(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2024-0163617
(43) 공개일자 2024년11월19일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C01F 11/46 (2006.01) *A61K 8/23* (2006.01)
A61K 8/25 (2006.01) *C01B 33/18* (2006.01)
(52) CPC특허분류
C01F 11/46 (2013.01)
A61K 8/23 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2024-7029016
(22) 출원일자(국제) 2023년03월16일
심사청구일자 없음
(85) 번역문제출일자 2024년08월28일
(86) 국제출원번호 PCT/JP2023/010212
(87) 국제공개번호 WO 2023/176912
국제공개일자 2023년09월21일
(30) 우선권주장
JP-P-2022-043020 2022년03월17일 일본(JP)

(71) 출원인
사카이 가가쿠 고교 가부시키가이샤
일본국 오사카후 사카이시 사카이쿠 에비스지마쵸 5쵸 2반치
(72) 발명자
스에다 사토루
일본 후쿠시마켄 이와키시 이즈미마치 시모가와아자 다즈쿠 110반치 사카이 가가쿠 고교 가부시키가이샤 나이
고바야시 게이타
일본 오사카후 사카이시 사카이쿠 에비스지마쵸 5쵸 1반치 사카이 가가쿠 고교 가부시키가이샤 나이
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
특허법인코리아나

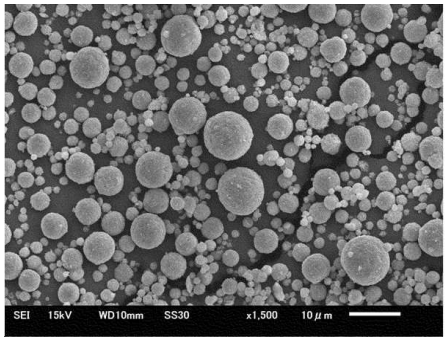
전체 청구항 수 : 총 7 항

(54) 발명의 명칭 **황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자 및 그 제조 방법**

(57) 요 약

본 발명은,「의약 부외품 원료 규격 2021」에 기재된「황산바륨」의「염산 가용물」및「가용성 바륨염」의 요건에 적합한 구상 입자를 제공하는 것을 목적으로 한다. 본 발명은,「의약 부외품 원료 규격 2021」의「황산바륨」의 규격에 있어서의「염산 가용물 및 가용성 바륨염」의 순도 시험을 실시한 경우에, 염산 가용물이 15 mg 이하가 되고, 또한,「가용성 바륨염」의 시험을 실시한 시험액의 흡광도가 0.03 미만이 되는 것을 특징으로 하는 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자에 관한 것이다.

대 표 도



(52) CPC특허분류
A61K 8/25 (2013.01)
C01B 33/18 (2013.01)
C01P 2004/32 (2013.01)
C01P 2004/64 (2013.01)
(72) 발명자
구니요시 유키히로
일본 후쿠시마켄 이와키시 이즈미마치 시모가와 아자 오츠루기 1-102 사카이 가가쿠 고교 가부시키가이샤 나이
고모리 사토시
일본 후쿠시마켄 이와키시 이즈미마치 시모가와 아자 다즈쿠 110반치 사카이 가가쿠 고교 가부시키가이샤 나이

명 세 서

청구범위

청구항 1

「의약 부외품 원료 규격 2021」의「황산바륨」의 규격에 있어서의「염산 가용물 및 가용성 바륨염」의 순도 시험을 실시한 경우에, 염산 가용물이 15 ㎎ 이하가 되고, 또한,「가용성 바륨염」의 시험을 실시한 시험액의 흡광도가 0.03 미만이 되는 것을 특징으로 하는 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

「의약 부외품 원료 규격 2021」의「황산바륨」의 규격에 적합한 것을 특징으로 하는 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자.

청구항 3

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

진구도가 1.10 이하인 것을 특징으로 하는 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자.

청구항 4

제 1 항 내지 제 3 항 중 어느 한 항에 기재된 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자를 포함하는 것을 특징으로 하는 화장료.

청구항 5

황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자를 제조하는 방법으로서,

그 제조 방법은, 황화바륨과 황산의 반응으로 얻어진 황산바륨을 주기표 제 1 족 혹은 제 2 족 원소의 황산염 수용액, 또는 황산으로 세정하는 제 1 공정,

그 세정 후의 황산바륨을 용매에 리펄프하여 황산바륨 슬러리를 조제하는 제 2 공정,

그 황산바륨 슬러리와 실리카를 혼합하여, 그 혼합물의 일부를 분무 건조시키고, 800 ~ 1100 ℃ 에서 소성한 것에 대해「의약 부외품 원료 규격 2021」의「황산바륨」의 규격에 있어서의「염산 가용물 및 가용성 바륨염」의 순도 시험을 실시한 경우에

(a) 염산 가용물이 15 ㎎ 이하, 또한「가용성 바륨염」의 시험을 실시한 시험액의 흡광도가 0.03 미만, 또는,

(b) 염산 가용물이 14 ㎎ 이하, 또한,「가용성 바륨염」의 시험을 실시한 시험액의 흡광도가 0.03 이상

중 어느 것에 해당하는 혼합물을 얻는 제 3 공정,

그 제 3 공정에서 얻어진 혼합물이 (b) 에 해당하는 경우에, 그 혼합물에 대해, 원료 황산바륨의 중량에 대해 0.05 ~ 0.40 질량% 가 되는 비율의 주기표 제 1 족 또는 제 2 족 원소의 염을 첨가하는 제 4 공정,

그 제 4 공정에서 주기표 제 1 족 또는 제 2 족 원소의 염이 첨가되었거나 또는 첨가되지 않은 혼합물을 분무 건조시켜 건조물을 얻는 제 5 공정, 및,

그 건조물을 800 ~ 1100 ℃ 에서 소성하는 제 6 공정을 포함하는 것을 특징으로 하는 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자의 제조 방법.

청구항 6

제 5 항에 있어서,

상기 황산바륨 슬러리와 실리카를 혼합하여 혼합물을 얻는 제 3 공정은, 황산바륨 슬러리 중의 황산바륨과 실리카의 합계 중량에 대한 실리카의 중량 비율이 1 % 이상이 되도록 실리카를 혼합하는 공정인 것을 특징으로 하

는 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자의 제조 방법.

청구항 7

제 5 항 또는 제 6 항에 있어서,

상기 실리카는, 평균 입자경이 1 ~ 100 ㎚ 인 것을 특징으로 하는 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자의 제조 방법.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은, 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자 및 그 제조 방법에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 무기 입자에는 다양한 형상의 입자가 있으며, 예를 들어 구상의 무기 입자는, 광의 확산율을 증가시켜 배합물에 높은 헤이즈를 부여하거나, 광택을 제거하거나 할 목적에서 화장료나 도료에서 사용되는 등, 각종 용도에서 사용되고 있다. 특히 화장료에 있어서는, 무기 입자가 구상으로 피부에서 구르기 쉬운 것을 이용하여, 매끄러운 느낌이나 부드러움, 퍼짐 등의 감촉을 개량할 목적에서도 배합되고 있다. 구상 입자로는, 산 및 알칼리에 난용인 것, 물이나 유기 용매에 대한 용해도가 낮은 것, 가격면에서도 저렴하고 화학 합성이 용이한 것 등의 관점에서, 황산바륨이 사용되고 있다. 또 최근에는, 해양 오염이 문제가 되고 있는 마이크로플라스틱의 대체 재료로서도 황산바륨이 검토되고 있다.

[0003] 화장료 용도에 적합한 구상의 황산바륨으로서 실리카와의 복합 입자가 제안되어 있으며, 특허문헌 1 에서는, 수산화바륨과 황산으로부터 황산바륨을 조제하고, 그 황산바륨과 실리카 졸을 포함하는 슬러리를 조제하고, 그 슬러리를 분무 건조시켜, 얻어진 건조물을 200 ~ 1100 ℃ 에서 소성함으로써 황산바륨과 실리카의 구상 복합 분말을 얻고 있다.

선행기술문헌

특허문헌

[0004] (특허문헌 0001) 일본 특허공보 제6390756호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0005] 황산바륨과 실리카의 구상 복합 분말의 제조 방법으로서 특허문헌 1 과 같은 방법이 제안되어 있다. 그러나, 이 제법으로 조제한 황산바륨과 실리카의 구상 복합 분말은「의약 부외품 원료 규격 2021」에 있어서의「황산바륨」의「염산 가용물」과「가용성 바륨염」의 요건을 만족하지 않아,「의약 부외품 원료 규격 2021」에 적합한 것은 아니었다.

[0006] 본 발명은, 상기 현 상황을 감안하여,「의약 부외품 원료 규격 2021」에 기재된「황산바륨」의「염산 가용물」및「가용성 바륨염」의 요건에 적합한 구상 입자를 제공하는 것을 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

[0007] 본 발명자들은,「의약 부외품 원료 규격 2021」에 기재된「황산바륨」의「염산 가용물」및「가용성 바륨염」의 요건에 적합한 구상 입자를 얻는 방법에 대해 검토하였다. 그리고, 황화바륨과 황산의 반응으로 얻어진 황산바륨을 원료로 하고, 그 황산바륨을 주기표 제 1 족 혹은 제 2 족 원소의 황산염 수용액, 또는 황산으로 세정 후에 조제한 황산바륨 슬러리에 실리카를 혼합하여 소정의 조건을 만족하는 혼합물을 얻은 후, 필요에 따라 주기표 제 1 족 또는 제 2 족 원소의 염을 첨가하고, 분무 건조, 소성을 함으로써,「의약 부외품 원료 규격 2021」에 있어서의「황산바륨」의「염산 가용물」및「가용성 바륨염」의 요건에 적합한 황산바륨과 실리카의 구상

복합 입자가 얻어지는 것을 알아내어, 본 발명을 완성하기에 이르렀다.

[0008] 즉 본 발명은,「의약 부외품 원료 규격 2021」의「황산바륨」의 규격에 있어서의「염산 가용물 및 가용성 바륨염」의 순도 시험을 실시한 경우에, 염산 가용물이 15 ㎎ 이하가 되고, 또한,「가용성 바륨염」의 시험을 실시한 시험액의 흡광도가 0.03 미만이 되는 것을 특징으로 하는 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자이다.

[0009] 상기 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자는,「의약 부외품 원료 규격 2021」의「황산바륨」의 규격에 적합한 것이 바람직하다.

[0010] 상기 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자는, 진구도가 1.10 이하인 것이 바람직하다.

[0011] 본 발명은 또한, 본 발명의 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자를 포함하는 것을 특징으로 하는 화장료이기도 하다.

[0012] 본 발명은 또한, 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자를 제조하는 방법으로서,

[0013] 그 제조 방법은, 황화바륨과 황산의 반응으로 얻어진 황산바륨을 주기표 제 1 족 혹은 제 2 족 원소의 황산염 수용액, 또는 황산으로 세정하는 제 1 공정,

[0014] 그 세정 후의 황산바륨을 용매에 리펄프하여 황산바륨 슬러리를 조제하는 제 2 공정,

[0015] 그 황산바륨 슬러리와 실리카를 혼합하여, 그 혼합물의 일부를 분무 건조시키고, 800 ~ 1100 ℃ 에서 소성한 것에 대해「의약 부외품 원료 규격 2021」의「황산바륨」의 규격에 있어서의「염산 가용물 및 가용성 바륨염」의 순도 시험을 실시한 경우에

[0016] (a) 염산 가용물이 15 ㎎ 이하, 또한,「가용성 바륨염」의 시험을 실시한 시험액의 흡광도가 0.03 미만, 또는,

[0017] (b) 염산 가용물이 14 ㎎ 이하, 또한,「가용성 바륨염」의 시험을 실시한 시험액의 흡광도가 0.03 이상

[0018] 중 어느 것에 해당하는 혼합물을 얻는 제 3 공정,

[0019] 그 제 3 공정에서 얻어진 혼합물이 (b) 에 해당하는 경우에, 그 혼합물에 대해, 원료 황산바륨의 중량에 대해 0.05 ~ 0.40 질량% 가 되는 비율의 주기표 제 1 족 또는 제 2 족 원소의 염을 첨가하는 제 4 공정,

[0020] 그 제 4 공정에서 주기표 제 1 족 또는 제 2 족 원소의 염이 첨가되었거나 또는 첨가되지 않은 혼합물을 분무 건조시켜 건조물을 얻는 제 5 공정, 및,

[0021] 그 건조물을 800 ~ 1100 ℃ 에서 소성하는 제 6 공정을 포함하는 것을 특징으로 하는 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자의 제조 방법이기도 하다.

[0022] 상기 황산바륨 슬러리와 실리카를 혼합하여 혼합물을 얻는 제 3 공정은, 황산바륨 슬러리 중의 황산바륨과 실리카의 합계 중량에 대한 실리카의 중량 비율이 1 % 이상이 되도록 실리카를 혼합하는 공정인 것이 바람직하다.

[0023] 상기 실리카는, 평균 입자경이 1 ~ 100 ㎚ 인 것이 바람직하다.

발명의 효과

[0024] 본 발명의 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자는,「의약 부외품 원료 규격 2021」에 기재된「황산바륨」의「염산 가용물」및「가용성 바륨염」의 요건에 적합한 구상 입자이기 때문에, 화장료 등의 불순물량의 요건이 엄격한 제품의 원료로서 바람직하게 사용할 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0025] 도 1 은, 실시예 1 에서 제조된 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자의 주사형 전자 현미경 사진이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0026] 이하, 본 발명의 바람직한 형태에 대해 구체적으로 설명하지만, 본 발명은 이하의 기재에만 한정되는 것은 아니고, 본 발명의 요지를 변경하지 않는 범위에 있어서 적절히 변경하여 적용할 수 있다.

[0027] 1. 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자

[0028] 본 발명의 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자는,「의약 부외품 원료 규격 2021」의「황산바륨」의 규격에 있어서의「염산 가용물 및 가용성 바륨염」의 순도 시험을 실시한 경우에, 염산 가용물이 15 ㎎ 이하가 되고, 또

한,「가용성 바륨염」의 시험을 실시한 시험액의 흡광도가 0.03 미만이 되는 것을 특징으로 한다. 이 때문에, 불순물량에 관한 요구가 엄격한 화장료 등의 제품의 원료로서 바람직하게 사용할 수 있다.

[0029] 「염산 가용물 및 가용성 바륨염」의 순도 시험을 실시한 경우에, 염산 가용물은, 14 ㎎ 이하인 것이 바람직하다. 보다 바람직하게는 13 ㎎ 이하이다.

[0030] 또「가용성 바륨염」의 시험을 실시한 시험액의 흡광도는, 0.025 이하인 것이 바람직하다. 보다 바람직하게는 0.020 이하이다.

[0031] 본 발명의 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자는,「의약 부외품 원료 규격 2021」의「황산바륨」의 규격에 적합한 것인 것이 바람직하다. 규격에 적합한 것이면, 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자를 화장료뿐만 아니라, 의약 부외품으로 분류되는 다양한 제품의 원료로서 사용할 수 있다.

[0032] 상기 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자는, 진구도가 1.10 이하인 것이 바람직하다. 진구도가 1.10 이하이면, 화장료의 원료로서 사용한 경우에, 화장료를 매끄러운 느낌이나 부드러움, 퍼짐 등의 감촉이 보다 우수한 것으로 할 수 있다.

[0033] 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자의 진구도는, 1.09 이하인 것이 보다 바람직하다. 더욱 바람직하게는 1.08 이하이다.

[0034] 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자의 진구도는, 후술하는 실시예에 기재된 방법으로 측정할 수 있다.

[0035] 본 발명의 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자에 있어서의 실리카의 함유 비율은 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자 전체에 대해 1 질량% 이상이면 되지만, 3 ~ 20 질량% 인 것이 바람직하다. 이와 같은 비율로 실리카를 포함함으로써, 황산바륨의 특성을 잃지 않고, 복합 입자를 진구도가 보다 높아, 보다 진구에 가까운 형상의 것으로 할 수 있다. 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자에 있어서의 실리카의 함유 비율은 보다 바람직하게는, 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자 전체에 대해, 5 ~ 14 질량% 이고, 더욱 바람직하게는 7 ~ 10 질량% 이다.

[0036] 본 발명의 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자는, 평균 입자경이 2.5 ~ 15 ㎛ 인 것이 바람직하다. 이와 같은 평균 입자경이면, 화장료 등의 원료로서 바람직하게 사용할 수 있다. 평균 입자경은, 보다 바람직하게는 3.0 ~ 10 ㎛ 이고, 더욱 바람직하게는 3.5 ~ 8 ㎛ 이다.

[0037] 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자의 평균 입자경은, 후술하는 실시예에 기재된 방법으로 측정할 수 있다.

[0038] 상기 구상 복합 입자는 추가로, 발수성 유기 화합물에 의한 표면 처리층을 갖는 것이 바람직하다. 발수성 유기 화합물에 의한 표면 처리란, 구상 복합 입자 표면의 물과의 친화성을 저하시키기 위한 발수성 처리이다.

[0039] 상기 발수성 유기 화합물로는, 예를 들어, 유기 규소 화합물, 유기 알루미늄 화합물, 유기 티탄 화합물, 고급 지방산, 금속 비누, 다가 알코올, 알칸올아민 등에 의한 유기 표면 처리를 들 수 있다. 또, 복수종의 표면 처리를 실시한 것이어도 된다.

[0040] 발수성 유기 화합물의 구체예로서, 예를 들어, 하이드로겐디메티콘, 트리에톡시실릴에틸폴리디메틸실록시에틸헥실디메티콘 등의 실리콘 오일이나, 트리알콕시옥틸실란, 트리알콕시데실실란 등의 알킬실란, 비닐트리알콕시실란, 3-글리코시독시프로필트리알콕시실란, 3-메타크릴옥시프로필메틸디알콕시실란, 3-아미노프로필트리알콕시실란, 3-메르캅토프로필메틸디알콕시실란 등의 실란 커플링제, 스테아르산, 이소스테아르산, 미리스트산, 팔미트산, 팜유 지방산 등의 탄소수 12 ~ 18 의 지방산 또는 그 금속염을 들 수 있다. 이들 중에서도, 탄소수 12 ~ 18 의 지방산 또는 그 금속염이 바람직하다.

[0041] 지방산의 금속염으로는, 리튬, 나트륨, 칼륨, 마그네슘, 칼슘, 바륨, 아연, 알루미늄 등의 염을 들 수 있고, 특히 칼슘, 마그네슘의 염이 바람직하다. 또, 복합 분말과 어떠한 화학 결합을 하는 화합물이 바람직하지만, 물리 흡착하는 화합물이어도 된다.

[0042] 이와 같은 발수성 유기 화합물에 의한 표면 처리를 실시함으로써, 얻어지는 입자의 감촉을 보다 향상시킬 수 있고, 또, 예를 들어 화장료에 배합할 때에 유제와의 친화성을 양호하게 할 수 있다.

[0043] 발수성 유기 화합물에 의한 처리량은, 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자에 대해, 0.1 ~ 10 질량% 가 바람직하고, 0.5 ~ 8 질량% 가 보다 바람직하다. 0.1 질량% 보다 낮으면 발수성이 불충분해진다. 또, 10 질량% 를 초과하면, 비용이 상승할 뿐만 아니라 효과도 한계점에 이르게 될 우려가 있다.

[0044] 본 발명의 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자는,「의약 부외품 원료 규격 2021」에 기재된「황산바륨」의「염산 가용물」및「가용성 바륨염」의 요건에 적합한 불순물 함유량이 적은 것이고, 구상으로 피부에서 구르기 쉬운 것인 점에서, 화장료의 매끄러운 느낌이나 부드러움, 퍼짐 등의 감촉을 개량하는 성분으로서 바람직하게 사용할 수 있다. 이와 같은 본 발명의 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자를 포함하는 화장료 또한, 본 발명 중 하나이다.

[0045] 2. 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자의 제조 방법

[0046] 본 발명의 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자의 제조 방법은, 황화바륨과 황산의 반응으로 얻어진 황산바륨을 주기표 제 1 족 혹은 제 2 족 원소의 황산염 수용액, 또는 황산으로 세정하는 제 1 공정,

[0047] 그 세정 후의 황산바륨을 용매에 리펄프하여 황산바륨 슬러리를 조제하는 제 2 공정,

[0048] 그 황산바륨 슬러리와 실리카를 혼합하여, 그 혼합물의 일부를 분무 건조시키고, 800 ~ 1100 ℃ 에서 소성한 것에 대해「의약 부외품 원료 규격 2021」의「황산바륨」의 규격에 있어서의「염산 가용물 및 가용성 바륨염」의 순도 시험을 실시한 경우에

[0049] (a) 염산 가용물이 15 ㎎ 이하, 또한「가용성 바륨염」의 시험을 실시한 시험액의 흡광도가 0.03 미만, 또는,

[0050] (b) 염산 가용물이 14 ㎎ 이하, 또한,「가용성 바륨염」의 시험을 실시한 시험액의 흡광도가 0.03 이상

[0051] 중 어느 것에 해당하는 혼합물을 얻는 제 3 공정,

[0052] 그 제 3 공정에서 얻어진 혼합물이 (b) 에 해당하는 경우에, 그 혼합물에 대해, 원료 황산바륨의 중량에 대해 0.05 ~ 0.40 질량% 가 되는 비율의 주기표 제 1 족 또는 제 2 족 원소의 염을 첨가하는 제 4 공정,

[0053] 그 제 4 공정에서 주기표 제 1 족 또는 제 2 족 원소의 염이 첨가되었거나 또는 첨가되지 않은 혼합물을 분무 건조시켜 건조물을 얻는 제 5 공정, 및,

[0054] 그 건조물을 800 ~ 1100 ℃ 에서 소성하는 제 6 공정을 포함하는 것을 특징으로 한다.

[0055] 황산바륨에는, 수산화바륨과 황산을 반응시켜 제조하는 방법, 염화바륨과 황산나트륨을 반응시켜 제조하는 방법, 황화바륨과 황산을 반응시켜 제조하는 방법 등이 있다.

[0056] 본 발명자는, 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자의 제조에 원료로서 사용하는 황산바륨에 관하여, 수산화바륨과 황산을 반응시켜 제조한 경우에 제조 과정에서 수산화바륨의 일부가 공기 중의 이산화탄소와 반응함으로써 형성되는 탄산바륨이나, 황산바륨을 염화바륨과 황산나트륨을 반응시켜 제조한 경우에 반응으로 생성되는 염화나트륨 및 미반응의 황산나트륨이, 제조되는 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자가「의약 부외품 원료 규격 2021」의「황산바륨」의 규격에 있어서의「염산 가용물」과「가용성 바륨염」의 요건을 만족하지 않는 것이 되는 원인 중 하나인 것을 알아냈다. 이 때문에, 본 발명의 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자의 제조 방법에서는, 황화바륨과 황산의 반응으로 얻어진 황산바륨을 원료로서 사용하는 것을 특징 중 하나로 한다.

[0057] 상기 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자의 제조 방법에 원료로서 사용하는 황산바륨으로는, 건조시의 pH 가 9.0 이하인 것이 바람직하다. pH 가 9.0 보다 크면, 얻어지는 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자에 포함되는 염산 가용물이 많아질 우려가 있다. 원료 황산바륨의 건조시의 pH 는, 보다 바람직하게는 8.8 이하이고, 더욱 바람직하게는 8.6 이하이다.

[0058] 원료 황산바륨의 건조시의 pH 는, JIS K 5101「안료 pH 자비법」에 준거하는 방법에 의해 측정할 수 있다.

[0059] 상기 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자의 제조 방법에 원료로서 사용하는 황산바륨은, 평균 입자경이 0.005 ~ 0.25 ㎛ 인 것인 것이 바람직하다. 이와 같은 입자경의 것을 사용함으로써, 얻어지는 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자가 화장료 용도에 보다 적합한 것이 된다. 원료로서 사용하는 황산바륨의 평균 입자경은 보다 바람직하게는 0.01 ~ 0.15 ㎛ 이고, 더욱 바람직하게는 0.02 ~ 0.08 ㎛ 이다.

[0060] 원료로서 사용하는 황산바륨의 평균 입자경은, 후술하는 실시예에 기재된 방법으로 측정할 수 있다.

[0061] 상기 제 1 공정은, 원료가 되는 황산바륨을 주기표 제 1 족 혹은 제 2 족 원소의 황산염 수용액, 또는 황산으로 세정하는 공정이다. 이로써, 원료가 되는 황산바륨의 제조에 의해 부생되는 약간의 불순물로서의 바륨염을 황산바륨으로 변환하여, 물 가용성의 바륨염이나 산 가용성의 바륨염을 제거할 수 있다.

[0062] 세정에는 주기표 제 1 족 원소의 황산염 수용액, 주기표 제 2 족 원소의 황산염 수용액, 황산 중 어느 것을 사

용해도 된다. 또 세정은 1 회만 실시해도 되고, 복수회 실시해도 된다. 복수회 실시하는 경우, 주기표 제 1 족 원소의 황산염 수용액, 주기표 제 2 족 원소의 황산염 수용액, 황산 중 2 종류 이상을 사용해도 된다.

[0063] 상기 세정에 사용하는 주기표 제 1 족 혹은 제 2 족 원소의 황산염 수용액이나 황산의 농도는 황산바륨으로부터 불순물이 제거되는 한 특별히 제한되지 않지만, 0.001 ~ 0.5 mol/l 인 것이 바람직하다. 이와 같은 농도의 것을 사용함으로써, 적은 사용량으로 충분히 황산바륨으로부터 불순물을 제거할 수 있다. 주기표 제 1 족 또는 제 2 족 원소의 황산염 수용액이나 황산의 농도는 보다 바람직하게는 0.001 ~ 0.1 mol/l 이고, 더욱 바람직하게는 0.001 ~ 0.01 mol/l 이다.

[0064] 상기 제 1 공정에 있어서, 1 회의 세정에 사용하는 주기표 제 1 족 혹은 제 2 족 원소의 황산염 수용액이나 황산의 비율은, 세정되는 황산바륨 100 질량% 에 대해 0.01 ~ 10 질량% 가 되는 비율인 것이 바람직하다. 이와 같은 비율로 주기표 제 1 족 혹은 제 2 족 원소의 황산염 수용액이나 희황산을 사용함으로써 주기표 제 1 족 혹은 제 2 족 원소의 황산염 수용액이나 황산의 사용량을 억제하면서, 황산바륨을 충분히 세정할 수 있다.
1 회의 세정에 사용하는 주기표 제 1 족 혹은 제 2 족 원소의 황산염 수용액이나 황산의 비율은, 보다 바람직하게는 세정되는 황산바륨 100 질량% 에 대해 0.1 ~ 5 질량% 가 되는 비율이고, 더욱 바람직하게는 황산바륨에 대해 0.5 ~ 1 질량% 가 되는 비율이다.

[0065] 상기 제 1 공정에 있어서, 원료가 되는 황산바륨을 주기표 제 1 족 혹은 제 2 족 원소의 황산염 수용액, 또는 황산으로 세정할 때의 온도는, 5 ~ 100 ℃ 인 것이 바람직하다. 이와 같은 온도에서 세정함으로써, 불순물인 물 가용성의 바륨염을 충분히 제거할 수 있다. 세정할 때의 온도는, 보다 바람직하게는 10 ~ 100 ℃ 이고, 더욱 바람직하게는 20 ~ 100 ℃ 이다.

[0066] 또 세정하는 시간은, 5 ~ 120 분인 것이 바람직하다. 세정 시간을 이와 같이 함으로써, 물 가용성의 바륨염을 충분히 제거하면서, 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자의 제조를 효율적으로 실시할 수 있다. 세정하는 시간은, 보다 바람직하게는 5 ~ 60 분이고, 더욱 바람직하게는 10 ~ 30 분이다. 세정을 복수회 실시하는 경우에는, 복수회의 세정의 합계 시간이 이와 같은 시간인 것이 바람직하다.

[0067] 상기 제 1 공정에 있어서는, 고체의 황산바륨에 대해 주기표 제 1 족 혹은 제 2 족 원소의 황산염 수용액, 또는 황산을 첨가하여 세정해도 되고, 황산바륨의 슬러리에 대해 주기표 제 1 족 혹은 제 2 족 원소의 황산염 수용액, 또는 황산을 첨가하여 세정해도 되지만, 황산바륨의 슬러리에 대해 주기표 제 1 족 혹은 제 2 족 원소의 황산염 수용액, 또는 황산을 첨가하여 세정하는 것이 바람직하다. 이와 같이 함으로써, 황산바륨의 세정 효과를 높여, 보다 효율적으로 불순물인 물 가용성의 바륨염이나 산 가용성의 바륨염을 제거할 수 있다.

[0068] 상기 황산바륨의 슬러리를 조제할 때에 사용하는 용매로는, 물, 알코올 등의 1 종 또는 2 종 이상을 들 수 있다. 이들 중에서도 물이 바람직하다.

[0069] 상기 황산바륨의 슬러리의 농도는 특별히 제한되지 않지만, 생산 효율을 유지하면서 황산바륨에 대한 세정 효과를 높이는 점에서, 20 ~ 200 g/L 인 것이 바람직하다. 보다 바람직하게는 40 ~ 150 g/L 이고, 더욱 바람직하게는 60 ~ 100 g/L 이다.

[0070] 상기 제 1 공정에 있어서 사용하는 주기표 제 1 족 또는 제 2 족 원소의 황산염 수용액으로는, 황산나트륨, 황산칼륨, 황산마그네슘, 황산칼슘을 들 수 있고, 이들의 1 종 또는 2 종 이상을 바람직하게 사용할 수 있다.

[0071] 상기 제 1 공정의 세정 후, 제 2 공정 전에 추가로 황산바륨을 물로 세정해도 된다. 구체적으로는, 상기 제 1 공정에서 세정한 황산바륨 슬러리를 여과시키고, 그 여과된 케이크를 물로 세정한다. 이 경우, 세정에 사용한 물의 전기 전도도가 200 μS/㎝ 이하가 될 때까지 물로 세정하는 것이 바람직하다. 이와 같이 함으로써, 황산바륨에 포함되는 수용성의 불순물을 충분히 제거할 수 있다. 보다 바람직하게는 세정에 사용한 물의 전기 전도도가 100 μS/㎝ 이하가 될 때까지 물로 세정하는 것이고, 더욱 바람직하게는 세정에 사용한 물의 전기 전도도가 50 μS/㎝ 이하가 될 때까지 물로 세정하는 것이다.

[0072] 상기 제 2 공정은, 세정 후의 황산바륨을 용매에 리펄프하여 황산바륨 슬러리를 조제하는 공정이다.

[0073] 제 2 공정에 있어서 사용하는 용매로는, 물, 1 가 알코올, 다가 알코올 등의 1 종 또는 2 종 이상을 들 수 있다.

[0074] 이들 중에서도 물, 1 가 알코올 중 어느 것이 바람직하다. 보다 바람직하게는 물이다.

[0075] 상기 제 2 공정에서 리펄프하여 얻어지는 황산바륨 슬러리의 농도는 특별히 제한되지 않지만, 50 ~ 1000 g/L

인 것이 바람직하다. 보다 바람직하게는 200 ~ 900 g/L 이고, 더욱 바람직하게는 300 ~ 800 g/L 이다.

[0076] 상기 제 3 공정은, 제 2 공정에서 조제한 황산바륨 슬러리와 실리카를 혼합하여, 그 혼합물의 일부를 분무 건조시키고, 800 ~ 1100 ℃ 에서 소성한 것에 대해「의약 부외품 원료 규격 2021」의「황산바륨」의 규격에 있어서의「염산 가용물 및 가용성 바륨염」의 순도 시험을 실시한 경우에

[0077] (a) 염산 가용물이 15 mg 이하, 또한「가용성 바륨염」의 시험을 실시한 시험액의 흡광도가 0.03 미만, 또는,

[0078] (b) 염산 가용물이 14 mg 이하, 또한,「가용성 바륨염」의 시험을 실시한 시험액의 흡광도가 0.03 이상

[0079] 중 어느 것에 해당하는 혼합물을 얻는 공정이다.

[0080] 황산바륨 슬러리와 실리카를 혼합하여 소성하면, 미량의 규산바륨이 부생되는 경우가 있다. 규산바륨은 염산과 반응하여「가용성 바륨염」에 해당하는 염화바륨을 생성하기 때문에, 규산바륨의 부생량이 많으면「의약 부외품 원료 규격 2021」의「황산바륨」의 규격에 있어서의「가용성 바륨염」의 규격을 만족하지 않는다.

[0081] 제 3 공정에 있어서 얻어진 혼합물의 일부를 분무 건조시키고, 800 ~ 1100 ℃ 에서 소성한 것이 상기 (a) 에 해당하는 경우, 당해 혼합물을 분무 건조시키고, 800 ~ 1100 ℃ 에서 소성함으로써「의약 부외품 원료 규격 2021」의「황산바륨」의 규격에 있어서의「염산 가용물 및 가용성 바륨염」의 순도 시험을 실시한 경우에, 염산 가용물이 15 mg 이하가 되고, 또한,「가용성 바륨염」의 시험을 실시한 시험액의 흡광도가 0.03 미만이 되는 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자를 얻을 수 있다.

[0082] 제 3 공정에 있어서 얻어진 혼합물의 일부를 분무 건조시키고, 800 ~ 1100 ℃ 에서 소성한 것이 상기 (b) 에 해당하는 경우, 당해 혼합물을 분무 건조, 소성한 것만으로는 요구되는 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자를 얻을 수 없다. 그러나, 당해 혼합물에 주기표 제 1 족 또는 제 2 족 원소의 염을 첨가함으로써, 불순물로서 약간 포함되는 가용성의 바륨염을 미리 황산바륨으로 변환하여, 800 ~ 1100 ℃ 에서 소성했을 때에 부생되는 규산바륨의 양을 억제함으로써, 의약 부외품 원료 규격 2021 의「염산 가용물」시험에서의 염화바륨의 생성량을 줄여「가용성 바륨염」의 규격을 만족할 수 있다. 주기표 제 1 족 또는 제 2 족 원소의 염은 염산 가용물에 해당하지만, 혼합물 중의 염산 가용물이 14 mg 이하이면 주기표 제 1 족 또는 제 2 족 원소의 염을 첨가해도 염산 가용물의 규격을 만족할 여유가 있기 때문에, 주기표 제 1 족 또는 제 2 족 원소의 염의 첨가에 의해,「염산 가용물」과「가용성 바륨염」의 양방의 규격을 만족할 수 있다.

[0083] 제 3 공정에 있어서 얻어진 혼합물이 상기 (a), (b) 중 어느 것에도 해당하지 않는 경우에는, 사용하는 원료의 종류를 변경하거나 하여 재차 제 3 공정까지를 실시한다.

[0084] 상기 제 3 공정에 있어서, 제 2 공정에서 조제한 황산바륨 슬러리와 실리카를 혼합하여, 그 혼합물의 일부를 분무 건조시킨 후에 소성할 때, 건조 온도나 시간은 후술하는 제 5 공정에 있어서의 건조 온도나 시간과 동일한 것이 바람직하고, 소성 온도나 시간은 후술하는 제 6 공정에 있어서 제 5 공정에서 얻어진 건조물을 소성할 때의 온도나 시간과 동일한 것이 바람직하다. 제 5 공정에서의 분무 건조, 및, 제 6 공정에서의 소성과 동일한 조건에서 분무 건조, 소성하여 상기 (a) 또는 (b) 에 해당하는지를 판정함으로써, 보다 확실하게「의약 부외품 원료 규격 2021」의「황산바륨」의 규격에 있어서의「염산 가용물 및 가용성 바륨염」의 순도 시험을 실시한 경우에, 염산 가용물이 15 mg 이하가 되고, 또한,「가용성 바륨염」의 시험을 실시한 시험액의 흡광도가 0.03 미만이 되는 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자를 얻을 수 있다.

[0085] 상기 제 3 공정은, 황산바륨 슬러리 중의 황산바륨과 실리카의 합계 중량에 대한 실리카의 중량 비율이 1 % 이상이 되도록 실리카를 혼합하는 공정인 것이 바람직하다. 실리카는 황산바륨과 실리카의 복합 입자의 형상을 깔끔한 구상으로 하는 효과에 더하여, 황산바륨 슬러리의 점도를 저하시키는 효과도 갖는다. 제 3 공정에 있어서의 실리카의 혼합 비율을 이와 같이 함으로써, 황산바륨 슬러리의 점도가 저하되어, 제 5 공정의 건조를 분무 건조에 의해 실시하는 데에 적합한 것이 된다.

[0086] 제 3 공정에 있어서의 실리카의 혼합 비율은, 황산바륨 슬러리 중의 황산바륨과 실리카의 합계 중량에 대한 실리카의 중량 비율은 3 % 이상인 것이 보다 바람직하다. 더욱 바람직하게는 5 % 이상이고, 특히 바람직하게는 7 % 이상이다.

[0087] 또「의약 부외품 원료 규격 2021」의「황산바륨」의 규격에 있어서의「염산 가용물」의 규격을 만족한 입자를 합성하는 점에서, 제 3 공정에 있어서의 실리카의 혼합 비율은, 황산바륨 슬러리 중의 황산바륨과 실리카의 합계 중량에 대한 실리카의 중량 비율이 20 % 이하인 것이 바람직하다. 보다 바람직하게는 14 % 이하이고,

더욱 바람직하게는 10 % 이하이다.

[0088] 상기 제 3 공정에서 황산바륨 슬러리와 혼합하는 실리카는, 평균 입자경이 1 ~ 100 ㎚ 인 것이 바람직하다. 실리카로서 입자경이 작은 것을 사용하면, 황산바륨 슬러리가 보다 점도가 낮은 것이 되어, 제 5 공정의 건조를 분무 건조에 의해 실시하는 데에 보다 적합한 것이 된다. 또 입자경이 작은 실리카를 사용하는 편이, 최종적으로 얻어지는 황산바륨과 실리카의 복합 입자가 보다 표면에 요철이 적은 깔끔한 입자가 된다. 한편, 실리카로서 입자경의 큰 것을 사용하면, 실리카의 비표면적이 작은 점에서 황산바륨과의 접점이 감소하여, 황산바륨 슬러리와 혼합했을 때에 생성되는 규산바륨의 양이 적어지는 경향이 있다. 이들을 고려하면, 제 3 공정에서 사용하는 실리카로는 평균 입자경이 1 ~ 100 ㎚ 인 것이 바람직하다.

[0089] 실리카의 평균 입자경은, 보다 바람직하게는 1 ~ 60 ㎚ 이고, 더욱 바람직하게는 1 ~ 20 ㎚ 이다.

[0090] 실리카의 평균 입자경은, 후술하는 실시예에 기재된 방법에 의해 측정할 수 있다.

[0091] 상기 제 3 공정에서 황산바륨 슬러리에 첨가하는 실리카는, 고체의 것이어도 되고, 용매에 분산시킨 실리카 졸이어도 되지만, 실리카 입자가 미리 잘 분산된 상태로 되어 있어 습식 미디어 분산 처리와 같은 실리카 입자끼리의 응집을 푸는 조작이 불필요해지는 점에서 실리카 졸이 바람직하다. 실리카 졸의 용매로는 상기 서술한 황산바륨 슬러리를 조제할 때에 사용하는 용매와 동일한 것을 사용할 수 있다.

[0092] 상기 제 3 공정에서 황산바륨 슬러리와 혼합하는 실리카는, 그 실리카를 물에 분산시킨 실리카 졸이 산성이 되는 것이어도 되고, 알칼리성이 되는 것이어도 되고, 중성이 되는 것이어도 된다.

[0093] 상기 제 4 공정은,「염산 가용물」과「가용성 바륨염」의 양방의 규격을 만족하는 것이 되도록, 상기 (b) 에 해당하는 혼합물에 대해, 원료 황산바륨의 중량에 대해 0.05 ~ 0.40 질량% 가 되는 비율의 주기표 제 1 족 또는 제 2 족 원소의 염을 첨가하는 공정이다.

[0094] 상기 (b) 에 해당하는 혼합물에 대해 이와 같은 비율로 주기표 제 1 족 또는 제 2 족 원소의 염을 첨가함으로써, 상기 서술한「염산 가용물」과「가용성 바륨염」의 양방의 규격을 만족할 수 있다.

[0095] 제 4 공정에 있어서 주기표 제 1 족 또는 제 2 족 원소의 염을 첨가하는 양은, 보다 바람직하게는, 본 발명의 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자의 제조 방법에 원료로서 사용하는 황산바륨 100 질량% 에 대해, 0.07 ~ 0.40 질량% 이고, 더욱 바람직하게는 0.10 ~ 0.35 질량% 이다.

[0096] 상기 제 4 공정에 있어서 주기표 제 1 족 또는 제 2 족 원소의 염을 형성하는 주기표 제 1 족 또는 제 2 족 원소로는, 나트륨, 칼륨, 마그네슘, 칼슘 등을 들 수 있다. 이들 중에서도, 주기표 제 1 족 원소가 바람직하다.

[0097] 또 주기표 제 1 족 또는 제 2 족 원소의 염으로는, 황산염이 바람직하다.

[0098] 상기 제 5 공정은, 제 4 공정에서 주기표 제 1 족 또는 제 2 족 원소의 염이 첨가되었거나 또는 첨가되지 않은 혼합물을 분무 건조시켜 건조물을 얻는 공정이다.

[0099] 혼합물이 건조되는 한, 건조시키는 온도는 특별히 제한되지 않지만, 혼합물을 충분히 건조시키는 것과 제조의 효율을 고려하면, 100 ~ 250 ℃ 인 것이 바람직하다. 보다 바람직하게는 100 ~ 230 ℃ 이고, 더욱 바람직하게는 105 ~ 220 ℃ 이다.

[0100] 상기 제 6 공정은, 제 5 공정에서 얻어진 건조물을 800 ~ 1100 ℃ 에서 소성하는 공정이다. 이와 같은 온도에서 소성함으로써, 황산바륨 중에 약간 포함되는 황화물을 충분히 제거함과 함께, 황산바륨의 과도한 소결을 방지하면서, 황산바륨과 실리카의 혼합물을 충분히 소성함으로써 보다 강고한 입자로 할 수 있다.

[0101] 소성하는 온도는 800 ~ 1100 ℃ 이면 되지만, 800 ~ 1000 ℃ 인 것이 바람직하다. 보다 바람직하게는 850 ~ 950 ℃ 이다.

[0102] 또 소성하는 시간 (최고 온도에 도달하고 나서 최고 온도를 유지하는 시간) 은 특별히 제한되지 않지만, 생산성의 관점에서, 10 ~ 1500 분인 것이 바람직하다. 보다 바람직하게는 10 ~ 600 분이고, 더욱 바람직하게는 30 ~ 300 분이고, 특히 바람직하게는 60 ~ 150 분이고, 가장 바람직하게는 60 ~ 120 분이다.

[0103] 본 발명의 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자의 제조 방법은, 상기 제 1 공정 내지 제 6 공정, 및, 상기 서술한 제 1 공정과 제 2 공정 사이의 물에 의한 세정의 공정 이외의 다른 공정을 포함하고 있어도 된다. 다른 공정으로는, 제 3 공정에 있어서의 황산바륨 슬러리와 실리카를 혼합한 슬러리를 습식 미디어 분산기나 습식 미

디어리스 분산기로 분산시키는 공정, 제 3 공정에 있어서의 황산바륨 슬러리와 실리카를 혼합한 슬러리를 눈금 간격 20 ~ 250 ㎛ 의 체에 통과시키는 공정 등을 들 수 있다.

[0104] 실시예

[0105] 본 발명을 상세하게 설명하기 위해 이하에 구체예를 들지만, 본 발명은 이들 예에만 한정되는 것은 아니다. 특별히 언급이 없는 한,「%」란「질량% (중량%)」를 의미한다. 또한, 각 물성의 측정 방법은 이하와 같다.

[0106] ＜흡광도＞

[0107] U-1900 형 레이쇼 빔 분광 광도계 (히타치 하이테크놀로지즈 제조) 를 사용하여, 파장 500 ㎚, 광로 길이 20 ㎜ 로 측정하였다.

[0108] ＜원료 황산바륨 및 실리카 졸 (실리카) 의 평균 입자경＞

[0109] 원료 황산바륨 및 실리카의 1 차 입자경이 BET 법에 의해 구해지는 비표면적과 동일한 표면적을 갖는 구의 직경에 대체로 상당하는 점에서, 원료 황산바륨 및 실리카의 BET 법에 의한 비표면적 : Sg 를 전자동 BET 비표면적 측정 장치 Macsorb (Mountech 제조) 에 의해 측정하고, 그 측정값을 하기 계산에 사용함으로써 평균 입자경으로서 구하였다.

[0110] 평균 입자경 (㎛) = 6/(Sg × ρ)

[0111] Sg (㎡/g) : 비표면적, ρ (g/㎤) : 입자의 밀도

[0112] 밀도 : ρ (g/㎤) 로는, 황산바륨의 경우 4.5 (g/㎤) 를 사용하고, 실리카의 경우 2.2 (g/㎤) 를 사용하였다.

[0113] ＜황산바륨과 실리카의 복합 입자의 평균 입자경＞

[0114] 레이저 회절·산란식 입자경 분포 측정 장치 마이크로트랙 MT3300EXII (닛키소사 제조) 에 의해 평균 입자경 (D50) 을 측정하였다. 용매에는 물을 사용하였다.

[0115] ＜진구도＞

[0116] 주사형 전자 현미경 JSM-6510A (일본 전자 제조) 로 촬영한 화상에 대각선을 긋고, 그 선 상에 있는 입자 50 개의 장경 및 단경을 측정하고, 각 입자의 장경/단경의 평균값을 진구도로 하였다.

[0117] 실시예 1

[0118] 황화바륨과 황산을 반응시킴으로써 평균 입자경 0.05 ㎛ 의 원료 황산바륨 (건조시의 안료 pH 8.5) 을 조제한 후, 수세함으로써 슬러리로 하고, 순수를 첨가하여 슬러리의 농도를 135 g/L 로 조제하였다. 그 원료 황산바륨의 슬러리에 대해, 황산나트륨〔무수〕(키시다 화학 제조, 99 %) 을 황산바륨에 대해 0.8 % 가 되도록 첨가하여 용해시키고, 30 분간 교반하고, 여과시키고, 전기 전도도가 40 μS/㎝ 이하가 될 때까지 수세하였다. 수세 후의 고형분을 순수에 리펄프하여 슬러리의 농도가 380 g/L 가 되도록 조제하고, 그 슬러리에 실리카 졸 (스노텍스 ST-30, 닛산 화학 제조) 을 $BaSO_4$ 와 SiO_2 의 중량비가 93 : 7 이 되는 비율로 첨가, 혼합하였다.

[0119] 얻어진 혼합물의 일부를 분무 건조시키고, 900 ℃ 에서 2 시간 소성하여 얻어진 분말에 대해,「의약 부외품 원료 규격 2021」의「황산바륨」의 규격에 기재된「황산바륨」의 시험을 실시한 결과, 염산 가용물은 15 mg 이하 (8.0 mg) 이고,「가용성 바륨염」의 시험을 실시한 시험액의 흡광도는 0.03 미만 (0.004) 이었다.

[0120] 이 때문에, 혼합물을 그대로 마이크로 미스트 스프레이 드라이어 (MDL-050CM, GF 제조) 로 분무 건조시켜, 얻어진 건조물을 900 ℃ 에서 2 시간 소성함으로써, 3.5 ㎛ 의 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자를 조제하였다. 얻어진 입자의 진구도는 1.03 이었다. 얻어진 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자의 주사형 전자 현미경 사진을 도 1 에 나타낸다.

[0121] 얻어진 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자의 분말에 대해,「의약 부외품 원료 규격 2021」의「황산바륨」의 규격에 기재된「황산바륨」의 순도 시험을 실시한 결과, 하기의 규격 항목에 전부 적합하고,「의약 부외품 원료 규격 2021」에 적합한 것이 확인되었다. 이 때의「염산 가용물」은 8.0 mg,「가용성 바륨염」의 분석 후의 시험액의 흡광도는 0.004 였다.

[0122] ·인산염 : 검출 없음

[0123] · 황화물 : 검출 없음

[0124] · 염산 가용물 : 15 mg 이하 (8.0 mg)

[0125] · 가용성 바륨염 : 검출 없음

[0126] · 액성 : 중성

[0127] · 중금속 : 10 ppm 이하

[0128] · 비소 : 1 ppm 이하

[0129] 또한,「의약 부외품 원료 규격 2021」의「황산바륨」의 규격에 기재된「황산바륨」의 순도 시험의 방법은 이하와 같다.

[0130] 순도 시험

[0131] (1) 액성 본품 1.0 g 에 물 20 mL 를 첨가하여 5 분간 흔들어 섞을 때, 액은 중성이다.

[0132] (2) 인산염 본품 1.0 g 에 묽게 한 질산 (3 → 8) 8 mL 를 첨가하여 5 분간 자비시키고, 냉각 후, 증발된 물을 보충하여 원래의 용량으로 한다. 이것을 희질산으로 씻은 여과지로 여과시키고, 여과액에 등용량의 칠몰리브덴산육암모늄 시액을 첨가하고, 50 ~ 60 ℃ 에서 1 시간 방치할 때, 황색의 침전을 발생시키지 않는다.

[0133] (3) 황화물 본품 10 g 에 희염산 10 mL 및 물을 첨가하여 100 mL 로 하여, 시료 용액으로 한다. 시료 용액을 10 분간 자비시킬 때, 발생하는 가스는, 적신 아세트산납 (II) 종이를 흑변시키지 않는다.

[0134] (4) 염산 가용물 및 가용성 바륨염 (3) 의 시료 용액을 냉각시키고, 물을 첨가하여 100 mL 로 하고, 여과시킨다. 여과액 50 mL 를 취하고, 수욕 상에서 증발 건고시킨다. 이것에 염산 2 방울 및 온탕 10 mL 를 첨가하고, 미리 105 ℃ 에서 1 시간 건조시킨 정량 분석용 여과지로 여과시키고, 잔류물을 온탕 100 mL 로 씻어, 세액 (洗液) 을 여과액에 합치고, 수욕 상에서 증발 건고시킨다. 잔류물을 105 ℃ 에서 1 시간 건조시킬 때, 그 양은 15 mg 이하이다. 또, 이것에 물 10 mL 를 첨가하고, 흔들어 섞어 여과시키고, 여과액에 희황산 0.5 mL 를 첨가하고, 30 분간 방치할 때, 액은 혼탁되지 않는다.

[0135] (5) 중금속 본품 5.0 g 에 아세트산 (100) 2.5 mL 및 물 50 mL 를 첨가하고, 10 분간 자비시키고, 냉각 후, 암모니아 시액 0.5 mL 및 물을 첨가하여 100 mL 로 하고, 여과시킨다. 여과액 50 mL 를 시료 용액으로 하여 시험을 실시할 때, 그 한도는 10 ppm 이하이다. 단, 비교액에는, 납 표준액 2.5 mL 를 취한다.

[0136] (6) 비소 본품 2.0 g 에 희황산 10 mL 를 첨가하여 가온시켜, 이것을 시료 용액으로 하여 시험을 실시할 때, 그 한도는 1 ppm 이하이다.

[0137] 실시예 2

[0138] 황화바륨과 황산을 반응시킴으로써 평균 입자경 0.05 ㎛ 의 원료 황산바륨 (건조시의 안료 pH 8.5) 을 조제한 후 수세함으로써 슬러리로 하고, 순수를 첨가하여 슬러리의 농도를 135 g/L 로 조제하였다. 그 원료 황산바륨의 슬러리에 대해, 황산나트륨〔무수〕(키시다 화학 제조, 99 %) 을 황산바륨에 대해 0.8 % 가 되도록 첨가하여 용해시키고, 30 분간 교반하고, 여과시키고, 전기 전도도가 40 μS/㎝ 이하가 될 때까지 수세하였다. 수세 후의 고형분을 순수에 리펄프하여 슬러리의 농도가 380 g/L 가 되도록 조제하고, 그 슬러리에 실리카 졸 (스노텍스 ST-O, 닛산 화학 제조) 을 $BaSO_4$ 와 SiO_2 의 중량비가 90 : 10 이 되는 비율로 첨가, 혼합하였다.

[0139] 얻어진 혼합물의 일부를 분무 건조시키고, 900 ℃ 에서 2 시간 소성하여 얻어진 분말에 대해,「의약 부외품 원료 규격 2021」의「황산바륨」의 규격에 기재된「황산바륨」의 시험을 실시한 결과, 염산 가용물은 14 mg 이하 (7.9 mg) 이고,「가용성 바륨염」의 시험을 실시한 시험액의 흡광도는 0.03 이상 (0.925) 이었다.

[0140] 이 때문에, 얻어진 혼합물에 황산나트륨 (키시다 화학 제조) 을 황산바륨의 중량에 대해 2500 ppm 이 되도록 첨가하고, 10 분간 교반하였다. 그 후, 마이크로 미스트 스프레이 드라이어 (MDL-050CM, GF 제조) 로 분무 건조시켜, 얻어진 건조물을 900 ℃ 에서 2 시간 소성함으로써, 3.5 ㎛ 의 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자를 조제하였다. 얻어진 입자의 진구도는 1.03 이었다.

[0141] 얻어진 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자의 분말에 대해,「의약 부외품 원료 규격 2021」에 기재된「황산바륨」의 시험을 실시한 결과, 하기의 규격 항목에 전부 적합하고,「의약 부외품 원료 규격 2021」의「황산바륨」의 규격에 적합한 것이 확인되었다. 이 때의「염산 가용물」은 12.5 mg,「가용성 바륨염」의 분석 후의 시

험액의 흡광도는 0.003 이었다.

[0142] · 인산염 : 검출 없음

[0143] · 황화물 : 검출 없음

[0144] · 염산 가용물 : 15 mg 이하 (12.5 mg)

[0145] · 가용성 바륨염 : 검출 없음

[0146] · 액성 : 중성

[0147] · 중금속 : 10 ppm 이하

[0148] · 비소 : 1 ppm 이하

[0149] 실시예 3

[0150] 황화바륨과 황산을 반응시킴으로써 평균 입자경 0.05 ㎛ 의 원료 황산바륨 (건조시의 안료 pH 8.5) 을 조제한 후 수세함으로써 슬러리로 하고, 순수를 첨가하여 슬러리의 농도를 135 g/L 로 조제하였다. 그 원료 황산바륨의 슬러리에 대해, 황산나트륨〔무수〕(키시다 화학 제조, 99 %) 을 황산바륨에 대해 0.8 % 가 되도록 첨가하여 용해시키고, 100 ℃ 로 승온시켜 30 분간 교반하고, 여과시키고, 전기 전도도가 40 μS/㎝ 이하가 될 때까지 수세하였다. 수세 후의 고형분을 순수에 리펄프하여 슬러리의 농도가 380 g/L 가 되도록 조제하고, 상기 슬러리에 실리카 졸 (스노텍스 ST-30, 닛산 화학 제조) 을 $BaSO_4$ 와 SiO_2 의 중량비가 93 : 7 이 되는 비율로 첨가, 혼합하였다.

[0151] 얻어진 혼합물의 일부를 분무 건조시키고, 900 ℃ 에서 2 시간 소성하여 얻어진 분말에 대해,「의약 부외품 원료 규격 2021」의「황산바륨」의 규격에 기재된「황산바륨」의 시험을 실시한 결과, 염산 가용물은 15 mg 이하 (7.2 mg) 이고,「가용성 바륨염」의 시험을 실시한 시험액의 흡광도는 0.03 미만 (0.007) 이었다.

[0152] 이 때문에, 얻어진 혼합물을 그대로 마이크로 미스트 스프레이 드라이어 (MDL-050CM, GF 제조) 로 분무 건조시켜, 얻어진 건조물을 800 ℃ 에서 2 시간 소성함으로써, 3.5 ㎛ 의 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자를 조제하였다. 얻어진 입자의 진구도는 1.04 였다.

[0153] 얻어진 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자의 분말에 대해,「의약 부외품 원료 규격 2021」에 기재된「황산바륨」의 시험을 실시한 결과, 하기의 규격 항목에 전부 적합하고,「의약 부외품 원료 규격 2021」에 적합한 것이 확인되었다. 이 때의「염산 가용물」은 7.2 mg,「가용성 바륨염」의 분석 후의 시험액의 흡광도는 0.007 이었다.

[0154] · 인산염 : 검출 없음

[0155] · 황화물 : 검출 없음

[0156] · 염산 가용물 : 15 mg 이하 (7.2 mg)

[0157] · 가용성 바륨염 : 검출 없음

[0158] · 액성 : 중성

[0159] · 중금속 : 10 ppm 이하

[0160] · 비소 : 1 ppm 이하

[0161] 실시예 4

[0162] 황화바륨과 황산을 반응시킴으로써 평균 입자경 0.05 ㎛ 의 원료 황산바륨 (건조시의 안료 pH 8.5) 을 조제한 후 수세함으로써 슬러리로 하고, 순수를 첨가하여 슬러리의 농도를 90 g/L 로 조제하였다. 그 원료 황산바륨의 슬러리에 대해, 황산을 황산바륨에 대해 0.8 % 가 되도록 첨가하고, 30 분간 교반하고, 여과시키고, 전기 전도도가 40 μS/㎝ 이하가 될 때까지 수세하였다. 수세 후의 고형분을 순수에 리펄프하여 슬러리의 농도가 380 g/L 가 되도록 조제하고, 상기 슬러리에 실리카 졸 (스노텍스 ST-30, 닛산 화학 제조) 을 $BaSO_4$ 와 SiO_2 의 중량비가 93 : 7 이 되는 비율로 첨가, 혼합하였다.

[0163] 얻어진 혼합물의 일부를 분무 건조시키고, 900 ℃ 에서 2 시간 소성하여 얻어진 분말에 대해,「의약 부외품 원

료 규격 2021」의「황산바륨」의 규격에 기재된「황산바륨」의 시험을 실시한 결과, 염산 가용물은 15 mg 이하 (10.5 mg) 이고,「가용성 바륨염」의 시험을 실시한 시험액의 흡광도는 0.03 미만 (0.008) 이었다.

[0164] 이 때문에, 얻어진 혼합물을 그대로 마이크로 미스트 스프레이 드라이어 (MDL-050CM, GF 제조) 로 분무 건조시켜, 얻어진 건조물을 900 ℃ 에서 2 시간 소성함으로써, 3.5 ㎛ 의 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자를 조제하였다. 얻어진 입자의 진구도는 1.05 였다.

[0165] 얻어진 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자의 분말에 대해,「의약 부외품 원료 규격 2021」에 기재된「황산바륨」의 시험을 실시한 결과, 하기의 규격 항목에 전부 적합하고,「의약 부외품 원료 규격 2021」의「황산바륨」의 규격에 적합한 것이 확인되었다. 이 때의「염산 가용물」은 10.5 mg,「가용성 바륨염」의 분석 후의 시험액의 흡광도는 0.008 이었다.

[0166] · 인산염 : 검출 없음

[0167] · 황화물 : 검출 없음

[0168] · 염산 가용물 : 15 mg 이하 (10.5 mg)

[0169] · 가용성 바륨염 : 검출 없음

[0170] · 액성 : 중성

[0171] · 중금속 : 10 ppm 이하

[0172] · 비소 : 1 ppm 이하

[0173] 실시예 5

[0174] 황화바륨과 황산을 반응시킴으로써 평균 입자경 0.05 ㎛ 의 원료 황산바륨 (건조시의 안료 pH 8.5) 을 조제한 후 수세함으로써 슬러리로 하고, 순수를 첨가하여 슬러리의 농도를 90 g/L 로 조제하였다. 그 원료 황산바륨의 슬러리에 대해, 황산나트륨〔무수〕(키시다 화학 제조, 99 %) 을 황산바륨에 대해 0.8 % 가 되도록 첨가하여 용해시키고, 60 ℃ 로 승온시켜 30 분간 교반하고, 여과시키고, 전기 전도도가 40 μS/㎝ 이하가 될 때까지 수세하였다. 수세 후의 고형분을 순수에 리펄프하여 슬러리의 농도가 135 g/L 가 되도록 조제하고, 상기 슬러리에 실리카 졸 (스노텍스 ST-30L, 닛산 화학 제조) 을 $BaSO_4$ 와 SiO_2 의 중량비가 85 : 15 가 되는 비율로 첨가, 혼합하였다.

[0175] 얻어진 혼합물의 일부를 분무 건조시키고, 900 ℃ 에서 2 시간 소성하여 얻어진 분말에 대해,「의약 부외품 원료 규격 2021」의「황산바륨」의 규격에 기재된「황산바륨」의 시험을 실시한 결과, 염산 가용물은 15 mg 이하 (14.4 mg) 이고,「가용성 바륨염」의 시험을 실시한 시험액의 흡광도는 0.03 미만 (0.015) 이었다.

[0176] 이 때문에, 얻어진 혼합물을 그대로 마이크로 미스트 스프레이 드라이어 (MDL-050CM, GF 제조) 로 분무 건조시켜, 얻어진 건조물을 900 ℃ 에서 2 시간 소성함으로써, 3.4 ㎛ 의 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자를 조제하였다. 얻어진 입자의 진구도는 1.07 이었다.

[0177] 얻어진 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자의 분말에 대해,「의약 부외품 원료 규격 2021」에 기재된「황산바륨」의 시험을 실시한 결과, 하기의 규격 항목에 전부 적합하고,「의약 부외품 원료 규격 2021」의「황산바륨」의 규격에 적합한 것이 확인되었다. 이 때의「염산 가용물」은 14.4 mg,「가용성 바륨염」의 분석 후의 시험액의 흡광도는 0.015 였다.

[0178] · 인산염 : 검출 없음

[0179] · 황화물 : 검출 없음

[0180] · 염산 가용물 : 15 mg 이하 (14.4 mg)

[0181] · 가용성 바륨염 : 검출 없음

[0182] · 액성 : 중성

[0183] · 중금속 : 10 ppm 이하

[0184] · 비소 : 1 ppm 이하

[0185] 실시예 6

[0186] 황화바륨과 황산을 반응시킴으로써 평균 입자경 0.05 ㎛ 의 원료 황산바륨 (건조시의 안료 pH 8.5) 을 조제한 후 수세함으로써 슬러리로 하고, 순수를 첨가하여 슬러리의 농도를 90 g/L 로 조제하였다. 그 원료 황산바륨의 슬러리에 대해, 황산나트륨 〔무수〕 (키시다 화학 제조, 99 %) 을 황산바륨에 대해 0.8 % 가 되도록 첨가하여 용해시키고, 60 ℃ 로 승온시켜 30 분간 교반하고, 여과시키고, 전기 전도도가 40 μS/㎝ 이하가 될 때까지 수세하였다. 수세 후의 고형분을 순수에 리펄프하여 슬러리의 농도가 135 g/L 가 되도록 조제하고, 상기 슬러리에 실리카 졸 (스노텍스 ST-OL, 닛산 화학 제조) 을 $BaSO_4$ 와 SiO_2 의 중량비가 85 : 15 가 되는 비율로 첨가, 혼합하였다.

[0187] 얻어진 혼합물의 일부를 분무 건조시키고, 900 ℃ 에서 2 시간 소성하여 얻어진 분말에 대해,「의약 부외품 원료 규격 2021」의「황산바륨」의 규격에 기재된「황산바륨」의 시험을 실시한 결과, 염산 가용물은 15 mg 이하 (3.7 mg) 이고,「가용성 바륨염」의 시험을 실시한 시험액의 흡광도는 0.03 미만 (0.008) 이었다.

[0188] 이 때문에, 얻어진 혼합물을 그대로 마이크로 미스트 스프레이 드라이어 (MDL-050CM, GF 제조) 로 분무 건조시켜, 얻어진 건조물을 900 ℃ 에서 2 시간 소성함으로써, 3.6 ㎛ 의 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자를 조제하였다. 얻어진 입자의 진구도는 1.08 이었다.

[0189] 얻어진 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자의 분말에 대해,「의약 부외품 원료 규격 2021」에 기재된「황산바륨」의 시험을 실시한 결과, 하기의 규격 항목에 전부 적합하고,「의약 부외품 원료 규격 2021」의「황산바륨」의 규격에 적합한 것이 확인되었다. 이 때의「염산 가용물」은 3.7 mg,「가용성 바륨염」의 분석 후의 시험액의 흡광도는 0.008 이었다.

[0190] · 인산염 : 검출 없음

[0191] · 황화물 : 검출 없음

[0192] · 염산 가용물 : 15 mg 이하 (3.7 mg)

[0193] · 가용성 바륨염 : 검출 없음

[0194] · 액성 : 중성

[0195] · 중금속 : 10 ppm 이하

[0196] · 비소 : 1 ppm 이하

[0197] 실시예 7

[0198] 황화바륨과 황산을 반응시킴으로써 평균 입자경 0.05 ㎛ 의 원료 황산바륨 (건조시의 안료 pH 8.5) 을 조제한 후 수세함으로써 슬러리로 하고, 순수를 첨가하여 슬러리의 농도를 90 g/L 로 조제하였다. 그 원료 황산바륨의 슬러리에 대해, 황산나트륨 〔무수〕 (키시다 화학 제조, 99 %) 을 황산바륨에 대해 0.8 % 가 되도록 첨가하여 용해시키고, 60 ℃ 로 승온시켜 30 분간 교반하고, 여과시키고, 전기 전도도가 40 μS/㎝ 이하가 될 때까지 수세하였다. 수세 후의 고형분을 순수에 리펄프하여 슬러리의 농도가 135 g/L 가 되도록 조제하고, 상기 슬러리에 실리카 졸 (Sciqas 0.05 ㎛ 의 수분산체, 사카이 화학 공업 제조) 을 $BaSO_4$ 와 SiO_2 의 중량비가 85 : 15 가 되는 비율로 첨가, 혼합하였다.

[0199] 얻어진 혼합물의 일부를 분무 건조시키고, 900 ℃ 에서 2 시간 소성하여 얻어진 분말에 대해,「의약 부외품 원료 규격 2021」의「황산바륨」의 규격에 기재된「황산바륨」의 시험을 실시한 결과, 염산 가용물은 15 mg 이하 (6.3 mg) 이고,「가용성 바륨염」의 시험을 실시한 시험액의 흡광도는 0.03 미만 (0.014) 이었다.

[0200] 이 때문에, 얻어진 혼합물을 그대로 마이크로 미스트 스프레이 드라이어 (MDL-050CM, GF 제조) 로 분무 건조시켜, 얻어진 건조물을 900 ℃ 에서 2 시간 소성함으로써, 3.6 ㎛ 의 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자를 조제하였다. 얻어진 입자의 진구도는 1.07 이었다.

[0201] 얻어진 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자의 분말에 대해,「의약 부외품 원료 규격 2021」에 기재된「황산바륨」의 시험을 실시한 결과, 하기의 규격 항목에 전부 적합하고,「의약 부외품 원료 규격 2021」의「황산바륨」의 규격에 적합한 것이 확인되었다. 이 때의「염산 가용물」은 6.3 mg,「가용성 바륨염」의 분석 후의 시험액의 흡광도는 0.014 였다.

[0202] · 인산염 : 검출 없음

[0203] · 황화물 : 검출 없음

[0204] · 염산 가용물 : 15 mg 이하 (6.3 mg)

[0205] · 가용성 바륨염 : 검출 없음

[0206] · 액성 : 중성

[0207] · 중금속 : 10 ppm 이하

[0208] · 비소 : 1 ppm 이하

[0209] 실시예 8

[0210] 황화바륨과 황산을 반응시킴으로써 평균 입자경 0.05 ㎛ 의 원료 황산바륨 (건조시의 안료 pH 8.5) 을 조제한 후 수세함으로써 슬러리로 하고, 순수를 첨가하여 슬러리의 농도를 135 g/L 로 조제하였다. 그 원료 황산바륨의 슬러리에 대해, 황산을 황산바륨에 대해 0.8 % 가 되도록 첨가하고, 30 분간 교반하고, 여과시키고, 전기 전도도가 40 μS/㎝ 이하가 될 때까지 수세하였다. 수세 후의 고형분을 순수에 리펄프하여 슬러리의 농도가 380 g/L 가 되도록 조제하고, 상기 슬러리에 실리카 졸 (스노텍스 ST-O, 닛산 화학 제조) 을 $BaSO_4$ 와 SiO_2 의 중량비가 90 : 10 이 되는 비율로 첨가, 혼합하였다.

[0211] 얻어진 혼합물의 일부를 분무 건조시키고, 900 ℃ 에서 2 시간 소성하여 얻어진 분말에 대해,「의약 부외품 원료 규격 2021」의「황산바륨」의 규격에 기재된「황산바륨」의 시험을 실시한 결과, 염산 가용물은 14 mg 이하 (7.9 mg) 이고,「가용성 바륨염」의 시험을 실시한 시험액의 흡광도는 0.03 이상 (0.925) 이었다.

[0212] 이 때문에, 얻어진 혼합물에 황산나트륨 (키시다 화학 제조) 을 황산바륨의 중량에 대해 2500 ppm 이 되도록 첨가하고, 10 분간 교반하였다. 그 후, 마이크로 미스트 스프레이 드라이어 (MDL-050CM, GF 제조) 로 분무 건조시켜, 얻어진 건조물을 900 ℃ 에서 2 시간 소성함으로써, 3.5 ㎛ 의 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자를 조제하였다.

[0213] 얻어진 입자의 진구도는 1.05 였다. 얻어진 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자의 분말에 대해,「의약 부외품 원료 규격 2021」에 기재된「황산바륨」의 시험을 실시한 결과, 하기의 규격 항목에 전부 적합하고,「의약 부외품 원료 규격 2021」의「황산바륨」의 규격에 적합한 것이 확인되었다. 이 때의「염산 가용물」은 12.3 mg,「가용성 바륨염」의 분석 후의 시험액의 흡광도는 0.005 였다.

[0214] · 인산염 : 검출 없음

[0215] · 황화물 : 검출 없음

[0216] · 염산 가용물 : 15 mg 이하 (12.3 mg)

[0217] · 가용성 바륨염 : 검출 없음

[0218] · 액성 : 중성

[0219] · 중금속 : 10 ppm 이하

[0220] · 비소 : 1 ppm 이하

[0221] 비교예 1

[0222] 황화바륨과 황산을 반응시킴으로써 평균 입자경 0.02 ㎛ 의 원료 황산바륨 (건조시의 안료 pH 9.7) 을 조제한 후, 수세함으로써 슬러리로 하고, 순수를 첨가하여 슬러리의 농도를 90 g/L 로 조제하였다. 그 원료 황산바륨의 슬러리에 대해, 황산나트륨 [무수] (키시다 화학 제조, 99 %) 을 황산바륨에 대해 0.8 % 가 되도록 첨가하여 용해시키고, 30 분간 교반하고, 여과시키고, 전기 전도도가 40 μS/㎝ 이하가 될 때까지 수세하였다. 수세 후의 고형분을 순수에 리펄프하여 슬러리의 농도가 380 g/L 가 되도록 조제하고, 그 슬러리에 실리카 졸 (스노텍스 ST-O, 닛산 화학 제조) 을 $BaSO_4$ 와 SiO_2 의 중량비가 85 : 15 가 되는 비율로 첨가, 혼합하였다.

[0223] 얻어진 혼합물의 일부를 분무 건조시키고, 900 ℃ 에서 2 시간 소성하여 얻어진 분말에 대해,「의약 부외품 원료 규격 2021」의「황산바륨」의 규격에 기재된「황산바륨」의 시험을 실시한 결과, 염산 가용물은 15 mg 보다

많고 (17.2 mg),「가용성 바륨염」의 시험을 실시한 시험액의 흡광도는 0.03 이상 (0.936) 이었다.

[0224] 얻어진 혼합물을 그대로 마이크로 미스트 스프레이 드라이어 (MDL-050CM, GF 제조) 로 분무 건조시켜, 얻어진 건조물을 900 ℃ 에서 2 시간 소성함으로써, 3.4 ㎛ 의 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자를 조제하였다. 얻어진 입자의 진구도는 1.05 였다.

[0225] 얻어진 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자의 분말에 대해,「의약 부외품 원료 규격 2021」에 기재된「황산바륨」의 시험을 실시한 결과,「염산 가용물」이 15 mg 을 초과하고,「가용성 바륨염」이 검출된 점에서,「의약 부외품 원료 규격 2021」의「황산바륨」의 규격에 적합하지 않은 것이 확인되었다. 이 때의「염산 가용물」은 17.2 mg,「가용성 바륨염」의 분석 후의 시험액의 흡광도는 0.936 이었다.

[0226] 비교예 2

[0227] 황화바륨과 황산을 반응시킴으로써 평균 입자경 0.05 ㎛ 의 원료 황산바륨 (건조시의 안료 pH 8.5) 을 조제한 후 수세함으로써 슬러리로 하고, 순수를 첨가하여 슬러리의 농도를 90 g/L 로 조제하였다. 그 원료 황산바륨의 슬러리에 대해, 황산나트륨 [무수] (키시다 화학 제조, 99 %) 을 황산바륨에 대해 0.8 % 가 되도록 첨가하여 용해시키고, 30 분간 교반하고, 여과시키고, 전기 전도도가 40 μS/cm 이하가 될 때까지 수세하고, 수세 후의 고형분을 순수에 리펄프하여 슬러리의 농도가 380 g/L 가 되도록 조제하였다. 그 슬러리에 실리카 졸 (스노텍스 ST-O, 닛산 화학 제조) 을 $BaSO_4$ 와 SiO_2 의 중량비가 93 : 7 이 되는 비율로 첨가, 혼합하였다.

[0228] 얻어진 혼합물의 일부를 분무 건조시키고, 900 ℃ 에서 2 시간 소성하여 얻어진 분말에 대해,「의약 부외품 원료 규격 2021」의「황산바륨」의 규격에 기재된「황산바륨」의 시험을 실시한 결과, 염산 가용물은 14 mg 이하 (7.8 mg) 이고,「가용성 바륨염」의 시험을 실시한 시험액의 흡광도는 0.03 이상 (0.853) 이었다.

[0229] 얻어진 혼합물을 그대로 마이크로 미스트 스프레이 드라이어 (MDL-050CM, GF 제조) 로 분무 건조시켜, 얻어진 건조물을 900 ℃ 에서 2 시간 소성함으로써 3.3 ㎛ 의 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자를 조제하였다. 얻어진 입자의 진구도는 1.03 이었다.

[0230] 얻어진 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자의 분말에 대해,「의약 부외품 원료 규격 2021」에 기재된「황산바륨」의 시험을 실시한 결과,「가용성 바륨염」이 검출된 점에서,「의약 부외품 원료 규격 2021」의「황산바륨」의 규격에 적합하지 않은 것이 확인되었다. 이 때의「염산 가용물」은 7.8 mg,「가용성 바륨염」의 분석 후의 시험액의 흡광도는 0.853 이었다.

[0231] 비교예 3

[0232] 황화바륨과 황산을 반응시킴으로써 평균 입자경 0.05 ㎛ 의 원료 황산바륨 (건조시의 안료 pH 8.5) 을 조제한 후, 수세함으로써 슬러리로 하고, 세정제에 의한 세정을 실시하지 않고 순수를 첨가하여 슬러리의 농도가 380 g/L 가 되도록 조제하였다. 그 슬러리에 실리카 졸 (스노텍스 ST-30, 닛산 화학 제조) 을 $BaSO_4$ 와 SiO_2 의 중량비가 85 : 15 가 되는 비율로 첨가, 혼합하였다.

[0233] 얻어진 혼합물의 일부를 분무 건조시키고, 900 ℃ 에서 2 시간 소성하여 얻어진 분말에 대해,「의약 부외품 원료 규격 2021」의「황산바륨」의 규격에 기재된「황산바륨」의 시험을 실시한 결과, 염산 가용물은 15 mg 보다 많고 (19.4 mg),「가용성 바륨염」의 시험을 실시한 시험액의 흡광도는 0.03 미만 (0.016) 이었다.

[0234] 얻어진 혼합물을 그대로 마이크로 미스트 스프레이 드라이어 (MDL-050CM, GF 제조) 로 분무 건조시켜, 얻어진 건조물을 900 ℃ 에서 2 시간 소성함으로써 3.4 ㎛ 의 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자를 조제하였다. 얻어진 입자의 진구도는 1.04 였다.

[0235] 얻어진 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자의 분말에 대해,「의약 부외품 원료 규격 2021」에 기재된「황산바륨」의 시험을 실시한 결과,「염산 가용물」이 15 mg 을 초과한 점에서,「의약 부외품 원료 규격 2021」의「황산바륨」의 규격에 적합하지 않은 것이 확인되었다. 이 때의「염산 가용물」은 19.4 mg,「가용성 바륨염」의 분석 후의 시험액의 흡광도는 0.016 이었다.

[0236] 비교예 4

[0237] 황화바륨과 황산을 반응시킴으로써 평균 입자경 0.05 ㎛ 의 원료 황산바륨 (건조시의 안료 pH 8.5) 을 조제한 후, 수세함으로써 슬러리로 하고, 세정제에 의한 세정을 실시하지 않고 순수를 첨가하여 슬러리의 농도가 380 g/L 가 되도록 조제하였다. 그 슬러리에 실리카 졸 (스노텍스 ST-30, 닛산 화학 제조) 을 $BaSO_4$ 와 SiO_2 의

중량비가 85 : 15 가 되는 비율로 첨가, 혼합하였다.

[0238] 얻어진 혼합물의 일부를 분무 건조시키고, 900 ℃ 에서 2 시간 소성하여 얻어진 분말에 대해,「의약 부외품 원료 규격 2021」의「황산바륨」의 규격에 기재된「황산바륨」의 시험을 실시한 결과, 염산 가용물은 15 mg 보다 많고 (21.3 mg),「가용성 바륨염」의 시험을 실시한 시험액의 흡광도는 0.03 미만 (0.015) 이었다.

[0239] 얻어진 혼합물을 그대로 마이크로 미스트 스프레이 드라이어 (MDL-050CM, GF 제조) 로 분무 건조시켜, 얻어진 건조물을 750 ℃ 에서 2 시간 소성함으로써 3.4 ㎛ 의 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자를 조제하였다. 얻어진 입자의 진구도는 1.07 이었다.

[0240] 얻어진 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자의 분말에 대해,「의약 부외품 원료 규격 2021」에 기재된「황산바륨」의 시험을 실시한 결과,「황화물」이 검출되고,「염산 가용물」이 15 mg 을 초과한 점에서,「의약 부외품 원료 규격 2021」의「황산바륨」의 규격에 적합하지 않은 것이 확인되었다. 이 때의「염산 가용물」은 21.3 mg,「가용성 바륨염」의 분석 후의 시험액의 흡광도는 0.015 였다.

[0241] 비교예 5

[0242] 염화바륨과 황산나트륨을 반응시킴으로써 평균 입자경 0.3 ㎛ 의 원료 황산바륨 (건조시의 안료 pH 6.5) 을 조제한 후, 수세함으로써 슬러리로 하고, 순수를 첨가하여 슬러리의 농도를 135 g/L 로 조제하였다. 그 원료 황산바륨의 슬러리에 대해 황산나트륨 [무수] (키시다 화학 제조, 99 %) 을 황산바륨에 대해 0.8 % 가 되도록 첨가하여 용해시키고, 30 분간 교반하고, 여과시키고, 전기 전도도가 40 μS/㎝ 이하가 될 때까지 수세하였다.

수세 후의 고형분을 순수에 리펄프하여 슬러리의 농도가 380 g/L 가 되도록 조제하였다. 그 슬러리에 실리카 졸 (스노텍스 ST-30, 닛산 화학 제조) 을 $BaSO_4$ 와 SiO_2 의 중량비가 85 : 15 가 되는 비율로 첨가, 혼합하였다.

[0243] 얻어진 혼합물의 일부를 분무 건조시키고, 900 ℃ 에서 2 시간 소성하여 얻어진 분말에 대해,「의약 부외품 원료 규격 2021」의「황산바륨」의 규격에 기재된「황산바륨」의 시험을 실시한 결과, 염산 가용물은 15 mg 보다 많고 (42.3 mg),「가용성 바륨염」의 시험을 실시한 시험액의 흡광도는 0.03 이상 (0.032) 이었다.

[0244] 얻어진 혼합물을 그대로 마이크로 미스트 스프레이 드라이어 (MDL-050CM, GF 제조) 로 분무 건조시켜, 얻어진 건조물을 900 ℃ 에서 2 시간 소성함으로써 3.4 ㎛ 의 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자를 조제하였다. 얻어진 입자의 진구도는 1.25 였다.

[0245] 얻어진 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자의 분말에 대해,「의약 부외품 원료 규격 2021」에 기재된「황산바륨」의 시험을 실시한 결과,「염산 가용물」이 15 mg 을 초과하고,「가용성 바륨염」이 검출된 점에서,「의약 부외품 원료 규격 2021」의「황산바륨」의 규격에 적합하지 않은 것이 확인되었다. 이 때의「염산 가용물」은 42.3 mg,「가용성 바륨염」의 분석 후의 시험액의 흡광도는 0.032 였다.

[0246] 비교예 6

[0247] 황화바륨과 황산을 반응시킴으로써 평균 입자경 0.05 ㎛ 의 원료 황산바륨 (건조시의 안료 pH 8.5) 을 조제한 후, 수세함으로써 슬러리로 하고, 순수를 첨가하여 슬러리의 농도를 135 g/L 로 조제하였다. 그 원료 황산바륨의 슬러리에 대해 황산나트륨 [무수] (키시다 화학 제조, 99 %) 을 황산바륨에 대해 0.8 % 가 되도록 첨가하여 용해시키고, 30 분간 교반하고, 여과시키고, 전기 전도도가 40 μS/㎝ 이하가 될 때까지 수세하였다.

수세 후의 고형분을 순수에 리펄프하여 슬러리의 농도가 380 g/L 가 되도록 조제하였다. 그 슬러리에 실리카 졸 (스노텍스 ST-O, 닛산 화학 제조) 을 $BaSO_4$ 와 SiO_2 의 중량비가 90 : 10 이 되는 비율로 첨가, 혼합하였다.

[0248] 얻어진 혼합물의 일부를 분무 건조시키고, 900 ℃ 에서 2 시간 소성하여 얻어진 분말에 대해,「의약 부외품 원료 규격 2021」의「황산바륨」의 규격에 기재된「황산바륨」의 시험을 실시한 결과, 염산 가용물은 14 mg 이하 (7.9 mg),「가용성 바륨염」의 시험을 실시한 시험액의 흡광도는 0.03 이상 (0.925) 이었다.

[0249] 얻어진 혼합물에 황산나트륨 (키시다 화학 제조) 을 황산바륨의 중량에 대해 10 ppm 이 되도록 첨가하고, 10 분간 교반하였다. 그 후, 마이크로 미스트 스프레이 드라이어 (MDL-050CM, GF 제조) 로 분무 건조시켜, 얻어진 건조물을 900 ℃ 에서 2 시간 소성함으로써 3.4 ㎛ 의 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자를 조제하였다.

얻어진 입자의 진구도는 1.05 였다.

[0250] 얻어진 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자의 분말에 대해,「의약 부외품 원료 규격 2021」에 기재된「황산바

륨」의 시험을 실시한 결과,「가용성 바륨염」이 검출된 점에서,「의약 부외품 원료 규격 2021」의「황산바륨」의 규격에 적합하지 않은 것이 확인되었다. 이 때의「염산 가용물」은 8.0 mg,「가용성 바륨염」의 분석 후의 시험액의 흡광도는 0.916 이었다.

[0251] 비교예 7

[0252] 황화바륨과 황산을 반응시킴으로써 평균 입자경 0.05 ㎛ 의 원료 황산바륨 (건조시의 안료 pH 8.5) 을 조제한 후, 수세함으로써 슬러리로 하고, 순수를 첨가하여 슬러리의 농도를 135 g/L 로 조제하였다. 그 원료 황산바륨의 슬러리에 대해 황산나트륨 〔무수〕(키시다 화학 제조, 99 %) 을 황산바륨에 대해 0.8 % 가 되도록 첨가하여 용해시키고, 30 분간 교반하고, 여과시키고, 전기 전도도가 40 μS/㎝ 이하가 될 때까지 수세하였다. 수세 후의 고형분을 순수에 리펄프하여 슬러리의 농도가 380 g/L 가 되도록 조제하였다. 그 슬러리에 실리카 졸 (스노텍스 ST-O, 닛산 화학 제조) 을 $BaSO_4$ 와 SiO_2 의 중량비가 90 : 10 이 되는 비율로 첨가, 혼합하였다.

[0253] 얻어진 혼합물의 일부를 분무 건조시키고, 900 ℃ 에서 2 시간 소성하여 얻어진 분말에 대해,「의약 부외품 원료 규격 2021」의「황산바륨」의 규격에 기재된「황산바륨」의 시험을 실시한 결과, 염산 가용물은 14 mg 이하 (7.9 mg),「가용성 바륨염」의 시험을 실시한 시험액의 흡광도는 0.03 이상 (0.925) 이었다.

[0254] 얻어진 혼합물에 황산나트륨 (키시다 화학 제조) 을 황산바륨의 중량에 대해 100 ppm 이 되도록 첨가하고, 10 분간 교반하였다. 얻어진 혼합물을 마이크로 미스트 스프레이 드라이어 (MDL-050CM, GF 제조) 로 분무 건조시켜, 얻어진 건조물을 900 ℃ 에서 2 시간 소성함으로써 3.4 ㎛ 의 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자를 조제하였다. 얻어진 입자의 진구도는 1.04 였다.

[0255] 얻어진 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자의 분말에 대해,「의약 부외품 원료 규격 2021」에 기재된「황산바륨」의 시험을 실시한 결과,「가용성 바륨염」이 검출된 점에서,「의약 부외품 원료 규격 2021」의「황산바륨」의 규격에 적합하지 않은 것이 확인되었다. 이 때의「염산 가용물」은 8.1 mg,「가용성 바륨염」의 분석 후의 시험액의 흡광도는 0.425 였다.

[0256] 비교예 8

[0257] 황화바륨과 황산을 반응시킴으로써 평균 입자경 0.05 ㎛ 의 원료 황산바륨 (건조시의 안료 pH 8.5) 을 조제한 후, 수세함으로써 슬러리로 하고, 순수를 첨가하여 슬러리의 농도를 135 g/L 로 조제하였다. 그 원료 황산바륨의 슬러리에 대해 황산나트륨 〔무수〕(키시다 화학 제조, 99 %) 을 황산바륨에 대해 0.8 % 가 되도록 첨가하여 용해시키고, 30 분간 교반하고, 여과시키고, 전기 전도도가 40 μS/㎝ 이하가 될 때까지 수세하였다. 수세 후의 고형분을 순수에 리펄프하여 슬러리의 농도가 380 g/L 가 되도록 조제하였다. 그 슬러리에 실리카 졸 (스노텍스 ST-O, 닛산 화학 제조) 을 $BaSO_4$ 와 SiO_2 의 중량비가 90 : 10 이 되는 비율로 첨가, 혼합하였다.

[0258] 얻어진 혼합물의 일부를 분무 건조시키고, 900 ℃ 에서 2 시간 소성하여 얻어진 분말에 대해,「의약 부외품 원료 규격 2021」의「황산바륨」의 규격에 기재된「황산바륨」의 시험을 실시한 결과, 염산 가용물은 14 mg 이하 (7.9 mg),「가용성 바륨염」의 시험을 실시한 시험액의 흡광도는 0.03 이상 (0.925) 이었다.

[0259] 얻어진 혼합물에 황산나트륨 (키시다 화학 제조) 을 황산바륨의 중량에 대해 10000 ppm 이 되도록 첨가하고, 10 분간 교반하였다. 얻어진 혼합물을 마이크로 미스트 스프레이 드라이어 (MDL-050CM, GF 제조) 로 분무 건조시켜, 얻어진 건조물을 900 ℃ 에서 2 시간 소성함으로써 3.4 ㎛ 의 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자를 조제하였다. 얻어진 입자의 진구도는 1.07 이었다.

[0260] 얻어진 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자의 분말에 대해,「의약 부외품 원료 규격 2021」에 기재된「황산바륨」의 시험을 실시한 결과,「염산 가용물」이 15 mg 을 초과한 점에서,「의약 부외품 원료 규격 2021」의「황산바륨」의 규격에 적합하지 않은 것이 확인되었다. 이 때의「염산 가용물」은 27.5 mg,「가용성 바륨염」의 분석 후의 시험액의 흡광도는 0.007 이었다.

[0261] 실시예 1 ~ 8, 비교예 1 ~ 8 을 정리한 것을 표 1, 2 에 나타낸다. 표 중, 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자의 감촉은, 이하의 방법에 의해 평가한 것이다.

[0262] ＜황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자의 감촉＞

[0263] 10 명의 패널리스트에 대해, 얻어진 분말 (시료) 을 손등과 검지로 만졌을 때의 감촉을 1 점 ~ 5 점의 5 단계

(5 점이 가장 좋음) 로 점수 평가하고, 평가의 평균값을 구하여, 이하의 기준으로 평가하였다. 또한,「피부 위에서 구르기 쉽고, 매끄러움이 좋고, 보송보송한」경우를 5 점으로 하고,「구르지 않고, 매끄럽지 않다」를 1 점으로 하였다.

[0264] ○ : 평균값이 3 점 이상

[0265] △ : 평균값이 3 점 미만, 2 점 이상

[0266] × : 평균값이 2 점 미만

표 1

[0267]

항목		실시예 1	실시예 2	실시예 3	실시예 4	실시예 5	실시예 6	실시예 7	실시예 8
원료 황산바륨	입자의 제법	황산바륨 -황산	황산바륨 -황산	황산바륨 -황산	황산바륨 -황산	황산바륨 -황산	황산바륨 -황산	황산바륨 -황산	황산바륨 -황산
	평균 입자경 (μm)	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05
	완료 pH	8.5	8.5	8.5	8.5	8.5	8.5	8.5	8.5
원료 황산바륨의 세정 조건	세정시의 $BaSO_4$ 농도 (g/L)	135	135	135	90	90	90	90	135
	세정제	황산나트륨	황산나트륨	황산나트륨	황산	황산나트륨	황산나트륨	황산나트륨	황산
	세정제 사용량 (to $BaSO_4$) (%)	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8
	세정시 온도 (℃)	25	25	100	25	60	60	60	25
	세정 시간 (h)	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
세정 후의 고형물을 순수에 리펄프했을 때의 슬러리의 농도 (g/L)		380	380	380	380	135	135	135	380
실리카원	첨가한 실리카 졸	스노텍스 ST-30	스노텍스 ST-O	스노텍스 ST-30	스노텍스 ST-30	스노텍스 ST-30L	스노텍스 ST-OL	Scigas 0.05 μm 수분산체	스노텍스 ST-O
	실리카의 평균 입자경 (μm)	0.012	0.012	0.012	0.012	0.045	0.045	0.05	0.012
	실리카 졸의 액성	알칼리성	산성	알칼리성	알칼리성	알칼리성	산성	산성	산성
분무 건조에 제공하는 슬러리 중의 $BaSO_4/SiO_2$ 질량비		93/7	90/10	93/7	93/7	85/15	85/15	85/15	90/10
황산나트륨 첨가	첨가량 (to $BaSO_4$) (ppm)	-	2500	-	-	-	-	-	2500
건조 방법		스프레이 드라이	스프레이 드라이	스프레이 드라이	스프레이 드라이	스프레이 드라이	스프레이 드라이	스프레이 드라이	스프레이 드라이
소성 온도 × 시간 (℃×h)		900×2	900×2	800×2	900×2	900×2	900×2	900×2	900×2
분체 물성	평균 입자경 (μm)	3.5	3.5	3.5	3.5	3.4	3.6	3.6	3.5
	SiO_2 함유량 (%)	7	10	7	7	15	15	15	10
	진구도	1.03	1.03	1.04	1.05	1.07	1.08	1.07	1.05
	감촉	○	○	○	○	△	△	△	○
의약 부외품 원료 규격 2021 「황산바륨」 시험 결과	인산염	검출되지 않음	검출되지 않음	검출되지 않음	검출되지 않음	검출되지 않음	검출되지 않음	검출되지 않음	검출되지 않음
	황화물	검출되지 않음	검출되지 않음	검출되지 않음	검출되지 않음	검출되지 않음	검출되지 않음	검출되지 않음	검출되지 않음
	염산 가용물 (mg)	8.0	12.5	7.2	10.5	14.4	3.7	6.3	12.3
	가용성 바륨염	검출되지 않음	검출되지 않음	검출되지 않음	검출되지 않음	검출되지 않음	검출되지 않음	검출되지 않음	검출되지 않음
	액성	중성	중성	중성	중성	중성	중성	중성	중성
	중금속 (ppm)	10 이하	10 이하	10 이하	10 이하	10 이하	10 이하	10 이하	10 이하
	비소 (ppm)	1.0 이하	1.0 이하	1.0 이하	1.0 이하	1.0 이하	1.0 이하	1.0 이하	1.0 이하
	적합/부적합	적합	적합	적합	적합	적합	적합	적합	적합
가용성 바륨염의 분석 후 시험액의 흡광도 (파장 500 nm, 광로 길이 20 mm)		0.004	0.003	0.007	0.008	0.015	0.008	0.014	0.005

표 2

항목			비교예 1	비교예 2	비교예 3	비교예 4	비교예 5	비교예 6	비교예 7	비교예 8
원료 황산바륨	입자의 제법		황산바륨-황산	황산바륨-황산	황산바륨-황산	황산바륨-황산	황산바륨-황산나트륨	황산바륨-황산	황산바륨-황산	황산바륨-황산
	평균 입자경(㎛)		0.02	0.05	0.05	0.05	0.3	0.05	0.05	0.05
	안료 pH		9.7	8.5	8.5	8.5	6.5	8.5	8.5	8.5
원료 황산바륨의 세정 조건	세정시의 $BaSO_4$ 농도 (g/L)		90	90	-	-	135	135	135	135
	세정제		황산나트륨	황산나트륨	-	-	황산나트륨	황산나트륨	황산나트륨	황산나트륨
	세정제 사용량(to $BaSO_4$) (%)		0.8	0.8	-	-	0.8	0.8	0.8	0.8
	세정시 온도(℃)		25	25	-	-	25	25	25	25
	세정 시간 (h)		0.5	0.5	-	-	0.5	0.5	0.5	0.5
세정 후의 고형물을 순수에 리펄프했을 때의 슬러리의 농도 (g/L)			380	380	380	380	380	380	380	380
실리카원	첨가한 실리카 졸		스노텍스 ST-O	스노텍스 ST-O	스노텍스 ST-30	스노텍스 ST-30	스노텍스 ST-30	스노텍스 ST-O	스노텍스 ST-O	스노텍스 ST-O
	실리카의 평균 입자경(㎛)		0.012	0.012	0.012	0.012	0.012	0.012	0.012	0.012
	실리카 졸의 액성		산성	산성	알칼리성	알칼리성	알칼리성	산성	산성	산성
분무 건조에 제공하는 슬러리 중의 $BaSO_4/SiO_2$ 질량비			85/15	93/7	85/15	85/15	85/15	90/10	90/10	90/10
황산나트륨 첨가	첨가량(to $BaSO_4$) (ppm)		-	-	-	-	-	10	100	10000
건조 방법			스프레이 드라이	스프레이 드라이	스프레이 드라이	스프레이 드라이	스프레이 드라이	스프레이 드라이	스프레이 드라이	스프레이 드라이
소성 온도 × 시간(℃×h)			900×2	900×2	900×2	750×2	900×2	900×2	900×2	900×2
분체 물성	평균 입자경(㎛)		3.4	3.3	3.4	3.4	3.4	3.4	3.4	3.4
	SiO_2 함유량 (%)		15	7	15	15	15	10	10	10
	진구도		1.05	1.03	1.04	1.07	1.25	1.05	1.04	1.07
	감촉		○	○	○	△	×	○	○	○
의약 부외품 원료 규격 2021 「황산바륨」 시험 결과	인산염		검출되지 않음	검출되지 않음	검출되지 않음	검출되지 않음	검출되지 않음	검출되지 않음	검출되지 않음	검출되지 않음
	황화물		검출되지 않음	검출되지 않음	검출되지 않음	검출	검출되지 않음	검출되지 않음	검출되지 않음	검출되지 않음
	염산 가용물 (mg)		17.2	7.8	19.4	21.3	42.3	8.0	8.1	27.5
	가용성 바륨염		검출	검출	검출되지 않음	검출되지 않음	검출	검출	검출	검출되지 않음
	액성		중성	중성	중성	중성	중성	중성	중성	중성
	중금속 (ppm)		10 이하	10 이하	10 이하	10 이하	10 이하	10 이하	10 이하	10 이하
	비소 (ppm)		1 이하	1 이하	1 이하	1 이하	1 이하	1 이하	1 이하	1 이하
	적합/부적합		부적합	부적합	부적합	부적합	부적합	부적합	부적합	부적합
가용성 바륨염의 분석 후 시험액의 흡광도 (파장 500 nm, 광로 길이 20 mm)			0.936	0.853	0.016	0.015	0.032	0.916	0.425	0.007

[0268]

[0269] 실시예 1 ~ 8, 비교예 1 ~ 8 의 결과로부터, 본 발명의 제조 방법을 사용함으로써,「의약 부외품 원료 규격 2021」에 기재된「황산바륨」의「염산 가용물」및「가용성 바륨염」의 요건에 적합한 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자를 얻을 수 있는 것이 확인되었다. 또, 얻어진 황산바륨과 실리카의 구상 복합 입자는, 모두 양호한 분체 물성을 갖는 것이 확인되었다.

도면

도면1

