，振蕩均勻，上裝逆流冷卻器 Reflux Condenser，煮沸約三十分鐘，放冷，用水壓抽氣機 (Suction Pump) 濾去沈澱，使各份所得濾液其體積仍保持 250^{cc} 以備試驗鋁氧純度之用。

※「註」：此次試驗目的，在添加異量石灰於濃厚之醋酸鈉溶液內，以比較其排除氧之功用如何。故試驗方向側重在製成濃厚溶液，以供排除氧試驗之需，對於全鋁氧 Total alumina 之抽出量多寡，並不注意。

第 八 表 試 樣 之 預 備

$\text{SiO}_2=1.529\%$; $\text{Na}_2\text{CO}_3=1.4\%$; $\text{Al}_2\text{O}_3=73.44\%$

No.	1	2	3	4	5
液 量	250 ^{cc}	250 ^{cc}	250 ^{cc}	250 ^{cc}	250 ^{cc}
氫氧石灰 / 破氧	1	1.5	2	2.5	3
氫氧石灰量	0.625 克	.937 克	1.250 克	1.512 克	1.875 克
氫氧石灰 和鹼灰 0.35 克	0.250 ,,	0.250 ,,	0.250 ,,	0.250 ,,	0.250 ,,
總氫氧石灰量	0.875 ,,	1.187 ,,	1.500 ,,	1.762	2.125
煮 沸 時 間	30 分	30 分	30 分	30 分	30 分
濾 液 容 積	250 ^{cc}	250 ^{cc}	250 ^{cc}	250 ^{cc}	250 ^{cc}

從上表試樣內各取 50^{cc} 分析其 Al_2O_3 及 SiO_2 含量結果如下：

第 九 表

Al₂O₃ 及 SiO₂ 在每立升容液內之含量

No.	試 樣	SiO ₂ g	SiO ₂ %/l	Al ₂ O ₃ g	Al ₂ O ₃ %/l
1	50 ^{cc}	0.0475	0.95	.3615	72.33
2	50 ^{cc}	0.0400	0.80	.3524	70.48
3	50 ^{cc}	0.0300	0.60	.3500	70.00
4	50 ^{cc}	0.0195	0.39	.3475	69.50
5	50 ^{cc}	0.0285	0.57	.3397	67.94

試閱第九表所示結果，可知因石灰之添加，矽氧含量雖有降低至極小限度之可能，然鋁氧含量之損失極巨；計石灰之添加量自 0.875 至 2.125 gms. 鋁氧含量則自 73.44 降至 69.50%_L，約為 6.69%。

且即以矽氧最低之 No.4 溶液通 CO₂ 使 Al₂O₃ 沈澱，其矽氧含量亦應在 0.51% 左右

2. 加 壓 處 理

取鑛石粉 600gm. 仍按試驗(B.)No.4 比例，配備鹼石灰分量。拌勻，煨燒，碾粉，一如前法。再以 4% Na₂CO₃ 之煮沸溶液用 Battery 式巡環法製成濃厚溶液加以分析其結果如下：

第 十 表

抽出液之全體積	1678.00 ^{cc}
比重	1.263
矽 氧 (SiO ₂)	3.12 %/l
鋁 氧 (Al ₂ O ₃)	117.20,,
鹼 灰 (Na ₂ CO ₃)	277.98,,

取上述溶液四份，每份容積爲 180^{cc}，分置約容 25^{cc} 之錫坩堝中，入加壓釜，加熱令達一定之壓力，保持一定時間放冷，然後取出，過濾，加以分析結果如下：

第 十 一 表

No.	1	2	3	4
液 量	180 ^{cc}	170 ^{cc}	180 ^{cc}	180 ^{cc}
壓力每 平方吋之磅數	80	85	90	95
時 間 (小 時)	3	3	3	3
溶液處理後之容積	196 ^{cc}	185	191 ^{cc}	189 ^{cc}
矽 氧 (SiO ₂) g ₁	.832	.661	.576	.494
鋁 氧 (Al ₂ O ₃) „	115.80	116.45	115.90	115.42
鹼 灰 (Na ₂ CO ₃) „	268.72	269.35	271.23	272.51

試閱第十一表所示結果，利用加壓處理，而排除鋁酸鈉濃厚溶液 (Sp.gr 1.263) 內之矽氧，試驗所獲成績極佳，頗堪注意。計矽氧含量自 — 3.12% 降低至 0.494 g₁，同時鋁氧損失量祇有 (117.2—115.42) 1.78% 或 1.5%

從加壓處理後之溶液內，每份取 100^{cc} 再通 CO₂ 使 Al₂(OH)₃ 沈澱然後過濾，用沸水充分洗滌，用 110°C 恆溫乾燥。分析其結果如下：

第 十 二 表
氫氧化鋁 (Al₂(OH)₃) 之純度⁽¹³⁾

No.	1	2	3	4
Al ₂ O ₃ by diff.	68.563	68.763 [*]	68.877	69.046
Fe ₂ O ₃	0.052	.05	.048	.05

SiO ₂	.265	.167	.145	.124
Na ₂ O	.75	.78	.81	.76
H ₂ O	30.37	30.22	30.12	30.02

將第十二表各氫氧化鋁之水分及Na₂O改為定數(如0.5%)再按成分比例推算，其餘鋁氧，鐵氧，矽氧，之百分數，列表如下，以資比較。

第 十 三 表
氧 化 鋁 之 純 度

No	1	2	3	4	5
Al ₂ O ₃	98.549	98.703	98.725	98.756	
Fe ₂ O ₃	.073	.059	.069	.071	
SiO ₂	.378	.238	.206	.173	
Na ₂ O	.50	.50	.500	.50	
H ₂ O	.50	.50	.500	.50	

合於電解使用之鋁氧純度，茲略舉二三如次，

	1 (18)	2 (19)	3 (3)
Al ₂ O ₃	97.50% 以上	98.0% 最低	98.0—99.5%
Fe ₂ O ₃	0.03—0.15	0.1 最高	
SiO ₂	0.05—0.25	0.3	Si不得超過1%
H ₂ O	0.5—2.0	1.0	
Na ₂ CO ₃	0.5—1.25		

五 • 結語

本篇試驗結果，頗可證明，從矽氧成分較高之博山岩石頁

岩內提製純粹鋁氧，以供製鋁之用，極有希望；惟仍須經過大規模試驗，得有半工業式之試驗成績，始能據以確定有無工業應用之價值也。

本篇試驗，關於介紹原料，供給參考，及磨製顯微照片等極承北平地質調查所協助，書此誌謝。

對於博山鋁石頁岩之研究，上年暑期復有燕京大學高敏靈先生爲其碩士論文，經 E. O. Wilson 教授之介紹，來社試驗。所採用之樣品，係花落山鋁石頁岩，亦附此誌之。

二十一年十二月脫稿

SUMMARY

1. The nature of the so-called Po-shan Bauxite Shale belongs probably more to that of an aluminous shale rather than to Bauxite, as shown below in the analysis made with the typical samples taken from different spots of the deposit:—

	Shi-Miao-Shan	Hwua-Luo-Shan
Alumina	50.82 %	51.64 %
Ferric oxide	12.88 „	13.01 „
Titania	1.50 „	1.50 „
Insolubles	21.33 „	20.22 „
Loss on ignition	13.30 „	13.54 „

2. In the course of attempting to concentrate the shale for Al_2O_3 , which is the main purpose of this preliminary experiment, various methods were tried. The one that proved itself most satisfactory was the Dry Method of roasting the material with sodium carbonate and lime, and extracting the roasted charge with boiling water and then after filtering, either to the solution was directly passed through CO_2 , or for the purpose of purification (desilication) first boiled under pressure and then charged with gas. Under favorable conditions, as will be stated presently, this method, although generally known as unsuitable for high Silica content material, gave good results. This is illustrated by the fact that, for example, 91-93% alumina could be extracted with the Shi-Miao-Shan sample, and the product contains:

Alumina	98.25
Ferric oxide	0.08
Silica	1.25
Na ₂ O	0.20
Water	0.20

In applying the process of purification or desilication by digesting the sodium aluminate solution under pressure, the silica content could be considerably reduced, as may be seen in the following:

Alumina	98.756
Ferric oxide	0.071
Silica	0.173
Na ₂ O	0.500
Water	0.500

Consequently of the total alumina only 1.51% was lost during the operation.

3. The optimum conditions in working with the method as found in this preliminary experiment may be enumerated below:

- a. Roasting temperature-1,000-1,100°C
- b. Time of roasting-3 to 3 1/2 hours.
- c. Fineness of the ore ground not less than 80 mesh.
- d. Molecular ratio of the alkali and alkaline earth added to the ore, Na₂CO₃ : Al₂O₃ = 1.5 : 1, Ca(OH)₂ : SiO₂ = 1.1 : 1, with an allowance for ferric oxide and titania.

- e. Thorough mixing with the flux.
 - f. Efficient stirring when extracted with boiling water.
 - g. Desilication Pressure-95 lbs.
4. Mention should be made of the interesting point in connection with the use of this method that the percentage of the alkali recovered as carbonate from the direct and indirect titration of the aluminate solution are 84.81 and 90.17% respectively.
 5. The results of this preliminary experiment show that the method applied is highly encouraging, if the conditions for desilication are carefully observed. However, in order to test out the economic value of this method, experiments of larger scale should be proposed.



參 考 文 獻

1. 山東博山淄川鋁鑛研究，王竹泉，地質彙報十八號五十七至七十二頁
2. Aluminium, by G. Mortimer, 1919, pp. 22-23
3. Anon., Aluminium (Bauxite) Deposits and the production of aluminium, Engineering. Vol. 106, 1918, pp. 163-165, 191-193, and 218-220.
4. Jour. Ind. Eng. Chem. Vol. 5, 331, 1913.
5. Jour. Chem. Soc. Vol. 43, 158-168, 1924.
6. Acid processes for the extraction of alumina, U. S. Dept. of Commerce Bureau of Mines, Bulletin 267.

7. Jour. Ind. Eng. Chem. Vol. 18, 67-8, 1926.
8. Hall, C. M., U. S. Pat. 677, 207-8, June 25, 1901.
9. Frary, F. C., U. S. Pat. 1,534, 031, Apr. 21, 1925, Horsfield
B. T., Brit. Pat. 262. 405, Jan. 19, 1928.
10. Cobb, J. W., Jour. Soc. Chem. Ind., 29, 399, 1910.
11. Bayer, Karl Josef, U. S. Pat. 515,895, March 6, 1894.
12. Everhart. E., U. S. Pat. 1,397,414, Nov. 15, 1921.
13. Scott, Standard Method of Chemical Analysis, 17f-17i, 1925.
14. Knibbs, The Industrial Use of Bauxite, 41, 1928.
15. 永利製鹼公司鹼灰之分析表

Na_2CO_3	99.06
NaHCO_3	nill.
NaCl	0.87
Fe_2O_3	.005
Insoluble matter	.07

16. Calcium Hydrate, Ex. Pure, Thomas Morson & Son, Ltd.,
London.
17. kyukichi watanabe, Jap. Jour. Geol. Geo., Vol. iii, No. 3-4,
P. 88, 1924.
18. Cyril S. Fox, Bauxite, P. 189, 1927.
19. Dr. F. winterer, "Die Aluminium Industrie".
20. Edwards frary and Jeffries, The Aluminium Industry, Vol. 1,
124, 170, and 236, (1930).



