

(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(51) 。 Int. Cl. ⁷
C01B 33/38

(11) 공개번호 특2003 - 0007518
(43) 공개일자 2003년01월23일

(21) 출원번호 10 - 2002 - 7013767
(22) 출원일자 2002년10월14일
 번역문 제출일자 2002년10월14일
(86) 국제출원번호 PCT/US2001/11978
(86) 국제출원출원일자 2001년04월12일

(87) 국제공개번호 WO 2001/83370
(87) 국제공개일자 2001년11월08일

(81) 지정국

국내특허 : 아랍에미리트, 알바니아, 아르메니아, 오스트리아, 오스트레일리아, 안티구아바
부다, 아제르바이잔, 보스니아 - 헤르체고비나, 바베이도스, 불가리아, 브라질, 벨라루스, 벨
리즈, 캐나다, 스위스, 중국, 콜롬비아, 코스타리카, 체코, 독일, 덴마크, 에스토니아, 스페
인, 핀란드, 영국, 그레나다, 그루지야, 가나, 감비아, 크로아티아, 헝가리, 인도네시아, 이
스라엘, 인도, 아이슬란드, 일본, 케냐, 키르기즈, 대한민국, 카자흐스탄, 세인트루시아, 스
리랑카, 라이베리아, 레소토, 리투아니아, 룩셈부르크, 라트비아, 모로코, 몰도바, 마다가스
카르, 마케도니아, 몽고, 말라위, 멕시코, 모잠비크, 노르웨이, 뉴질랜드, 폴란드, 포르투갈,
루마니아, 러시아, 수단, 스웨덴, 싱가포르, 슬로베니아, 슬로바키아, 시에라리온, 타지키스
탄, 투르크메니스탄, 터어키, 트리니다드토바고, 탄자니아, 우크라이나, 우간다, 우즈베키스
탄, 유고슬라비아, 남아프리카, 짐바브웨, 도미니카연방, 알제리, 미국,
AP ARIPO특허: 케냐, 레소토, 말라위, 수단, 스와질랜드, 우간다, 시에라리온, 가나, 감비
아, 짐바브웨, 탄자니아, 모잠비크,
EA 유라시아특허: 아르메니아, 아제르바이잔, 벨라루스, 키르기즈, 카자흐스탄, 몰도바, 러
시아, 타지키스탄, 투르크메니스탄,
EP 유럽특허: 오스트리아, 벨기에, 스위스, 독일, 덴마크, 스페인, 프랑스, 영국, 그리스, 아
일랜드, 이탈리아, 룩셈부르크, 모나코, 네덜란드, 포르투갈, 스웨덴, 핀란드, 사이프러스,
터어키,
OA OAPI특허: 부르키나파소, 베냉, 중앙아프리카, 콩고, 코트디부아르, 카메룬, 가봉, 기
네, 말리, 모리타니, 니제르, 세네갈, 차드, 토고, 기네비쑤,

(30) 우선권주장 60/197,250 2000년04월14일 미국(US)

(71) 출원인 다우 글로벌 테크놀로지스 인크.
미국 48674 미시간주 미들랜드 워싱턴스트리트 빌딩 1790

(72) 발명자 가르시스,주안,엠.
미국48640미시간주미들랜드웨스트서그넷로드1106
락소,스티브,알.
미국48883미시간주셰퍼드웨스트치페와리버로드3634
쇼이맨,브라이언,제이.
미국48642미시간주미들랜드링글레인410

(74) 대리인 주성민
김영

심사청구 : 없음

(54) 합성 판상 마가다이트 및 옥타실리케이트

요약

본 발명은 합성 마가다이트를 제조하기에 유효한 수산화나트륨 대 실리카의 몰 비와 물 대 실리카의 몰 비를 갖는 액상 수성 콜로이드성 실리카 현탁액을 가열하는 단계를 포함하며, 합성 마가다이트의 50 중량% 이상이 판상의 합성 마가다이트인 합성 마가다이트의 제조 방법에 관한 것이다. 합성 판상 마가다이트는 산 형태로 전환될 수 있으며, (a) 가열되어 석영과 유사한 판을 생성하거나 (b) 알킬화되어 친유성 물질을 생성할 수 있다. 다른 특징에 있어서, 본 발명은 실리카, 산화나트륨 및 물을 함유하며 실리카 대 산화나트륨의 몰 비가 약 3.5 내지 약 10의 범위인 액상 수성 콜로이드성 실리카 분산액을 가열하는 단계를 포함하는, 판상 소듐 옥타실리케이트의 제조 방법에 관한 것이다. 다른 특징에 있어서, 본 발명은 실리카 대 산화나트륨의 몰 비가 20 이상인 충분한 양의 액상 수성 콜로이드성 실리카 현탁액과 실리카 대 산화나트륨의 몰 비가 3.5 미만인 액상 수성 규산나트륨 현탁액을 액상 수성 콜로이드성 실리카 분산액의 겔화 또는 고형화를 방지하기에 유효한 혼합 속도로 혼합하여 액상 수성 콜로이드성 실리카 분산액을 제조하는 단계를 포함하는, 실리카 대 산화나트륨의 몰 비가 3.5 내지 10인 액상 수성 콜로이드성 실리카 분산액의 제조 방법에 관한 것이다.

대표도

도 1

색인어

합성 판상 마가다이트, 옥타실리케이트, 액상 수성 콜로이드성 실리카

명세서

정부 계약

본 출원은 상무부 (미국 국립 표준 기술원 (NIST))와의 정부 계약 [Advanced Technology Program Project #70 NANB7H3028] 하에 이루어진 것이다.

본 발명은 층상 수화 결정성 폴리실리케이트에 관한 것이다. 더욱 구체적으로 본 발명은 마가다이트 및 옥타실리케이트 층상 수화 결정성 폴리실리케이트에 관한 것이다.

마카타이트 (makatite; $\text{Na}_2\text{O} \cdot 4\text{SiO}_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), 카네마이트 (kanemite; $\text{Na}_2\text{O} \cdot 4\text{SiO}_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$), 옥타실리케이트 (octasilicate; $\text{Na}_2\text{O} \cdot 8\text{SiO}_2 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$), 마가다이트 (magadiite; $\text{Na}_2\text{O} \cdot 14\text{SiO}_2 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) 및 케냐이트 (kenyaite $\text{Na}_2\text{O} \cdot 22\text{SiO}_2 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$)는 일련의 소듐 폴리실리케이트 수화물이다 (문헌 [Almond et al., A structural consideration of kanemite, octasilicate, magadiite and kenyaite] 참조). 마카타이트, 카네마이트, 옥타실리케이트, 마가다이트 및 케냐이트는 예를 들어 결정용 재료의 제조에 유용하다.

마가다이트는 천연 물질로서 처음 발견되었으며 이후에 실험실에서 합성되었다. 천연 마가다이트는 두께가 수 나노미터 이고 한 면이 수 마이크로미터인 정사각형의 판의 형태로 존재하는 경향이 있다. 그러나 합성 마가다이트는 약 10 마이크로미터의 직경을 갖는 구형의 양배추와 유사한 응집물의 형태로 존재하는 경향이 있다 (문헌 [Garces, et. al., Clays and Clay Minerals, 1988, 409 - 418] 참조). 합성 마가다이트는 9 몰의 SiO_2 , 2 몰의 NaOH 및 75 몰의 물로 이루어진 콜로이드성 실리카 현탁액을 100 °C에서 4 주간 가열하여 열수 작용으로 제조할 수 있다 (문헌 [Lagaly et al., Am. Mineral. 1975, 642] 참조).

개별의 판의 형태인 마가다이트의 "어스펙트비" (aspect ratio; 판의 길이/판의 두께)는 비교적 높다 (100 이상). 양배추형 응집물 형태인 마가다이트의 어스펙트비는 비교적 낮다 (약 1).

중합체 내에 분산된 충전제는 중합체의 인장 강도 및 유동 지수와 같은 중합체의 일부의 물리적 특성을 개선하는 것으로 공지되어 있다. 충전제의 하나 이상의 치수가 1 마이크로 미만이고 충전제의 어스펙트비가 비교적 높은 경우, 상기와 같은 개선은 특히 이룰 수 있으며, 즉 "나노컴포지트 중합체 시스템"을 형성한다 (예를 들어 미국 특허 제5,717,000호 참조). 따라서, 천연 마가다이트는 나노컴포지트 중합체 시스템을 제조하는데 유용할 것으로 기대할 수 있다. 그러나, 천연 마가다이트는 이러한 용도에 사용하기에는 비교적 비싸다. 합성 마가다이트는 덜 비싸지만 그의 낮은 어스펙트비로 인해 나노컴포지트 중합체를 제조하는데 사용할 수 없다. 양배추형 응집물이 아닌 별개의 판의 형태로 합성 마가다이트를 제조할 수 있다면 기술의 진보일 것이다.

옥타실리케이트는 한 면이 수 마이크로 미터이고 두께가 수 나노미터인 판의 형태로 존재하는 경향이 있다. 따라서, 옥타실리케이트는 나노컴포지트 중합체 시스템 내의 충전제로서 사용하기에 탁월할 가능성이 있다. 그러나, 옥타실리케이트는 3 내지 4 주가 소요되는 고상 반응으로 합성된다 (문헌 [McCulloch, J. Am. Chem. Soc., 1952, 2453] 참조). 옥타실리케이트의 보다 빠른 액상 제조 방법이 개발된다면 기술의 진보일 것이다.

일 실시 양태로서 본 발명은 합성 마가다이트를 제조하기에 유효한 수산화나트륨 대 실리카의 몰 비와 몰 대 실리카의 몰 비를 갖는 액상 수성 콜로이드성 실리카 현탁액을 가열하는 단계를 포함하며, 합성 마가다이트의 50 중량% 이상이 판상의 합성 마가다이트인 합성 마가다이트의 제조 방법을 제공한다.

다른 실시 양태에서, 본 발명은 합성 마가다이트의 50 중량% 이상이 개별 판의 형태인 합성 마가다이트에 관한 것이다.

다른 실시 양태에서, 본 발명은 합성 판상 마가다이트를 수용액 중 산과 접촉시켜 제조한 실리카겔에 관한 것이다.

다른 실시 양태에서, 본 발명은 합성 판상 마가다이트의 나트륨 이온 중 적어도 일부를 수소 이온으로 치환시켜 산성화 합성 판상 마가다이트를 생성하고 있는 합성 판상 마가다이트에 관한 것이다.

다른 실시 양태에서, 본 발명은 산성화 합성 판상 마가다이트를 충분히 가열하여 산성화 합성 판상 마가다이트로부터 물을 제거하여 실리카 판을 형성하고 있는 산성화 합성 판상 마가다이트에 관한 것이다.

다른 실시 양태에서, 본 발명은 산성화 합성 판상 마가다이트의 표면의 히드록실기가 알킬화된 산성화 합성 판상 마가다이트에 관한 것이다.

다른 실시 양태에서, 본 발명은 실리카, 산화나트륨 및 물을 함유하며 실리카 대 산화나트륨의 몰 비가 약 3.5 내지 약 10의 범위인 액상 수성 콜로이드성 실리카 분산액을 가열하는 단계를 포함하는, 판상 소독 옥타실리케이트의 제조 방법에 관한 것이다.

다른 실시 양태에서, 본 발명은 실리카 대 산화나트륨의 몰 비가 20 이상인 충분한 양의 액상 수성 콜로이드성 실리카 현탁액과 실리카 대 산화나트륨의 몰 비가 3.5 미만인 액상 수성 규산나트륨 현탁액을 액상 수성 콜로이드성 실리카 분산액의 겔화 또는 고형화를 방지하기에 유효한 혼합 속도로 혼합하여 액상 수성 콜로이드성 실리카 분산액을 제조하는 단계를 포함하는, 실리카 대 산화나트륨의 몰 비가 3.5 내지 10인 액상 수성 콜로이드성 실리카 분산액의 제조 방법에 관한 것이다.

도면의 간단한 설명

도 1은 본 발명의 범위 내 및 외로부터 얻어진 다양한 결과를 나타내는 H_2O 몰/ SiO_2 몰에 대한 $NaOH$ 몰/ SiO_2 몰의 그래프이다.

도 2는 본 발명의 판상 합성 마가다이트의 현미경 사진이다.

도 3은 양배추형 응집물을 나타내는 종래 기술의 합성 마가다이트의 현미경 사진이다.

도 4는 다양한 수성 콜로이드성 실리카 시스템의 Na_2O 에 대한 SiO_2 의 몰 비를 나타내는 그래프이다.

도 5는 본 발명의 방법으로 제조한 판상 합성 옥타실리케이트의 현미경 사진이다.

발명의 상세한 설명

이제 도 1을 참조하면, 도 1은 본 발명의 범위 내 및 외의 다양한 결과 A 내지 F를 나타내는 H_2O 몰/ SiO_2 몰에 대한 NaOH 몰/ SiO_2 몰의 그래프이다. 도 1에 나타난 각각의 콜로이드성 실리카 현탁액을 160°C 로 24 시간 동안 가열하여 합성 마가다이트를 제조하였으며 이어서 이를 전자 현미경으로 검사하였다. A의 결과는 중량 기준으로 양배추형 응집물 보다 개별 판이 더 많다. B의 결과는 실질적으로 모두 도 2에 나타난 바와 같은 개별의 판이다. C의 결과는 실질적으로 모두 도 3에 나타난 바와 같은 양배추형 응집물이다. D의 결과는 주로 무정형 실리카이다. E의 결과는 중량 기준으로 일부가 판이고 주로 양배추형 응집물이다. F의 결과는 주로 양배추형 응집물이다. G의 결과는 양배추형 응집물이다. H의 결과는 양배추형 응집물이다. I의 결과는 중량 기준으로 일부가 판이고 주로 양배추형 응집물이다. J의 결과는 실질적으로 모두가 판이다. 도 1에 도시된 타원은 본 발명의 수산화나트륨 대 실리카 및 물 대 실리카의 몰 비의 바람직한 범위를 나타낸다. 본 발명의 수산화나트륨 대 실리카 및 물 대 실리카의 몰 비의 가장 바람직한 범위는 도 1에 나타난 타원 내부의 더 작은 타원이다. 본 발명의 더 넓은 범위에 있어서, 수산화나트륨 대 실리카의 몰 비 및 물 대 실리카의 몰 비는 50 중량% 이상의 합성 마가다이트가 판상 합성 마가다이트인 합성 마가다이트를 제조하기에 유효하여야 한다.

사용된 온도는 바람직하게는 약 140°C 내지 약 170°C 이다. 170°C 이상의 온도, 예를 들어 180°C 또는 190°C 또는 200°C 에서는 판상 합성 마가다이트의 수율이 점차적으로 낮아진다. 140°C 미만의 온도, 예를 들어 130°C , 120°C 또는 110°C 에서는 판상 합성 마가다이트의 형성 속도가 점차적으로 느려진다. 그러나, 마가다이트 종자를 예를 들어 10 중량%의 농도로 수성 콜로이드성 실리카 현탁액에 첨가하면 160°C 에서 필요한 시간을 8 시간 이하로 감소시킨다.

생성된 합성 마가다이트는 50 중량% 이상이 양배추형 응집물이 아닌 개별 판의 형태이다. 더욱 바람직하게는, 생성된 합성 마가다이트는 80 중량% 이상이 양배추형 응집물이 아닌 개별 판의 형태이다. 가장 바람직하게는, 생성된 합성 마가다이트는 90 중량% 이상이 양배추형 응집물이 아닌 개별 판의 형태이며 2 중량% 미만의 무정형 실리카를 함유한다.

본 발명의 판상 마가다이트가 수성 현탁액 중 산과 접촉하는 경우, 새로운 형태의 실리카겔 (판의 망상 구조를 가짐)이 생성된다. 유사하게, 본 발명의 판상 마가다이트가 콜로이드성 실리카 및 수성 현탁액 중 산과 접촉하는 경우, 또 다른 새로운 형태의 실리카겔 (판과 구의 망상 구조를 가짐)이 생성된다.

본 발명의 합성 판상 마가다이트의 나트륨 이온 중 적어도 일부는 수소 이온으로 치환되어 산성화 합성 판상 마가다이트를 생성할 수 있다. 본 발명의 합성 판상 마가다이트의 나트륨 이온의 비율이 90 % 이상이고 상기 산성화 합성 판상 마가다이트 (또는 보다 정확하게는 판상 실리카)가 물을 제거하기 위해 충분히 가열되는 경우, 산성화 합성 판상 마가다이트는 석영과 유사한 실리카 판으로 전환된다. 한편, 산성화 합성 판상 마가다이트는 또한 $\text{Si}-\text{O}-\text{H}$ 잔기를 통해 알킬화되어 $\text{Si}-\text{O}-\text{R}$ (식 중, R 기는 알킬기, 예컨대 부틸임)을 생성할 수 있다. 이 알킬화된 물질은 친유성이며, 그 자체로서 많은 중합체들과 더 혼화성이다. SiO_2 를 B_2O_4 의 분획으로 대체하여 붕소로 치환된 판상 합성 마가다이트를 알루미늄산나트륨으로 처리하여 예를 들어 촉매 활성화제로 사용하기 위한 알루미늄화 판상 합성 마가다이트를 제조할 수 있다.

도 4는 다양한 수성 콜로이드성 실리카 시스템의 Na_2O 에 대한 SiO_2 의 몰 비를 나타내는 그래프이다. "A" 영역의 시스템은 안정한 경향이 있으며 액상이다. 그러나, "B" 영역의 시스템은 불안정하며 액상이 아니다. "B" 영역에서, 시스템은 겔화되고 고체를 형성하는 경향이 있다.

본 발명은 그의 일 실시 양태에서 이러한 문제점에 대한 해결책을 제시한다. 본 발명에 따라, 실리카 대 산화나트륨의

물 비가 3.5 내지 10인 액상 수성 콜로이드성 실리카 분산액은, 바람직하게는 우선 실리카 대 산화나트륨의 물 비가 3.5 미만인 액상 수성 규산나트륨 현탁액을 10 °C 미만으로 냉각시키고, 이어서 충분한 양의 실리카 대 산화나트륨의 물 비가 20 이상인 액상 수성 콜로이드성 실리카 현탁액을 냉각된 액상 수성 규산나트륨 현탁액에 액상 수성 규산나트륨 현탁액의 겔화 또는 고형화를 방지하기에 유효한 혼합 속도로 혼합하여 액상 수성 콜로이드성 실리카 분산액을 제조할 수 있다. 바람직하지는 않지만 상기 공정 중 액상 수성 콜로이드성 실리카 현탁액을 산으로 대체하는 것도 본 발명에 있어서 동등함을 인지하여야 한다. 유사하게, 바람직하지는 않지만 액상 수성 규산나트륨 현탁액을 염기로 대체하는 것도 본 발명에 있어서 동등함을 인지하여야 한다.

예를 들어, 78.45 g의 규산나트륨 (PQ Corp. 제조; PQ - N, 28.2 중량% SiO_2 , 8.7 중량% Na_2O)을 얼음과 물을 담은 초음파 처리조 안에서 교반하되 초음파를 가하지 않으면서 5 °C 미만으로 냉각하였다. 이어서 초음파 처리기를 가동시키고 격렬하게 연속적으로 교반하면서 21.7 g의 콜로이드성 실리카 (Ludox HS - 40, 듀폰사 (duPont) 제조, 대략 40 중량% SiO_2 , 미량의 Na_2O)를 규산나트륨의 힐 (heel)에 점차 적가하였다. 첨가 속도는 눈에 띄는 고체 무정형 침전물이 거의 형성되지 않도록 하는 속도이다. 첨가 도중, 초음파 처리조를 얼음으로 냉각을 유지하였다. 이어서 실리카 대 규산나트륨의 물 비가 약 4.6인 생성된 액상 수성 콜로이드성 실리카 분산액을 105 °C에서 10 일간 가열하여 도 5에 나타낸 옥타실리케이트를 제조하였다. 옥타실리케이트 종자를 액상 수성 콜로이드성 실리카 분산액에 0.8 중량% 농도로 첨가하면 요구되는 시간을 3 일 (액상 수성 콜로이드성 실리카 분산액을 진탕하는 경우 하루)로 줄일 수 있다.

액상 수성 콜로이드성 실리카 분산액을 가열하는데 사용된 온도는 바람직하게는 50 내지 170 °C의 범위이다. 점진적으로 약 100 내지 110 °C보다 낮은 온도에서, 요구되는 시간은 증가한다. 점진적으로 더 높은 온도, 예를 들어 125 °C 또는 155 °C에서, 옥타실리케이트는 재용해되고 점진적으로 더 높은 속도로 마가다이트 및 케냐이트를 형성하는 경향이 있다.

액상 수성 콜로이드성 실리카 분산액 중 실리카 대 산화나트륨의 물 비는 바람직하게는 4 내지 약 10, 보다 바람직하게는 약 4 내지 약 6, 더욱 바람직하게는 약 4.3 내지 약 5.2, 가장 바람직하게는 약 4.5 내지 약 4.7의 범위이다. 액상 수성 콜로이드성 실리카 분산액 중 SiO_2 를 B_2O_3 의 분획으로 대체하여 붕소로 치환된 옥타실리케이트를 알루미늄나트륨으로 처리하여 알루미늄화 옥타실리케이트를 제조할 수 있으며, 이는 예를 들어 촉매 활성화제로 사용된다.

(57) 청구의 범위

청구항 1.

합성 마가다이트를 제조하기에 유효한 수산화나트륨 대 실리카의 물 비와 물 대 실리카의 물 비를 갖는 액상 수성 콜로이드성 실리카 현탁액을 가열하는 단계를 포함하며, 합성 마가다이트의 50 중량% 이상이 판상의 합성 마가다이트인 합성 마가다이트의 제조 방법.

청구항 2.

제 1 항에 있어서, 수산화나트륨 대 실리카의 물 비가 약 0.4 내지 약 0.5의 범위이고, 물 대 실리카의 물 비가 약 5 내지 약 39의 범위인 방법.

청구항 3.

제 1 항에 있어서, 수산화나트륨 대 실리카의 물 비가 약 0.48 내지 약 0.52의 범위이고, 물 대 실리카의 물 비가 약 25 내지 약 39의 범위인 방법.

청구항 4.

50 중량% 이상이 판상 마가다이트인 합성 마가다이트.

청구항 5.

80 중량% 이상이 판상 마가다이트인 합성 마가다이트.

청구항 6.

90 중량% 이상이 판상 마가다이트인 합성 마가다이트.

청구항 7.

제 4 항 내지 제 6 항 중 어느 한 항의 합성 판상 마가다이트를 수용액 중 산과 접촉시켜 제조한 실리카겔.

청구항 8.

제 4 항 내지 제 6 항 중 어느 한 항의 합성 판상 마가다이트를 콜로이드성 실리카 및 수용액 중 산과 접촉시켜 제조한 실리카겔.

청구항 9.

제 4 항 내지 제 6 항 중 어느 한 항에 있어서, 합성 판상 마가다이트의 나트륨 이온 중 적어도 일부가 수소 이온으로 치환되어 산성화 합성 판상 마가다이트를 생성하고 있는 합성 판상 마가다이트.

청구항 10.

제 9 항에 있어서, 합성 판상 마가다이트의 나트륨 이온 중 90 % 이상이 수소 이온으로 치환되어 산성화 합성 판상 마가다이트를 생성하고 있는 합성 판상 마가다이트.

청구항 11.

제 10 항에 있어서, 충분히 가열하여 산성화 합성 판상 마가다이트로부터 물을 제거하여 실리카 판을 형성하고 있는 산성화 합성 판상 마가다이트.

청구항 12.

제 9 항 또는 제 10 항에 있어서, 산성화 합성 판상 마가다이트의 표면 히드록실기가 알킬화된 산성화 합성 판상 마가다이트.

청구항 13.

제 12 항에 있어서, 산성화 합성 판상 마가다이트의 표면 히드록실기가 부틸화된 산성화 합성 판상 마가다이트.

청구항 14.

실리카, 산화나트륨 및 물을 함유하며 실리카 대 산화나트륨의 몰 비가 약 3.5 내지 약 10의 범위인 액상 수성 콜로이드성 실리카 분산액을 가열하는 단계를 포함하는, 판상 소듐 옥타실리케이트의 제조 방법.

청구항 15.

제 14 항에 있어서, 가열 온도가 약 80 내지 약 125 °C의 범위이고 실리카 대 산화나트륨의 몰 비가 약 4 내지 약 6의 범위인 방법.

청구항 16.

제 14 항에 있어서, 가열 온도가 약 95 내지 약 115 °C의 범위이고 실리카 대 산화나트륨의 몰 비가 약 4.3 내지 약 5.2의 범위인 방법.

청구항 17.

제 14 항에 있어서, 가열 온도가 약 100 내지 약 110 °C의 범위이고 실리카 대 산화나트륨의 몰 비가 약 4.5 내지 약 4.7의 범위인 방법.

청구항 18.

실리카 대 산화나트륨의 몰 비가 20 이상인 충분한 양의 액상 수성 콜로이드성 실리카 현탁액과 실리카 대 산화나트륨의 몰 비가 3.5 미만인 액상 수성 규산나트륨 현탁액을 액상 수성 콜로이드성 실리카 분산액의 겔화 또는 고형화를 방지하기에 유효한 혼합 속도로 혼합하여 액상 수성 콜로이드성 실리카 분산액을 제조하는 단계를 포함하는, 실리카 대 산화나트륨의 몰 비가 3.5 내지 10인 액상 수성 콜로이드성 실리카 분산액의 제조 방법.

청구항 19.

제 18 항에 있어서, 액상 수성 콜로이드성 실리카 분산액의 실리카 대 산화나트륨의 몰 비가 4 내지 10인 방법.

청구항 20.

제 18 항에 있어서, 액상 수성 콜로이드성 실리카 분산액의 실리카 대 산화나트륨의 몰 비가 4 내지 6인 방법.

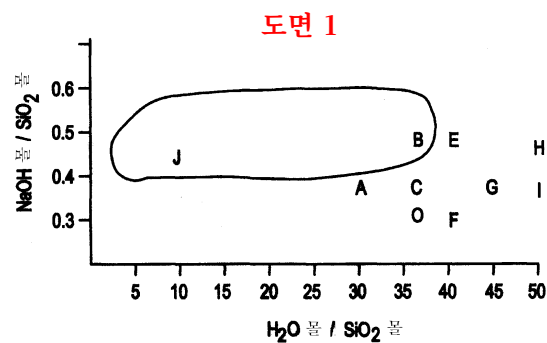
청구항 21.

제 18 항에 있어서, 액상 수성 콜로이드성 실리카 분산액의 실리카 대 산화나트륨의 몰 비가 4.5 내지 5.2인 방법.

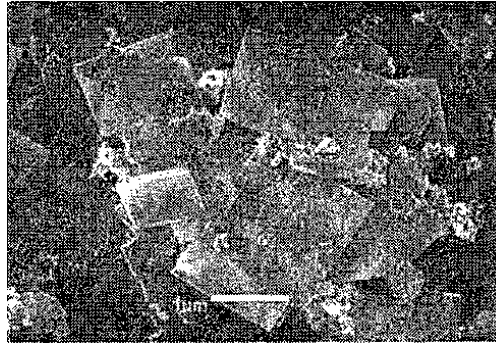
청구항 22.

제 18 항에 있어서, 액상 수성 콜로이드성 실리카 분산액의 실리카 대 산화나트륨의 몰 비가 4.5 내지 4.7인 방법.

도면

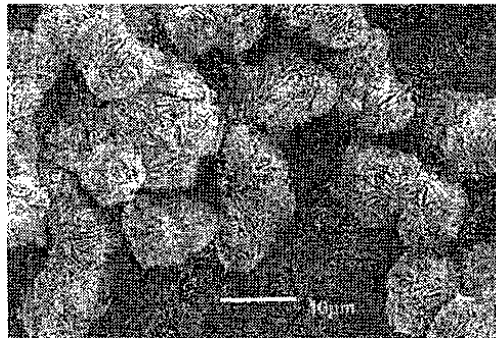


도면 2



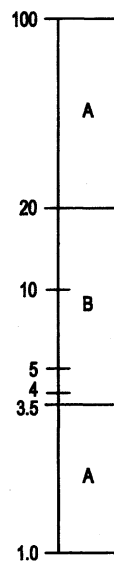
도면 3

종래 기술



도면 4

SiO_2 대 Na_2O 의 몰비



도면 5

