

(12) 특허협력조약에 의하여 공개된 국제출원

(19) 세계지식재산권기구
국제사무국

(43) 국제공개일

2022 년 2 월 10 일 (10.02.2022)



(10) 국제공개번호

WO 2022/031031 A1

(51) 국제특허분류:

C01B 33/22 (2006.01)

경상남도 진주시 가좌길40번길 18, 401호 (가좌동),
Gyeongsangnam-do (KR).

(21) 국제출원번호:

PCT/KR2021/010265

(74) 대리인: 김종선 (KIM, Jong Sun); 06242 서울시 강남구
역삼로3길 11, 12층 (역삼동, 광성빌딩), Seoul (KR).

(22) 국제출원일:

2021 년 8 월 4 일 (04.08.2021)

(25) 출원언어:

한국어

(81) 지정국 (별도의 표시가 없는 한, 가능한 모든 종류의 국
내 권리의 보호를 위하여): AE, AG, AL, AM, AO, AT,
AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH,
CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC,
EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU,
ID, IL, IN, IR, IS, IT, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KW,
KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK,
MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA,
PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD,
SE, SG, SK, SL, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ,
UA, UG, US, UZ, VC, VN, WS, ZA, ZM, ZW.

(26) 공개언어:

한국어

(30) 우선권정보:

10-2020-0099143 2020 년 8 월 7 일 (07.08.2020) KR

(71) 출원인:

경상국립대학교산학협력단 (IN-
DUSTRY-ACADEMIC COOPERATION FOUN-
DATION GYEONGSANG NATIONAL UNIVERSI-
TY) [KR/KR]; 52828 경상남도 진주시 진주대로 501 (가
좌동), Gyeongsangnam-do (KR).

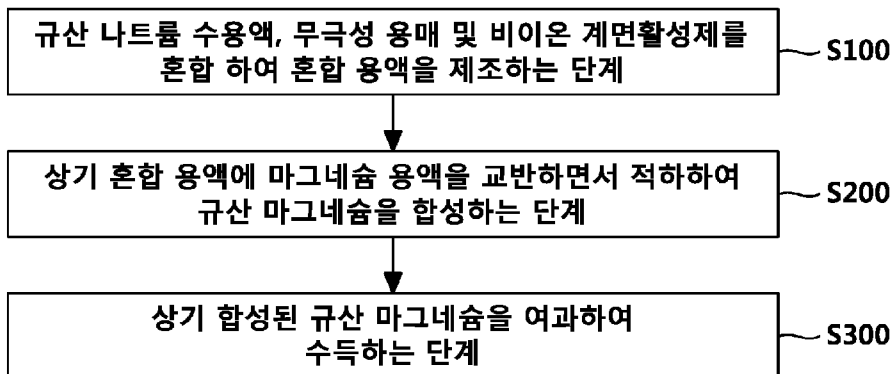
(72) 발명자:

권기영 (KWON, Ki Young); 52826 경상남
도 진주시 진주역로73번길 33, 101동 601호 (가좌동),
Gyeongsangnam-do (KR). 표은지 (PYO, Eun Ji); 52822

(84) 지정국 (별도의 표시가 없는 한, 가능한 모든 종류의 역
내 권리의 보호를 위하여): ARIPO (BW, GH, GM, KE,
LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM,
ZW), 유라시아 (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), 유
럽 (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI,

(54) Title: MAGNESIUM SILICATE AND METHOD FOR PREPARING SAME

(54) 발명의 명칭: 규산 마그네슘 및 이의 제조 방법



S100 ... Step of preparing mixed solution by mixing aqueous sodium silicate solution, non-polar solvent, and nonionic surfactant

S200 ... Step of adding dropwise magnesium solution to mixed solution while stirring, to synthesize magnesium silicate

S300 ... Step of obtaining synthesized magnesium silicate through filtration

(57) Abstract: The present invention relates to a method for preparing spherical magnesium silicate, the method comprising the steps of: preparing a mixed solution by mixing an aqueous sodium silicate solution, a non-polar solvent, and a nonionic surfactant; adding dropwise a magnesium solution to the mixed solution while stirring, to synthesize magnesium silicate; and obtaining the synthesized magnesium silicate through filtration. According to the present application, spherical magnesium silicate can be prepared using a water in oil emulsion (w/o emulsion).

[다음 쪽 계속]

FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK,
MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI
(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML,
MR, NE, SN, TD, TG).

공개:

- 국제조사보고서와 함께 (조약 제21조(3))
- 청구범위 보정 기한 만료 전의 공개이며, 보정서를 접수
하는 경우 그에 관하여 별도 공개함 (규칙 48.2(h))

(57) 요약서: 본 발명은 구형의 규산 마그네슘의 제조 방법에 대한 것으로, 규산 나트륨 수용액, 무극성 용매 및 비이온 계면활성제를 혼합하여 혼합 용액을 제조하는 단계; 상기 혼합 용액에 마그네슘 용액을 교반하면서 적하하여 규산 마그네슘을 합성하는 단계; 및 상기 합성된 규산 마그네슘을 여과하여 수득하는 단계;를 포함하는 것이다. 본원은 유중 수형 에멀전(water in oil emulsion, w/o emulsion)을 이용하여 구형의 형태를 가진 규산 마그네슘을 제조할 수 있다.

명세서

발명의 명칭: 규산 마그네슘 및 이의 제조 방법

기술분야

- [1] 본 발명은 규산 마그네슘 및 이의 제조 방법에 관한 것이다. 구체적으로, 유중 수형 에멀전(water in oil emulsion)을 이용하여 구형의 형태를 가진 규산 마그네슘을 제조하는 방법이다.

배경기술

- [2] 규산 마그네슘은 $2\text{MgO} \cdot 3\text{SiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ($\text{Mg}_2\text{Si}_3\text{O}_8n\text{H}_2\text{O}$)의 조성을 가지고 있으며, 파우더 형태로서 식품, 의료 등 다양한 분야에서 흡착제와 제산제로 사용되고 있다.
- [3] 규산 마그네슘의 합성법에는 침전법, 열수침전법, 메카노-케미칼 탈수법 등이 있다. 이 중, 침전법은 물에 용해가 가능한 마그네슘염과 가용성 소듐실리케이트를 수용액 상에서 반응시켜 불용성염인 마그네슘 실리케이트를 침전시켜 분리한 후 건조시켜 합성하는 것이다. 이러한 규산 마그네슘의 합성법을 이용하면, 침상형의 규산 마그네슘이 합성된다.
- [4] 최근에는 흡착력, 여과속도 등의 특성을 향상시키기 위해 구형태의 규산 마그네슘이 요구되고 있다. 이러한 구형태의 규산 마그네슘을 합성하기 위해서는 종래에는 주로 분무 건조 방법을 이용하였다.
- [5] [선행기술문헌]
- [6] [특허문헌]
- [7] (특허문헌 0001) 한국등록특허공보 제10-0785089호

발명의 상세한 설명

기술적 과제

- [8] 본원은 전술한 종래 기술의 문제점을 해결하기 위한 규산 마그네슘의 제조 방법에 대한 것으로서, 유중 수형 에멀전(water in oil emulsion, w/o emulsion)을 이용하여 구형의 형태를 가진 규산 마그네슘을 제조할 수 있다.

과제 해결 수단

- [9] 상기한 기술적 과제를 달성하기 위한 본 발명의 구형의 규산 마그네슘의 제조 방법은 규산 나트륨 수용액, 무극성 용매 및 비이온 계면활성제를 혼합하여 혼합 용액을 제조하는 단계; 상기 혼합 용액에 마그네슘 용액을 교반하면서 적하하여 규산 마그네슘을 합성하는 단계; 및 상기 합성된 규산 마그네슘을 여과하여 수득하는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [10] 상기 규산 나트륨 수용액 100 중량부를 기준으로 상기 무극성 용매 1 중량부 내지 10 중량부, 상기 비이온 계면활성제 0.5 중량부 내지 5 중량부를 혼합하는 것 일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [11] 상기 마그네슘 용액을 적하하는 단계는 5 ml/min 내지 10 ml/min의 속도로

적하하는 것 일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

- [12] 상기 무극성 용매는 자일렌, 헥산, 벤젠, 톨루엔, 스타이렌, 메시틸렌, 펜테인, 도데케인, 헵테인 및 이들의 조합들로 이루어진 군에서 선택된 물질을 포함하는 것 일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [13] 상기 마그네슘 용액은 황산 마그네슘, 수산화 마그네슘, 염화 마그네슘, 질산 마그네슘 및 이들의 조합들로 이루어진 군에서 선택된 물질을 포함하는 것 일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [14] 상기 규산 마그네슘을 합성하는 단계는 70°C 내지 150°C의 온도 하에서 이루어지는 것 일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [15] 본 발명은 상기 규산 마그네슘의 제조 방법에 의해 제조되는 구형의 규산 마그네슘에 관한 것이다.
- [16] 상기 구형의 규산 마그네슘의 직경은 1 μm 내지 3 μm 인 것 일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [17] 상기 구형의 규산 마그네슘의 CPR은 20 내지 30인 것 일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [18] 상기 구형의 규산 마그네슘의 여과 속도는 1.8 g/s 내지 5 g/s인 것 일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [19] 상술한 과제 해결 수단은 단지 예시적인 것으로서, 본원을 제한하려는 의도로 해석되지 않아야 한다. 상술한 예시적인 실시예 외에도, 도면 및 발명의 상세한 설명에 추가적인 실시예가 존재할 수 있다.

발명의 효과

- [20] 개시된 기술은 다음의 효과를 가질 수 있다. 다만, 특정 실시예가 다음의 효과를 전부 포함하여야 한다거나 다음의 효과만을 포함하여야 한다는 의미는 아니므로, 개시된 기술의 권리범위는 이에 의하여 제한되는 것으로 이해되어서는 아니 될 것이다.
- [21] 전술한 본원의 과제 해결 수단에 의하면, 본원에 따른 규산 마그네슘의 제조 방법은 유중 수형 에멀전(water in oil emulsion, w/o emulsion)을 이용하여 구형의 형태를 가진 규산 마그네슘을 제조할 수 있다. 특히, 종래에 구형의 규산 마그네슘을 제조하기 위해 사용하였던 분무 건조 방법에 비해 규산 마그네슘의 크기 조절이 더욱 용이하다.
- [22] 본원의 규산 마그네슘의 흡착력은 종래의 비구형(침상형 등)의 규산 마그네슘에 비하여 1.2배 우수한 성능을 나타내었다. 또한, 여과속도 면에서도 기존의 규산 마그네슘과 비교하여 35% 향상된 특성을 보인다.

도면의 간단한 설명

- [23] 도 1은 본원의 일 구현예에 따른 규산 마그네슘의 제조 방법의 순서도이다.
- [24] 도 2는 본원의 일 실시예에 따라 제조한 규산 마그네슘의 SEM(scanning electron microscope) 사진이다.

[25] 도 3은 본원의 일 실시예에 따라 제조한 규산 마그네슘의 SEM(scanning electron microscope) 사진이다.

[26] 도 4는 본원의 비교예에 따라 제조한 규산 마그네슘의 SEM(scanning electron microscope) 사진이다.

발명의 실시를 위한 최선의 형태

[27] 본 발명은 다양한 변경을 가할 수 있고 여러 가지 실시예를 가질 수 있는바, 특정 실시예들을 도면에 예시하고 상세한 설명에 구체적으로 설명하고자 한다. 그러나 이는 본 발명을 특정한 실시 형태에 대해 한정하려는 것이 아니며, 본 발명의 사상 및 기술 범위에 포함되는 모든 변경, 균등물 내지 대체물을 포함하는 것으로 이해되어야 한다.

[28] 각 도면을 설명하면서 유사한 참조부호를 유사한 구성요소에 대해 사용한다. 제 1, 제 2등의 용어는 다양한 구성요소들을 설명하는데 사용될 수 있지만, 상기 구성요소들은 상기 용어들에 의해 한정되어서는 안 된다. 상기 용어들은 하나의 구성요소를 다른 구성요소로부터 구별하는 목적으로만 사용된다.

[29] 예를 들어, 본 발명의 권리 범위를 벗어나지 않으면서 제 1 구성요소는 제 2 구성요소로 명명될 수 있고, 유사하게 제 2 구성요소도 제 1 구성요소로 명명될 수 있다. "및/또는" 이라는 용어는 복수의 관련된 기재된 항목들의 조합 또는 복수의 관련된 기재된 항목들 중의 어느 항목을 포함한다.

[30] 다르게 정의되지 않는 한, 기술적이거나 과학적인 용어를 포함해서 여기서 사용되는 모든 용어들은 본 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자에 의해 일반적으로 이해되는 것과 동일한 의미가 있다.

[31] 일반적으로 사용되는 사전에 정의되어 있는 것과 같은 용어들은 관련 기술의 문맥상 가지는 의미와 일치하는 의미가 있는 것으로 해석되어야 하며, 본 출원에서 명백하게 정의하지 않는 한, 이상적이거나 과도하게 형식적인 의미로 해석되지 않아야 한다.

[32] 본원 명세서 전체에서, 어떤 부제가 다른 부제 "상에", "상부에", "상단에", "하에", "하부에", "하단에" 위치하고 있다고 할 때, 이는 어떤 부제가 다른 부제에 접해 있는 경우뿐 아니라 두 부제 사이에 또 다른 부제가 존재하는 경우도 포함한다.

[33] 본원 명세서 전체에서, 어떤 부분이 어떤 구성요소를 "포함" 한다고 할 때, 이는 특별히 반대되는 기재가 없는 한 다른 구성요소를 제외하는 것이 아니라 다른 구성요소를 더 포함할 수 있는 것을 의미한다.

[34] 본 명세서에서 사용되는 정도의 용어 "약", "실질적으로" 등은 언급된 의미에 고유한 제조 및 물질 허용오차가 제시될 때 그 수치에서 또는 그 수치에 근접한 의미로 사용되고, 본원의 이해를 돕기 위해 정확하거나 절대적인 수치가 언급된 개시 내용을 비양심적인 침해자가 부당하게 이용하는 것을 방지하기 위해 사용된다. 또한, 본원 명세서 전체에서, "~ 하는 단계" 또는 "~의 단계"는 "~를

위한 단계"를 의미하지 않는다.

- [35] 본원 명세서 전체에서, 마쿠시 형식의 표현에 포함된 "이들의 조합"의 용어는 마쿠시 형식의 표현에 기재된 구성 요소들로 이루어진 군에서 선택되는 하나 이상의 혼합 또는 조합을 의미하는 것으로서, 상기 구성 요소들로 이루어진 군에서 선택되는 하나 이상을 포함하는 것을 의미한다.
- [36] 본원 명세서 전체에서, "A 및/또는 B"의 기재는, "A 또는 B", 또는, "A 및 B"를 의미한다.
- [37]
- [38] 이하에서는 본원의 구형의 규산 마그네슘 및 이의 제조 방법에 대하여 구현에 및 실시예와 도면을 참조하여 구체적으로 설명하도록 한다. 그러나, 본원이 이러한 구현에 및 실시예와 도면에 제한되는 것은 아니다.
- [39] 본원은, 규산 나트륨 수용액, 무극성 용매 및 비이온 계면활성제를 혼합하여 혼합 용액을 제조하는 단계; 상기 혼합 용액에 마그네슘 용액을 교반하면서 적하하여 규산 마그네슘을 합성하는 단계; 및 상기 합성된 규산 마그네슘을 여과하여 수득하는 단계;를 포함하는 구형의 규산 마그네슘의 제조 방법에 관한 것이다.
- [40] 도 1은 본원의 일 구현에에 따른 규산 마그네슘의 제조 방법의 순서도이다.
- [41] 먼저, 규산 나트륨 수용액, 무극성 용매 및 비이온 계면활성제를 혼합하여 혼합 용액을 제조한다(S100).
- [42] 상기 규산 나트륨 수용액 100 중량부를 기준으로 상기 무극성 용매 1 중량부 내지 10 중량부, 상기 비이온 계면활성제 0.5 중량부 내지 5 중량부를 혼합하는 것 일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [43] 상기 규산 나트륨 수용액 100 중량부를 기준으로 상기 무극성 용매 1 중량부 미만 또는 10 중량부 초과, 상기 비이온 계면활성제 0.5 중량부 미만 또는 5 중량부 초과로 사용할 경우, 규산 나트륨이 적절하게 합성되지 않을 수 있다.
- [44] 더욱 바람직하게는 상기 규산 나트륨 수용액 100 중량부를 기준으로 상기 무극성 용매를 2 중량부 내지 5 중량부를 혼합하는 것 일 수 있다. 이 때, 상기 규산 나트륨 대비 상기 무극성 용매를 1/20 이하로 사용함으로써, 오일의 양을 최소화 시키는 조건에서 유중 수형 에멀전(water in oil emulsion, w/o emulsion)을 제조할 수 있다.
- [45] 상기 무극성 용매는 자일렌, 헥산, 벤젠, 톨루엔, 스타이렌, 메시틸렌, 펜테인, 도데케인, 헵테인 및 이들의 조합들로 이루어진 군에서 선택된 물질을 포함하는 것 일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [46] 상기 무극성 용매는 상기 언급한 용매들에 제한되지 않으며, 이 외에 다양한 고리형 탄화수소, 체인형 탄화수소 등을 상기 무극성 용매로서 사용될 수 있다.
- [47] 상기 비이온 계면활성제는 폴리옥시에틸렌알킬에테르, 지방산 솔비탄에스테르, 지방산 디에탄올아민, 알킬모노글리세릴에테르 및 이들의 조합들로 이루어진 군에서 선택된 물질을 포함하는 것 일 수 있으나, 이에

제한되는 것은 아니다.

[48] 상기 비이온 계면활성제를 사용하지 않을 경우, 상기 규산 나트륨 수용액과 상기 무극성 용매가 층분리가 일어나면서 유중 수형 에멀전을 제조할 수 없다.

[49] 이어서, 상기 혼합 용액에 마그네슘 용액을 교반하면서 적하하여 규산 마그네슘을 합성한다(S200).

[50] 상기 혼합 용액에 상기 마그네슘 용액을 적하하는 것 일 수 있으나, 반대로, 상기 마그네슘 용액에 상기 혼합 용액을 적하하는 것 일 수 있다.

[51] 상기 마그네슘 용액을 적하하는 단계는 5 ml/min 내지 10 ml/min의 속도로 적하하는 것 일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[52] 상기 교반은 100 rpm 내지 500 rpm으로 교반하는 것 일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[53] 상기 마그네슘 용액을 적하하는 속도, 양, 농도 및 상기 교반 속도를 조절함으로써 상기 규산 마그네슘의 크기를 조절할 수 있다.

[54] 종래에 구형의 규산 마그네슘을 제조하기 위해 사용하였던 분무 건조 방법에 비해 규산 마그네슘의 크기 조절이 더욱 용이하다.

[55] 상기 교반 속도가 빠를 수록 상기 규산 마그네슘의 크기가 더 작은 것 일 수 있다.

[56] 상기 규산 마그네슘을 합성하는 단계는 70°C 내지 150°C의 온도 하에서 이루어지는 것 일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[57] 상기 규산 마그네슘을 합성하는 단계에서 온도가 70°C 미만일 경우, 상기 규산 마그네슘이 충분히 합성되지 않을 수 있고, 온도가 150°C 초과일 경우, 상기 규산 마그네슘의 물성이 저하될 수 있다.

[58] 상기 마그네슘 용액은 황산 마그네슘, 수산화 마그네슘, 염화 마그네슘, 질산 마그네슘 및 이들의 조합들로 이루어진 군에서 선택된 물질을 포함하는 것 일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[59]

[60] 본원은 상기 규산 마그네슘의 제조 방법에 의해 제조되는 구형 규산 마그네슘에 관한 것이다.

[61] 상기 구형의 규산 마그네슘의 직경은 1 μm 내지 3 μm 인 것 일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[62] 상기 구형의 규산 마그네슘의 흡착력은 종래의 비구형(침상형 등)의 규산 마그네슘에 비하여 1.2배 우수한 성능을 나타내었다. 또한, 여과속도 면에서도 기존의 규산 마그네슘과 비교하여 35% 향상된 특성을 보인다.

[63] 상기 구형의 규산 마그네슘의 CPR은 20 내지 30인 것 일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[64] 상기 CPR(Controlled Polymerization Rate)은 조성물 내의 염기성 물질의 양을 표시하는 지표로서, 조성물(폴리올)을 메탄올과 섞은 후 중화 적정한 염산의 양을 수치화한 결과 값이다. 본원에서는 상기 조성물로서 상기 규산 마그네슘을

이용하여 폴리올 정제 실험을 통해 수득한 폴리올을 사용하였다. 폴리올의 CPR이 낮을수록 폴리올을 이용하여 제조될 수 있는 폴리우레탄의 물성을 향상시킬 수 있으며, 상기 폴리올 조성물 내의 불순물이 효과적으로 제거됨에 따라 CPR 값이 낮아질 수 있다.

[65] 상기 구형의 규산 마그네슘의 여과 속도는 1.8 g/s 내지 5 g/s인 것 것 일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[66] 상기 여과 속도는 상기 규산 마그네슘을 이용하여 정제된 폴리올을 부흐너 깔데기에 모두 부은 다음 첫 번째 한 방울이 떨어지는 시점부터 상기 폴리올이 모두 여과지를 통과할 때까지의 시간을 측정하여 '폴리올의 질량/여과 시간'으로 나타낼 수 있다.

[67] 본원의 구형의 규산 마그네슘에 대하여, 본원의 규산 마그네슘의 제조 방법과 중복되는 부분들에 대해서는 상세한 설명을 생략하였으나, 그 설명이 생략되었더라도 본원의 규산 마그네슘의 제조 방법에 기재된 내용은 본원의 구형의 규산 마그네슘에 동일하게 적용될 수 있다.

[68]

발명의 실시를 위한 형태

[69] 이하 실시예를 통하여 본 발명을 더욱 상세하게 설명하고자 하나, 하기의 실시예는 단지 설명의 목적을 위한 것이며 본원의 범위를 한정하고자 하는 것은 아니다.

[70] [실시예 1]

[71] 먼저, 규산 나트륨을 물로 희석하여 47.7%의 규산 나트륨 수용액을 제조하였다. 상기 47.7%의 규산 나트륨 수용액 283g에 헥산 20 ml와 비이온계면활성제 6g을 넣어준 뒤 4000 rpm의 속도로 교반하여 혼합 용액(w/o 에멀전)을 제조하였다.

[72] 이어서, 황산 마그네슘 82.2 g을 물 160 g을 녹여 마그네슘 용액을 제조하였다.

[73] 이어서, 100°C의 온도에서 150 rpm으로 교반하면서 상기 혼합 용액에 상기 마그네슘 용액을 10 ml/min 속도로 넣어 규산 마그네슘을 합성하였다.

[74] 상기 규산 마그네슘을 여과한 후, 세척 및 건조를 통해 구형의 규산 마그네슘을 수득하였다.

[75] [실시예 2]

[76] 헥산이 아닌 자일렌을 사용하는 것을 제외하고, 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 구형의 규산 마그네슘을 수득하였다.

[77]

[78] [비교예 1]

[79] 헥산 및 비이온계면활성제를 첨가하지 않는 것을 제외하고, 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 침상형의 규산 마그네슘을 수득하였다.

[80]

[81] **1. 구형의 규산 마그네슘의 특성 평가**

[82] 상기 실시예 1 및 2, 상기 비교예 1에서 제조한 규산 마그네슘의 특성을 분석하였고, 이를 도 2 내지 4으로서 나타내었다.

[83] 도 2는 본원의 일 실시예에 따라 제조한 규산 마그네슘의 SEM(scanning electron microscope) 사진이다.

[84] 구체적으로 도 2는 상기 실시예 1에서 제조한 규산 마그네슘의 SEM(scanning electron microscope) 사진이다.

[85] 도 3은 본원의 일 실시예에 따라 제조한 규산 마그네슘의 SEM(scanning electron microscope) 사진이다.

[86] 구체적으로 도 3은 상기 실시예 2에서 제조한 규산 마그네슘의 SEM(scanning electron microscope) 사진이다.

[87] 도 4는 본원의 비교예에 따라 제조한 규산 마그네슘의 SEM(scanning electron microscope) 사진이다.

[88] 구체적으로, 도 4는 상기 비교예 1에서 제조한 규산 마그네슘의 SEM(scanning electron microscope) 사진이다.

[89] 도 2 및 3에 나타난 결과에 따르면, 본원의 일 실시예에 따라 제조한 규산 마그네슘은 구형으로 합성되고, 전체적으로 입자가 균일하게 분포되어 있는 것을 확인할 수 있다.

[90] 또한, 도 2의 규산 마그네슘의 크기(직경)은 1.5 μm 내외, 도 3의 규산 마그네슘의 크기(직경)은 2 μm 인 것으로 나타났다.

[91] 도 4에 나타난 결과에 따르면, 상기 비교예에 따라 제조한 침상형의 규산 마그네슘은 입자의 크기가 고르지 않고, 비구형의 형태로 합성된 것을 확인할 수 있다. 또한, 비교예 1의 규산 마그네슘의 크기는 30 μm 내지 200 μm 로, 실시예 1 및 2 보다 큰 것으로 나타났다.

[92]

[93] **2. 규산 마그네슘의 폴리올 정제능력 평가**

[94] [실험예 1]

[95] 상기 실시예 1에서 제조한 규산 마그네슘 5 g을 정제능력 평가에서 무게 오차를 최소화 시키기 위하여 가열 건조방식 수분 측정기에 넣고, 수분 함량이 2% 미만이 될 때까지 건조하였다.

[96] 이어서, 500 ml의 3구 둥근 바닥플라스크에 폴리올 300 g, 물 3 ml 및 상기 건조된 규산 마그네슘 3 g을 넣은 뒤 혼합물을 300 rpm으로 교반하면서 100°C 까지 승온시켰다. 상기 혼합물을 100°C의 온도에서 1시간동안 유지하면서 교반하여 폴리올을 정제하였다.

[97] 여과 속도를 측정하기 위해 80°C의 온도로 가열된 부흐너 깔데기에 상기 정제된 폴리올 300 g을 모두 부은 다음, 첫 번째 한 방울이 떨어지는 시점부터 상기 폴리올이 모두 여과지를 통과할 때까지의 여과 시간은 2분으로 측정되었다. 즉, 여과 속도는 2.5 g/s으로 측정되었다.

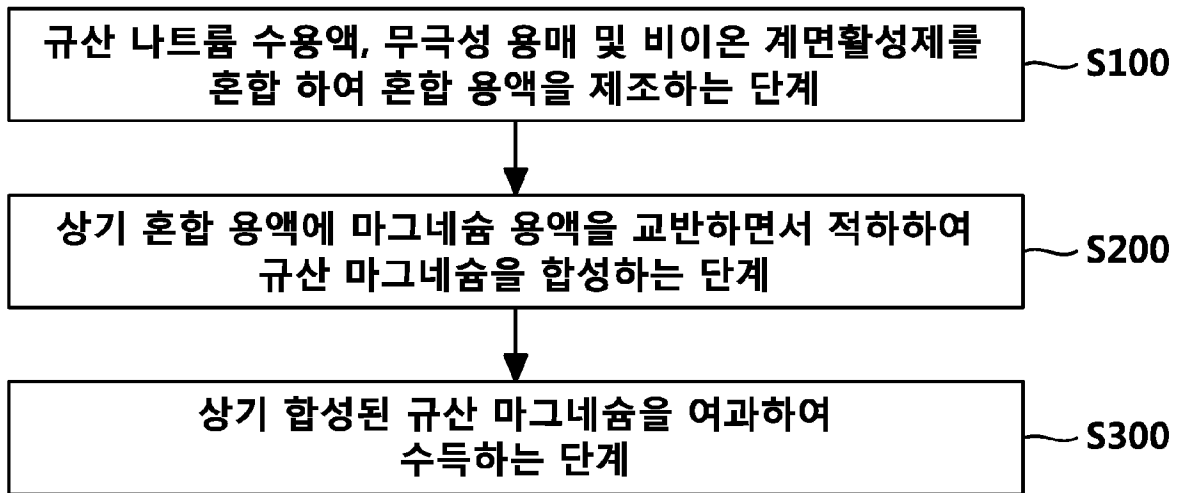
- [98] 정제 능력을 평가하기 위하여, 상기 여과된 폴리올 5 g을 메탄올 100 ml에 희석시킨 뒤 0.005 N 농도의 염산(HCl)으로 적정하여 자동적정기로 적정량을 측정하였다. 본 실시예에 따라 제조된 규산 마그네슘을 이용하여 정제된 폴리올의 CPR은 20~30 의 값으로 측정되었다.
- [99] [실험예 2]
- [100] 상기 비교예 1에서 제조한 규산 마그네슘 5 g을 정제능력 평가에서 무게 오차를 최소화 시키기 위하여 가열 건조방식 수분 측정기에 넣고, 수분 함량이 2% 미만인 될 때까지 건조하였다.
- [101] 이어서, 500 ml의 3구 둥근 바닥플라스크에 폴리올 300 g, 물 3 ml 및 상기 건조된 규산 마그네슘 3 g을 넣은 뒤 혼합물을 300 rpm으로 교반하면서 100°C 까지 승온시켰다. 상기 혼합물을 100°C의 온도에서 1시간동안 유지하면서 교반하여 폴리올을 정제하였다.
- [102] 여과 속도를 측정하기 위해 80°C의 온도로 가열된 부흐너 깔데기에 상기 정제된 폴리올 300 g을 모두 부은 다음, 첫 번째 한 방울이 떨어지는 시점부터 상기 폴리올이 모두 여과지를 통과할 때까지의 여과 시간은 3분으로 측정되었다. 즉, 여과 속도는 1.67 g/s으로 측정되었다.
- [103] 정제 능력을 평가하기 위하여, 상기 여과된 폴리올 5 g을 메탄올 100 ml에 희석시킨 뒤 0.005 N 농도의 염산(HCl)으로 적정하여 자동적정기로 적정량을 측정하였다. 본 실시예에 따라 제조된 규산 마그네슘을 이용하여 정제된 폴리올의 CPR은 30~40 의 값으로 측정되었다.
- [104]
- [105] 상기 실험예 1 및 2에 나타난 결과에 따르면, 비교예 1과 비교했을 때, 실시예 1에서 제조한 구형의 규산 마그네슘의 여과 속도는 33% 정도 향상되었고, 정제된 폴리올의 CPR은 33% 정도 향상된 것을 확인할 수 있다. 즉, 종래의 비구형의 규산 마그네슘과 비교했을 때, 본원의 규산 마그네슘의 제조 방법을 이용하여 제조한 구형의 규산 마그네슘의 여과속도, 정제된 폴리올의 CPR 등의 특성이 향상된 것을 확인할 수 있다.
- [106]
- [107] 전술한 본원의 설명은 예시를 위한 것이며, 본원이 속하는 기술분야의 통상의 지식을 가진 자는 본원의 기술적 사상이나 필수적인 특징을 변경하지 않고서 다른 구체적인 형태로 쉽게 변형이 가능하다는 것을 이해할 수 있을 것이다. 그러므로 이상에서 기술한 실시예들은 모든 면에서 예시적인 것이며 한정적이 아닌 것으로 이해해야만 한다. 예를 들어, 단일형으로 설명되어 있는 각 구성 요소는 분산되어 실시될 수도 있으며, 마찬가지로 분산된 것으로 설명되어 있는 구성 요소들도 결합된 형태로 실시될 수 있다.
- [108] 본원의 범위는 상기 상세한 설명보다는 후술하는 특허청구범위에 의하여 나타내어지며, 특허청구범위의 의미 및 범위 그리고 그 균등 개념으로부터 도출되는 모든 변경 또는 변형된 형태가 본원의 범위에 포함되는 것으로

해석되어야 한다.

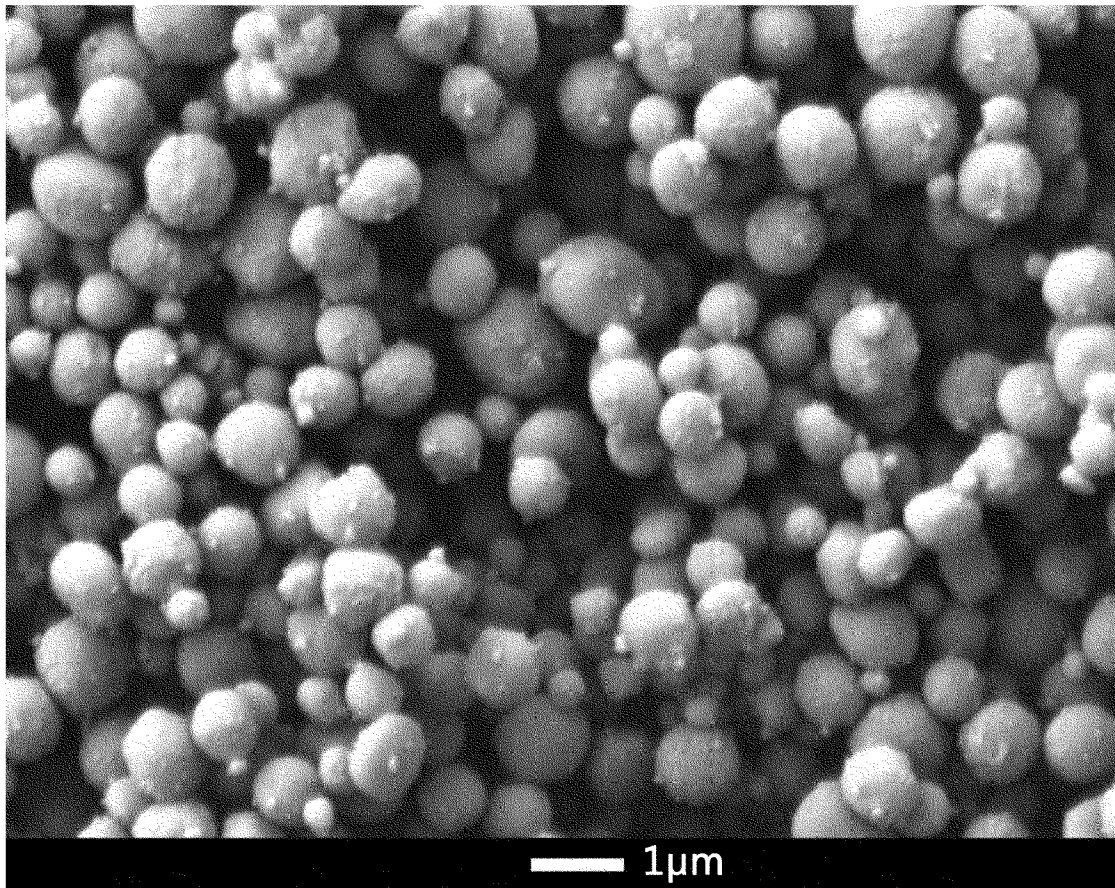
청구범위

- [청구항 1] 규산 나트륨 수용액, 무극성 용매 및 비이온 계면활성제를 혼합하여 혼합 용액을 제조하는 단계;
상기 혼합 용액에 마그네슘 용액을 교반하면서 적하하여 규산 마그네슘을 합성하는 단계; 및
상기 합성된 규산 마그네슘을 여과하여 수득하는 단계;를 포함하는, 구형의 규산 마그네슘의 제조 방법.
- [청구항 2] 제 1 항에 있어서,
상기 규산 나트륨 수용액 용액 100 중량부를 기준으로 상기 무극성 용매 1 중량부 내지 10 중량부, 상기 비이온 계면활성제 0.5 중량부 내지 5 중량부를 혼합하는 것인, 구형의 규산 마그네슘의 제조 방법.
- [청구항 3] 제 1 항에 있어서,
상기 마그네슘 용액을 적하하는 단계는 5 ml/min 내지 10 ml/min의 속도로 적하하는 것인, 구형의 규산 마그네슘의 제조 방법.
- [청구항 4] 제 1 항에 있어서,
상기 무극성 용매는 자일렌, 헥산, 벤젠, 톨루엔, 스타이렌, 메시틸렌, 펜테인, 도데케인, 헵테인 및 이들의 조합들로 이루어진 군에서 선택된 물질을 포함하는 것인, 구형의 규산 마그네슘의 제조 방법.
- [청구항 5] 제 1 항에 있어서,
상기 마그네슘 용액은 황산 마그네슘, 수산화 마그네슘, 염화 마그네슘, 질산 마그네슘 및 이들의 조합들로 이루어진 군에서 선택된 물질을 포함하는 것인, 구형의 규산 마그네슘의 제조 방법.
- [청구항 6] 제 1 항에 있어서,
상기 규산 마그네슘을 합성하는 단계는 70°C 내지 150°C의 온도 하에서 이루어지는 것인, 구형의 규산 마그네슘의 제조 방법.
- [청구항 7] 제 1 항 내지 제 6 항 중 어느 한 항에 따른 제조 방법에 의해 제조되는, 구형의 규산 마그네슘.
- [청구항 8] 제 7 항에 있어서,
상기 구형의 규산 마그네슘의 직경은 1 μm 내지 3 μm 인 것인, 구형의 규산 마그네슘.
- [청구항 9] 제 7 항에 있어서,
상기 구형의 규산 마그네슘의 CPR은 20 내지 30인 것인, 구형의 규산 마그네슘.
- [청구항 10] 제 7 항에 있어서,
상기 구형의 규산 마그네슘의 여과 속도는 1.8 g/s 내지 5 g/s인 것인, 구형의 규산 마그네슘.

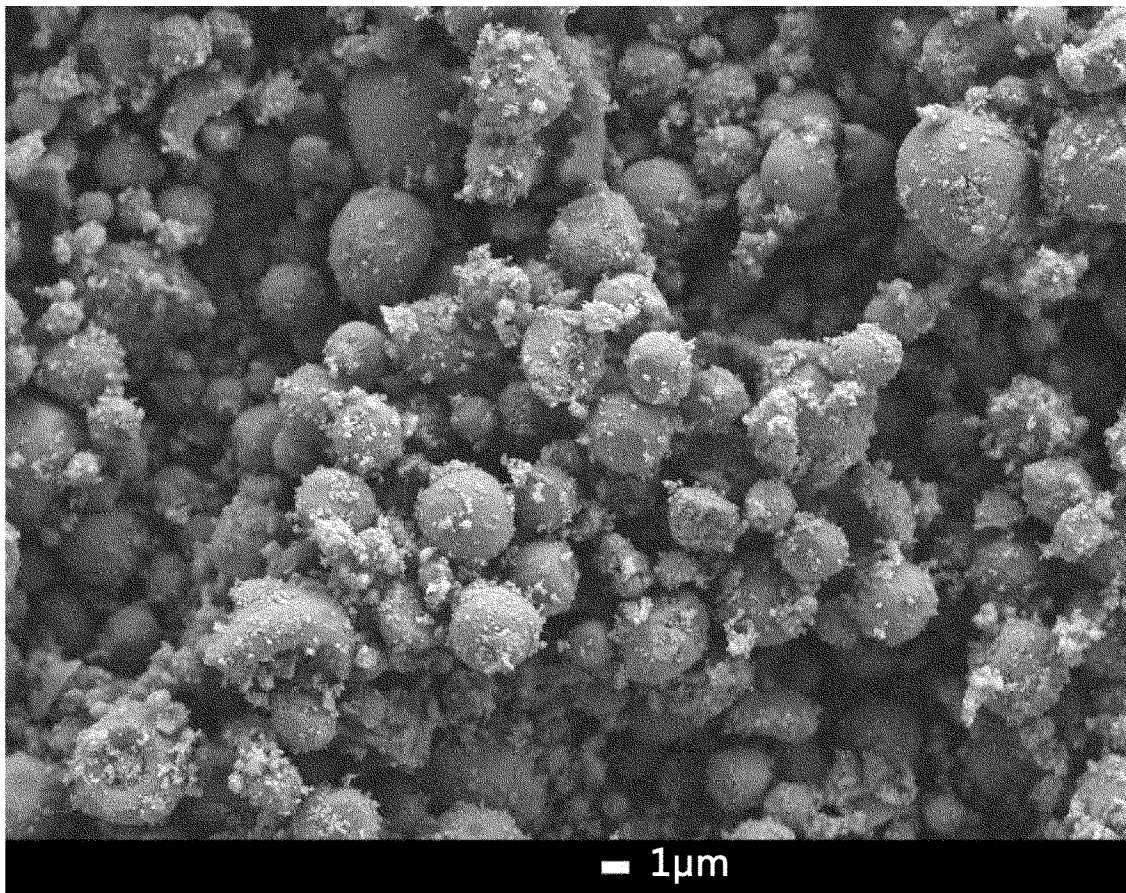
[도1]



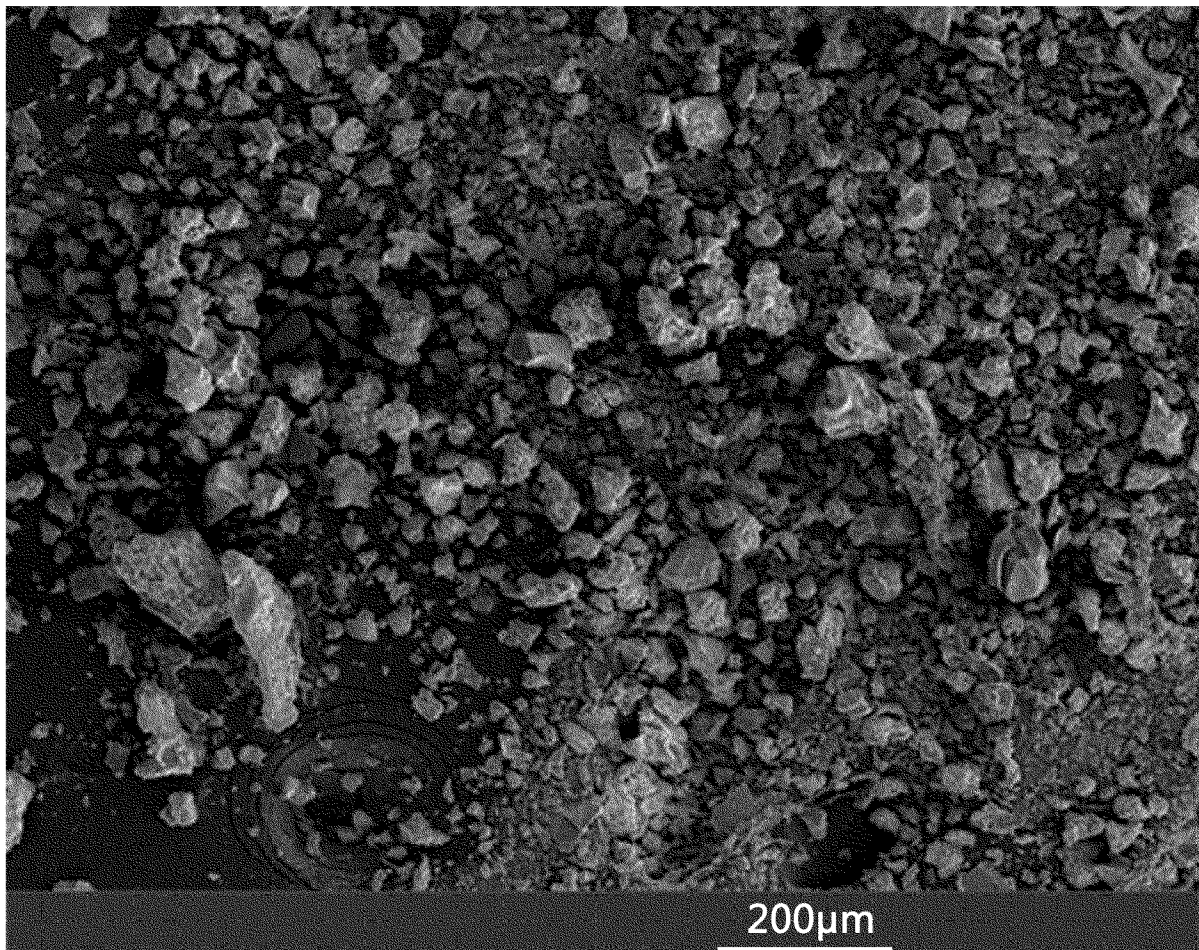
[도2]



[도3]



[도4]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/KR2021/010265

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER C01B 33/22(2006.01)i According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) C01B 33/22(2006.01); B01J 20/04(2006.01); B01J 20/30(2006.01); C01B 33/12(2006.01); C01B 33/24(2006.01); C01B 33/32(2006.01); C08K 3/36(2006.01) Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Korean utility models and applications for utility models: IPC as above Japanese utility models and applications for utility models: IPC as above Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) eKOMPASS (KIPO internal) & keywords: 규산 마그네슘(magnesium silicate), 무극성 용매(nonpolar solvent), 비이온 계면활성제(nonionic surfactant), 구형(sphere shape)		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 5342876 A (ABE, Kiyoshi et al.) 30 August 1994 (1994-08-30) See example 22; and table 5.	7-10
A		1-6
A	SUN, Zhiwei et al. Preparation of hierarchical magnesium silicate with excellent adsorption capacity. Ceramics International. 22 November 2018(online), vol. 45, pp. 4590-4595. See page 4591; and figure 1.	1-10
A	KR 10-1633760 B1 (KANG, Dong Kyun) 27 June 2016 (2016-06-27) See entire document.	1-10
A	US 2006-0147367 A1 (TEMPERLY, Terrance et al.) 06 July 2006 (2006-07-06) See entire document.	1-10
A	TERZIOGLU, Pinar et al. Synthesis of magnesium silicate from wheat husk ash: effects of parameters on structural and surface properties. BioResources. 2012, vol. 7, pp. 5435-5447. See entire document.	1-10
☐ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☒ See patent family annex.		
* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "D" document cited by the applicant in the international application "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search 26 November 2021		Date of mailing of the international search report 26 November 2021
Name and mailing address of the ISA/KR Korean Intellectual Property Office Government Complex-Daejeon Building 4, 189 Cheongsaro, Seo-gu, Daejeon 35208 Facsimile No. +82-42-481-8578		Authorized officer Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/KR2021/010265

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)			Publication date (day/month/year)
US	5342876	A	30 August 1994	JP	05-193927	A	03 August 1993
				JP	06-171925	A	21 June 1994
				JP	3342905	B2	11 November 2002
				JP	8005658	B2	24 January 1996
				KR	10-0146381	B1	17 August 1998
KR	10-1633760	B1	27 June 2016	None			
US	2006-0147367	A1	06 July 2006	EP	1587755	A1	26 October 2005
				WO	2004-056704	A1	08 July 2004

A. 발명이 속하는 기술분류(국제특허분류(IPC)) C01B 33/22(2006.01)i		
B. 조사된 분야 조사된 최소문헌(국제특허분류를 기재) C01B 33/22(2006.01); B01J 20/04(2006.01); B01J 20/30(2006.01); C01B 33/12(2006.01); C01B 33/24(2006.01); C01B 33/32(2006.01); C08K 3/36(2006.01) 조사된 기술분야에 속하는 최소문헌 이외의 문헌 한국등록실용신안공보 및 한국공개실용신안공보: 조사된 최소문헌란에 기재된 IPC 일본등록실용신안공보 및 일본공개실용신안공보: 조사된 최소문헌란에 기재된 IPC 국제조사에 이용된 전산 데이터베이스(데이터베이스의 명칭 및 검색어(해당하는 경우)) eKOMPASS(특허청 내부 검색시스템) & 키워드: 규산 마그네슘(magnesium silicate), 무극성 용매(nonpolar solvent), 비이온 계면활성제(nonionic surfactant), 구형(sphere shape)		
C. 관련 문헌		
카테고리*	인용문헌명 및 관련 구절(해당하는 경우)의 기재	관련 청구항
X A	US 5342876 A (ABE, KIYOSHI 등) 1994.08.30 실시에 22; 표 5 참조.	7-10 1-6
A	SUN, ZHIWEI 등, 'Preparation of hierarchical magnesium silicate with excellent adsorption capacity', Ceramics International, 2018.11.22(online), 45권, 페이지 4590-4595 페이지 4591; 도면 1 참조.	1-10
A	KR 10-1633760 B1 (강동균) 2016.06.27 전체 문헌 참조.	1-10
A	US 2006-0147367 A1 (TEMPERLY, TERRANCE 등) 2006.07.06 전체 문헌 참조.	1-10
A	TERZIOGLU, PINAR 등, 'Synthesis of magnesium silicate from wheat husk ash: effects of parameters on structural and surface properties', BioResources, 2012, 7권, 페이지 5435-5447 전체 문헌 참조.	1-10
☐ 추가 문헌이 C(계속)에 기재되어 있습니다. ☒ 대응특허에 관한 별지를 참조하십시오.		
* 인용된 문헌의 특별 카테고리: "A" 특별히 관련이 없는 것으로 보이는 일반적인 기술수준을 정의한 문헌 "D" 본 국제출원에서 출원인이 인용한 문헌 "E" 국제출원일보다 빠른 출원일 또는 우선일을 가지나 국제출원일 이후에 공개된 선출원 또는 특허 문헌 "L" 우선권 주장에 의문을 제기하는 문헌 또는 다른 인용문헌의 공개일 또는 다른 특별한 이유(이유를 명시)를 밝히기 위하여 인용된 문헌 "O" 구두 개시, 사용, 전시 또는 기타 수단을 언급하고 있는 문헌 "P" 우선일 이후에 공개되었으나 국제출원일 이전에 공개된 문헌		
국제조사의 실제 완료일 2021년11월26일(26.11.2021)		국제조사보고서 발송일 2021년11월26일(26.11.2021)
ISA/KR의 명칭 및 우편주소 대한민국 특허청 (35208) 대전광역시 서구 청사로 189, 4동 (둔산동, 정부대 전청사) 팩스 번호 +82-42-481-8578		심사관 민인규 전화번호 +82-42-481-3326

국제조사보고서에서 인용된 특허문헌	공개일	대응특허문헌	공개일
US 5342876 A	1994/08/30	JP 05-193927 A	1993/08/03
		JP 06-171925 A	1994/06/21
		JP 3342905 B2	2002/11/11
		JP 8005658 B2	1996/01/24
		KR 10-0146381 B1	1998/08/17
KR 10-1633760 B1	2016/06/27	없음	
US 2006-0147367 A1	2006/07/06	EP 1587755 A1	2005/10/26
		WO 2004-056704 A1	2004/07/08