

(72) 발명자

슬코우스키, 우도

독일 38690 비에넨버그 브레스라우어 스트라세 8

로젠크란츠, 악셀

독일 38667 마드 하즈버그 크레이스스트라세 16

특허청구의 범위

청구항 1

삭제

청구항 2

삭제

청구항 3

삭제

청구항 4

삭제

청구항 5

삭제

청구항 6

삭제

청구항 7

삭제

청구항 8

삭제

청구항 9

삭제

청구항 10

물, 보조제(adjutant), 유화제(emulgator), 항균제, 수용성 백(bag), 수용성 중합체, 폴리비닐 알코올, 옥살산, 암모늄 옥살레이트로 구성된 군으로부터 선택된 1 이상의 추가 성분과 함께 암모늄(비스아쿠오 옥소비스옥살레이토)니오베이트 $(\text{NH}_4)[\text{Nb}(\text{O})(\text{C}_2\text{O}_4)_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ 및 이의 수화물 중 하나 이상인 니오븀 화합물을 포함하는, 촉매, 세라믹 물질, 전기세라믹 물질 또는 페라이트의 제조에 사용하기 위한 제제.

청구항 11

제10항에 있어서, 제제가 암모늄(비스아쿠오 옥소비스옥살레이토)니오베이트 $(\text{NH}_4)[\text{Nb}(\text{O})(\text{C}_2\text{O}_4)_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ 및 이의 수화물 중 하나 이상인 니오븀 화합물의 수중 포화 용액 또는 이의 수성 슬러리를 포함하는 것인 제제.

청구항 12

제10항에 있어서, 제제가 백 내에 암모늄(비스아쿠오 옥소비스옥살레이토)니오베이트 $(\text{NH}_4)[\text{Nb}(\text{O})(\text{C}_2\text{O}_4)_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ 및 이의 수화물 중 하나 이상인 니오븀 화합물을 소정량 포함하는 것인 제제.

청구항 13

제12항에 있어서, 백이 물 또는 반응 매질에서 가용성인 제제.

청구항 14

제10항에 있어서, 상기 제제가 암모늄(비스아쿠오 옥소비스옥살레이토)니오베이트 $(\text{NH}_4)[\text{Nb}(\text{O})(\text{C}_2\text{O}_4)_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ 및 이의 수화물 중 하나 이상인 니오븀 화합물, 이의 용액 또는 이의 슬러리를 포함하는 가용성 중합체 필름으로 제조된 용기를 포함하는 것인 제제.

청구항 15

제14항에 있어서, 중합체 필름이 폴리비닐 알코올을 포함하는 것인 제제.

청구항 16

제14항 또는 제15항에 있어서, 상기 제제가 폴리비닐 알코올의 필름을 포함하는 폐쇄 백 내의 암모늄(비스아쿠오 옥소비스옥살레이토)니오베이트 $(\text{NH}_4)[\text{Nb}(\text{O})(\text{C}_2\text{O}_4)_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ 및 이의 수화물 중 하나 이상인 고체 니오븀 화합물인 제제.

청구항 17

삭제

청구항 18

삭제

청구항 19

삭제

청구항 20

삭제

청구항 21

삭제

청구항 22

삭제

청구항 23

삭제

청구항 24

삭제

청구항 25

삭제

청구항 26

삭제

청구항 27

제10항에 있어서, 압축 성형 물품인 제제.

청구항 28

제27항에 있어서, 성형 물품이 원통형 또는 구형을 갖는 것인 제제.

청구항 29

제27항 또는 제28항에 있어서, 보조제, 부형제(auxiliary), 이형제(mold release agent), 윤활제 및 이의 조합으로부터 이루어지는 균으로부터 선택되는 첨가제를 더 포함하는 것인 제제.

청구항 30

삭제

청구항 31

제29항에 있어서, 상기 제제가 카보네이트를 포함하는 것인 제제.

청구항 32

제31항에 있어서, 상기 제제가 카보네이트 및 고체 산성 화합물을 포함하는 것인 제제.

청구항 33

제32항에 있어서, 카보네이트가 암모늄 카보네이트이고, 고체 산성 화합물이 옥살산인 제제.

청구항 34

- 암모늄(비스아쿠오 옥소비스옥살레이트)니오베이트 $(\text{NH}_4)[\text{Nb}(\text{O})(\text{C}_2\text{O}_4)_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ 및 이의 수화물 중 하나 이상인 니오븀 화합물을 제공하는 단계;
 - 상기 니오븀 화합물을 고체 산성 화합물 및 고체 카보네이트와 혼합하여 제1 혼합물을 얻는 선택적인 단계;
 - 상기 니오븀 화합물 또는 상기 제1 혼합물을 다이(die) 내로 이동시키는 단계;
 - 다이의 내용물을 압축하여 성형 물품을 얻는 단계
- 를 포함하는 성형 물품 제조 방법.

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 신규 수용성 니오븀 화합물, 이의 제조 방법 및 상기 니오븀 화합물을 포함하는 제제에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 니오븀 화합물은 여러 적용 중에서도 특정 촉매 또는 세라믹 물질에 대한 도펀트(dopant)로 사용하기에 적절하다. 세라믹 물질은 다층 세라믹 축전기, 피에조세라믹 및 페라이트와 같은 적용에 사용되는 전자세라믹을 포함한다.

[0003] 이러한 적용에서, 촉매 담체 또는 활성종은 도펀트와 혼합되고, 이어지는 공정 단계에서 하소(calcination)될 것이다. 하소는 일반적으로 니오븀 화합물이 순수 니오븀 펜톡사이드로 전환되는 조건 하에서 일어난다. 이러한 적용은 에탄 수소첨가분해, 탄화수소의 탈수소화, 중축합에서 고체 산 촉매 작용, 또는 가암모니아산화(ammoxidation)를 포괄하나, 이에 한정되지는 않는다. 니오븀 화합물이 사용되는 이러한 촉매는 특히 암모니아 및 산소의 존재에서 부탄을 아크릴로니트릴로 전환시키는 촉매, 산소의 존재 하에서(산화) 부탄을 아크롤레인으로의 전환시키는 촉매, 프로판의 프로펜으로의 전환과 같이 알칸의 산화적 탈수소화 촉매이다. 이러한 적용은 예를 들어, 모든 유용한 목적을 위해 본원 명세서에 참조로서 결부된 Chemical Reviews 1999, (99), 3603 - 3624에 개시된다. 니오븀 화합물과의 혼합은 수성 용액, 현탁액 또는 에멀션에서 흔히 일어난다.

[0004] 이러한 적용에서, 니오븀 화합물이 우수한 수용해도를 나타내고, 적절한 조건에서 하소되는 경우 착화제 또는 상대이온으로부터의 불순물 없는 순수한 니오븀 펜톡사이드를 형성하고, 그리고 중량 퍼센트로 높은 니오븀 함량을 가져서, 소량의 니오븀 화합물의 첨가로 적절한 높은 니오븀 농도를 갖는 수용액이 제조될 수 있는 것이 중요하다.

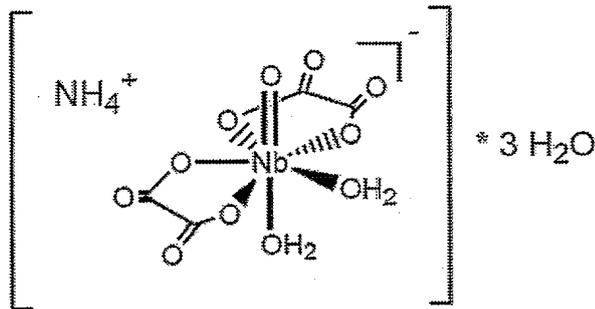
[0005] Russian Journal of Inorganic Chemistry, Vol. 9 No. 10, October 1964, pages 1288-1291에서 Limar et al.

은 니오븀 옥살레이트 복합체 $\text{Na}[\text{Nb}(\text{O})(\text{C}_2\text{O}_4)_2(\text{H}_2\text{O})] \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$ 뿐만 아니라, $(\text{NH}_4)_3 [\text{Nb}(\text{O})(\text{C}_2\text{O}_4)_3] \cdot x \text{H}_2\text{O}$ 를 개시하였다. 그러나, 이러한 복합체는 상기 설명한 바와 같은 조건을 완전히 만족시키지는 못한다. 상대양이온이 나트륨인 경우, 나트륨 불순물이 하소 후에 니오븀 펜톡사이드 내에 잔류할 것이다. 암모늄 복합체는 3배의 음전기적 전하를 띠어, 니오븀 함량이 더 낮아지게 된다. 3개의 옥살레이트 이온과의 배위는 중량 퍼센트로서 니오븀 함량을 낮추는 동일한 효과를 갖는다. 또한, 단지 20 g Nb/1 및 40 g Nb/1의 수용해도는 각각 유의하게 향상되어야 할 필요가 있다.

발명의 상세한 설명

[0006] 99% 이상의 순도를 갖는 니오븀 펜톡사이드를 생성하고, 따라서 적절한 조건 하에서 하소되는 경우 착화제 또는 상대이온으로부터 불순물을 1% 이하로 포함하고, 그리고 중량 퍼센트로 높은 니오븀 함량(22 중량 퍼센트 초과)을 갖는, 우수한 수용해도(30 g Nb/1 초과)를 나타내는 니오븀 화합물을 제공하는 것이 본 발명의 목적이다. 이러한 문제점은 니오븀 화합물 암모늄(비스아쿠오 옥소비스옥살레이트)니오베이트 $(\text{NH}_4)[\text{Nb}(\text{O})(\text{C}_2\text{O}_4)_2(\text{H}_2\text{O})_2]$, 및 하기 화학식 1의 상응하는 삼수화물, 암모늄(비스아쿠오 옥소비스옥살레이트)니오베이트-삼수화물 $(\text{NH}_4)[\text{Nb}(\text{O})(\text{C}_2\text{O}_4)_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$ 에 의해 해결된다.

화학식 1



[0007] 본 발명에 따른 화합물은 적절한 조건 하에서 하소되는 경우 착화제 또는 상대이온으로부터의 1% 이하의 불순물을 갖고, 99%의 순도를 갖는 니오븀 펜톡사이드를 생성한다. 바람직하게는, 상기 화합물은 99.9% 이상, 특히 99.99% 이상의 순도를 갖는다. 도 1은 X-선 구조 분석에 의해 측정된 본 발명에 따른 화합물의 3차 구조를 나타낸다. 숫자는 Å으로의 결합 길이를 각각 나타낸다.

[0009] 상기 설명한 바와 같은 용해도를 갖는 선행 기술 화합물에 비해, 본 발명에 따른 화합물은 20°C에서 52 g Nb/1(1 리터 당 니오븀의 그램)의 우수한 수용해도를 나타내고, 50°C의 온도에서 114.8 g Nb/1의 최대 용해도를 나타낸다. 선행 기술 화합물 $(\text{NH}_4)_3[\text{Nb}(\text{O})(\text{C}_2\text{O}_4)_3]$ 가 단지 21.8 중량 퍼센트의 니오븀 함량을 갖는 반면, 본 발명에 따른 화합물은 24.3 중량 퍼센트의 니오븀 함량을 갖는다. 물질 내의 니오븀의 높은 퍼센트는 경제적으로 유리한데, 이는 질소 및 탄소와 같은 복합체 내의 모든 다른 원소가 하소 중에 제거될 것이기 때문이다.

[0010] 암모늄 이외의 다른 상대이온은 일반적으로 적절하지 않은데, 이는 암모늄이 암모니아 가스로 증발되는 반면, 다른 상대이온, 예를 들어, 알칼리 이온은 하소에서 불순물을 야기하고, 또는 이러한 양이온이 암모니아 이온보다 더 높은 분자량을 가져 더 낮은 니오븀 중량 퍼센트를 야기하기 때문이다.

[0011] 본 발명은 또한 본 발명에 따른 화합물의 제조 방법에 관한 것이다.

[0012] 선행 기술 화합물은 니오븀 히드록사이드 및 암모늄 옥살레이트를 물에 용해하고, 이어지는 단계에서, 이어지는 물의 감소에 의해 부피를 감소시키거나 니오븀 화합물의 용해도를 감소시키기 위하여 아세톤을 첨가함으로써 만들었고, 두 경우 모두에서 침전되었다. 니오븀 농도는 약 2 몰 Nb/1(1 리터당 니오븀 몰)이다.

[0013] 이에 반하여, 본 발명에 따른 방법에서, 니오븀 히드록사이드 및 옥살산은 물에 용해되고 암모니아 가스가 이를 통과하게 된다. 암모니아는 옥살산을 용해 및 중화시키고, 약 35°C 내지 약 50°C, 바람직하게는 약 40°C 내지 약 45°C로 따뜻해지게 만든다. 반응을 빠르게 하기 위하여, 반응 혼합물을 80°C 이하, 바람직하게는 70°C 미만, 그리고 더욱 특히 약 60°C로 가열하는 것도 가능하다.

[0014] 첨가의 순서는 바람직하게는 니오븀 히드록사이드, 옥살산 그리고 암모니아이다. 유리물(educt)은 일반적으로

교반 중에 물에 첨가된다. 유리물의 첨가는 비록 조금씩 첨가되는 것이 바람직하기는 하지만, 특히 본 발명에 따른 화합물의 과량이 제조되어야 하는 경우에는 일시에 수행될 수 있다.

- [0015] 니오븀 대 옥살산의 몰비는 1:2.8이고, 여기서 계산은 결정수를 포함한 옥살산의 분자량을 기초로 한다.
- [0016] 니오븀의 농도는 약 2 몰 Nb/l 미만, 바람직하게는 약 1.4 몰 Nb/l 내지 약 1.9 몰 Nb/l, 특히 약 1.5 몰 Nb/l 내지 약 1.7 몰 Nb/l, 더욱 특히 약 1.6 몰 Nb/l 이하이어야 한다.
- [0017] 니오븀 농도를 상기 설명한 바와 같은 적절한 수준으로 제공할 수 있는 암모니아 수용액이 암모니아 가스 대신 사용될 수 있다.
- [0018] 바람직하게는, 25 중량%의 암모니아를 포함하는 수용액이 본 발명에 따른 방법에 사용된다.
- [0019] 반응 혼합물의 pH 값은 약 3.5 미만, 더욱 특히 반응 혼합물의 pH 값은 약 1 내지 약 3, 특히 약 1 내지 약 2이다.
- [0020] 첨가되는 암모니아의 양은 이러한 pH 값을 달성하기에 적절한 것이고, 당업자에 의해 쉽게 계산될 수 있다.
- [0021] 암모니아의 첨가가 완료된 후에, 반응 혼합물은 약 25℃ 이하, 특히 10℃ 내지 23℃, 또는 15℃ 내지 22℃, 또는 18℃ 내지 20℃의 온도로 냉각된다.
- [0022] 반응 혼합물의 양에 따라, 바람직한 시간 내에 냉각을 달성하기 위해, 즉, 24시간 내에 목적하는 온도로 냉각하기 위해, 활성 냉각이 요구된다. 반응 용기 내에 위치하는 열 교환기를 통한 냉각제의 순환 방법에 의해 또는 반응 용기의 외부 냉각과 같은 당업자에게 공지된 임의의 적절한 방법에 의해 활성 냉각이 수행될 수 있다.
- [0023] 바람직하게는, 40℃에서 20℃로의 냉각은 내에 4시간 내에 일어난다. 냉각 시간에 걸쳐 평균 냉각 속도는 약 3℃/시간 내지 약 10℃/시간, 바람직하게는 약 4℃/시간 내지 약 8℃/시간의 범위, 특히 약 5℃/시간이다.
- [0024] 반응 생성물은 냉각 중에 침전되고, 반응 혼합물로부터 여과되고, 이어서 약 80℃ 미만, 바람직하게는 약 75℃ 미만, 특히 약 70℃의 온도에서 건조된다. 건조는 공기 중에서, 아르곤 또는 질소와 같은 불활성 가스에서, 또는 공기 또는 불활성 가스의 존재에서 감압 하에서 일어날 수 있다.
- [0025] 추가 정제 단계가 추가 재결정화에 의해 달성될 수 있다. 바람직하게는, 상기 재결정화는 용매로서 물을 사용하여 수행된다. 상기 설명한 바와 같은 건조 단계는 동일한 방법으로 수행되어, 물의 제거를 달성할 수 있다.
- [0026] 반응 혼합물 내의 니오븀 농도가 선행 기술에 따른 방법에서보다 더 낮지만, 더 높은 니오븀 함량을 갖는 반응 생성물이 제조됨을 놀랍게도 확인하였다. 이러한 이유로, 본 발명에 따른 방법은 더욱 경제적인데, 이는 더 적은 에너지가 소비되고, 유기 용매가 관여하지 않으며, 생성되는 화합물의 더 높은 니오븀 함량이 달성될 수 있기 때문이다.
- [0027] 본 발명은 또한 본 발명에 따른 화합물, 암모늄(비스아쿠오 옥소비스옥살레이트)니오베이트 $(\text{NH}_4)[\text{Nb}(\text{O})(\text{C}_2\text{O}_4)_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ 를 포함하는 제제에 관한 것이다. 가장 단순한 경우에서, 본 발명에 따른 제제는 암모늄(비스아쿠오 옥소비스옥살레이트)니오베이트 $(\text{NH}_4)[\text{Nb}(\text{O})(\text{C}_2\text{O}_4)_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ 및 물을 포함한다. 이러한 제제는 물 내의 화합물의 포화 수용액 또는 수성 슬러리일 수 있지만, 추가 성분, 예를 들어, 보조제, 예를 들어, 유화제 또는 향균제, 예를 들어, 곰팡이 제거제, 제초제 또는 살균제를 함유할 수도 있다. 바람직하게는, 상기 제제가 옥살산 및/또는 암모늄 옥살레이트를 포함한다. 더욱 바람직하게는, 옥살산 및/또는 암모늄 옥살레이트가 5 중량% 내지 10 중량%, 더욱 바람직하게는 7 중량% 내지 9 중량%, 더욱 특히 8 중량%의 양으로 존재한다. 중량 퍼센트는 옥살산 및 암모늄 옥살레이트 각각의 양을 나타낸다.
- [0028] 화합물은 인간의 피부 또는 호흡 기관을 자극하거나, 인간의 건강 또는 복지에 영향을 줄 수 있고, 또는 식물, 동물 또는 환경에 유해한 효과를 가질 수 있다. 이러한 이유로, 본 발명에 따른 화합물이 제공되는 경우, 먼지를 일으켜서 제어되지 않는 방식으로 주위를 화합물로 노출시키는 경향이 보다 낮은 형태로 제공되는 것이 바람직하다. 또한, 소정량으로 본 발명에 따른 화합물을 제공하는 것은 중량 또는 부피 계측(metering)을 쉽게 해준다. 이러한 용액 또는 슬러리는 부피 계측에 적절하다.
- [0029] 더욱 흔히 사용되고, 노출 및 먼지 발생을 물질의 실제 계측 중에도 피할 수 있을뿐 아니라 계량 중에도 피할 수 있는 중량 계측을 위해, 본 발명에 따른 소정량의 화합물을 사용시 파괴되는 용기, 예를 들어, 백(bag) 내에 넣는 것이 바람직하다.
- [0030] 더욱 특히, 본 발명에 따른 제제는 또한 소정량의 본 발명에 따른 화합물이 백 내에 존재하는 것을 포함한다.

바람직하게는, 이러한 백은 본 발명에 따른 니오븀 화합물이 촉매 또는 페라이트 제조를 위해 사용되는 반응 매질에서 가용성이다. 더욱 바람직하게는, 상기 백은 모든 유용한 목적을 위해 본 명세서에 참조로서 결부된, 국제 특허 출원 WO 9845185, WO 9737903 및 US 특허 US-B-5666785 뿐 아니라, "Verpackungs-Rundschau", November 1997, page 40에서 기술된 백과 같은 수용성 중합체로 제조된다.

[0031] 백이 물에 넣을 경우 용해되지만, 내면은 물 저항성을 갖춘 것이 특히 바람직하다. 이러한 경우, 수용액 또는 슬러리를 수용성 백에 넣거나 수성 반응 매질에 넣을 수 있다. 따라서, 본 발명은 또한 본 발명에 따른 화합물, 이의 용액 또는 이의 슬러리를 포함하는 가용성 중합체 필름으로 제조된 용기를 포함하는 제제에 관한 것이다. 바람직한 구체예에서, 중합체 필름은 폴리비닐 알코올을 포함하는 필름이다. 다른 바람직한 구체예에서, 제제는 폴리비닐 알코올 필름을 포함하는 폐쇄 백 내의 본 발명에 따른 니오븀 화합물의 슬러리 또는 분말이다.

[0032] 다른 구체예에서, 제제는 폴리비닐 알코올 필름을 포함하는 폐쇄 백 내의 본 발명에 따른 고체 니오븀 화합물이다.

[0033] 본 발명의 또 다른 구체예에서, 제제는 본 발명에 따른 니오븀 화합물을 포함하는 고체 성형 물품이다. 이러한 고체 성형 물품은 니오븀 화합물을 일반 부형제, 보조제, 운할제 등과 혼합하고, 이에 따라 얻어지는 혼합물을 가압하여 제조할 수 있다. 성형 물품은 의도하는 용도에 따라 임의의 적절한 형태, 예를 들어, 입방형, 구형, 원통형, 입방 형태 또는 이의 조합을 가질 수 있다. 성형 물품의 크기는 일반적으로 의도하는 용도에 따라 적절한 범위 내이고, 각각의 성형 물품의 중심으로부터 이의 최외각 모서리까지의 지름이 일반적으로 0.5 cm 내지 10 cm의 범위이다. 바람직하게는, 니오븀 화합물은 정제의 크기 및 형태를 갖는다. 더욱 구체적으로, 이러한 크기 및 형태는 높이보다 더 큰 지름을 갖는 원통형이고, 상기 높이는 약 0.1 cm 내지 약 3 cm, 또는 약 0.3 cm 내지 약 2 cm, 특히 약 0.4 cm 내지 약 0.8 cm의 범위이고, 동시에 상기 지름은 바람직하게는 약 0.3 cm 내지 약 5 cm, 또는 약 0.5 cm 내지 약 4 cm, 특히 약 0.8 cm 내지 약 2 cm, 특히 약 1.5 cm 또는 약 1 cm이다. 대안으로, 이러한 정제 크기 및 형태는 약 0.1 cm 내지 약 3 cm, 또는 약 0.3 cm 내지 약 2 cm의 지름을 갖는 구형이다. 본 발명에 따른 니오븀 화합물은 운할제 또는 부형제, 예를 들어, 수용성 왁스 또는 중합체, 예를 들어, 파라포름알데히드, 폴리아세탈, 폴리에틸렌 글리콜, 폴리비닐 알코올, 높게 산화된 폴리왁스 또는 지방산의 알칼리염 또는 토류 알칼리염과 혼합될 수 있다. 바람직한 구체예에서, 첨가제는 물과 접촉시에 부피 팽창을 나타내어, 성형 물품, 예를 들어, 본 발명에 따른 니오븀 화합물을 포함하는 정제를 파괴하는 첨가제이다. 이러한 첨가제는 또한 봉해제로도 알려졌고, 또한 의약적 용도로 사용되고, 그리고 일반적으로 셀룰로오스 유도체, 예를 들어, 카복시메틸셀룰로오스 및 이의 유도체, 또는 전분 유도체, 예를 들어, 알칼리 금속 전분 글리콜레이트, 예를 들어, 나트륨 전분 글리콜레이트를 포함하고, 후자는 EXPLOTAB® 또는 VIVASTAR®로서 JRS Pharma LP에서 상업적으로 구입가능하다. 적절한 봉해제는 또한 모든 유용한 목적으로 본 명세서에 참조로서 결부되는 EP-A-1006148에 기술된다.

[0034] 다른 구체예에서, 이러한 첨가제는 물과 접촉시 가스 거품을 발생시켜 고체 산성 화합물 및 카보네이트와 같은, 본 발명에 따른 니오븀 화합물을 포함하는 성형 물품을 파괴하는 첨가제이다. 더욱 구체적으로, 본 발명은 또한 본 발명에 따른 니오븀 화합물과 카보네이트 및 고체 산성 화합물과의 혼합물을 포함하고, 바람직한 것은 정제와 같이 성형 물품으로 압축된 것이다. 일반적으로, 나트륨 카보네이트, 칼륨 카보네이트, 암모늄 카보네이트 또는 이의 혼합물과 같은 모든 수용성 카보네이트가 사용될 수 있다. 고체 산성 화합물은 고체 산, 예를 들어, 시트르산 또는 타르타르산, 또는 무기 산성염, 예를 들어, 황산수소나트륨, 특히 옥살산일 수 있고, 이는 여전히 화합물 제조로부터의 불순물로서 존재할 수 있다. 그러나, 일반적으로, 옥살산과 같은 충분한 양의 고체 산성 화합물을 첨가하는 것이 요구될 것이다. 바람직한 구체예에서, 옥살산 및 암모늄 카보네이트는 본 발명에 따른 니오븀 화합물과 혼합되고, 성형 물품, 바람직하게는 정제로 압축된다. 이러한 제제는 성형 물품의 손쉬운 파괴 및 본 발명에 따른 니오븀 화합물의 빠른 용해를 보증할 것이다. 니오븀 화합물이 흔히 건조되고 하소된 수용액에 첨가되기 때문에, 상기 암모늄 카보네이트 및 옥살산의 혼합물은 함께 물에 들어가는 경우 이러한 화합물이 금속염을 포함하는 잔류물을 남기지 않고 하소될 수 있는 암모늄 옥살레이트를 형성할 것이므로 유리하다.

[0035] 본 발명에 따른 니오븀 화합물의 목적하는 용도가 상기 니오븀 화합물을 산성 수용액에 넣는 단계를 포함하는 경우, 암모늄 카보네이트 및/또는 다른 가용성 카보네이트가 존재하는 것만으로 충분할 수 있고, 고체 산성 화합물이 요구되지 않는다. 이러한 경우, 칼슘 카보네이트와 같은 수불용성 카보네이트가 사용될 수도 있지만, 수용성 카보네이트가 바람직하다.

[0036] 본 발명의 또 다른 구체예에서, 제제는 본 발명에 따른 니오븀 화합물로 필수적으로 이루어진 압축 성형 물품이

다. 본 발명에 따른 니오븀 화합물이 다른 크기 및 형태의 성형 물품으로 쉽게 압축될 수 있고, 임의의 첨가제 또는 보조제의 첨가 없이도 물과 접촉시 물에서 쉽게 용해될 수 있음과, 상기 성형 물품이 우수한 기계적 안정성을 나타내어 먼지 발생을 피하게 해준다는 것을 놀랍게도 발견하였다. 성형 물품은 바람직하게는 본 발명에 따른 니오븀 화합물로 구성되고, 이로부터 압축에 의해 얻을 수 있다. 바람직하게는, 상기 성형 물품은 상기 설명한 바와 같은 크기 및 형태를 갖는 정제이다. 결과적으로, 본 발명에 따른 니오븀 화합물로 구성된 정제는 추가 성분으로서 상기 니오븀 화합물의 제조로부터 발생하는 일반적 불순물을 단지 포함할 수 있다.

- [0037] 본 발명은 하기 단계를 포함하는 본 발명에 따른 니오븀 화합물의 성형 물품의 제조 방법에 관한 것이다:
- [0038] - 본 발명에 따른 니오븀 화합물을 제공하는 단계;
- [0039] - 상기 니오븀 화합물을 고체 산성 화합물 및 고체 카보네이트와 혼합하여 제1 혼합물을 얻는 선택적인 단계;
- [0040] - 상기 니오븀 화합물 또는 상기 제1 혼합물을 다이(die) 내로 이동시키는 단계;
- [0041] - 다이의 내용물을 압축하여 성형 물품을 얻는 단계.
- [0042] 이러한 방법은 잘 알려진, 상업적으로 구입가능한 일반적 설비, 예를 들어, 약품의 제조에 사용되는 것에서 쉽게 수행될 수 있다. 필요한 경우, 다이 벽 및 다이의 함유물을 압축하는 코어는 윤활제 또는 이형제로 처리될 수 있다. 적절한 이형제는 예를 들어, 지방산의 알칼리염 또는 토류 알칼리염이다.
- [0043] 본 발명에 따른 니오븀 화합물의 제조 방법이 더욱 경제적이고, 더 적은 에너지가 소비되고, 유기 용매가 관여하지 않으며, 생성된 화합물의 더 높은 니오븀 함량이 달성될 수 있기 때문에, 본 발명은 또한 환경 보호에 공헌한다.
- [0044] 따라서 본 발명은 또한 유기 용매의 관여 없이, 감소된 양의 에너지를 소비하는 방법에 의한 니오븀 화합물의 제조를 포함하는 환경 보호 방법에 관한 것이다. 바람직한 구체예에서, 이러한 방법은 또한 증가된 니오븀 함량을 갖는 화합물을 제공한다.
- [0045] 본 발명은 또한 배치(batch), 로트(lot), 또는 화물(shipment)에 대한 1 이상의 속성값을 상술하는 것을 포함하는, 화학 물질, 바람직하게는 본 발명에 따른 화합물의 배치, 로트, 또는 화물을 위한 제품 설명서의 작성 방법에 관한 것이다. 속성값은 화학식, 분자량, 특정 구성요소의 중량 퍼센트, 녹는점, 끓는점 등과 같이 화학적 화합물에 특수한 속성값이거나, 또는 순도, 배치 번호 또는 로트 번호, 제제의 성분 리스트, 알갱이 크기, 입자의 형태, 입자 크기 분포 등과 같이 로트, 배치 또는 화물에 특수한 속성값일 수 있다.
- [0046] 특히, 이러한 방법은 로트, 배치 또는 화물 당 1 이상의 속성값을 상술하는 단계, 로트, 배치 또는 화물을 확인하는 정보와 연결하여 상기 로트, 배치 또는 화물의 속성값을 보관하는 단계(archiving), 1 이상의 로트, 배치 또는 화물의 1 이상의 속성값을 선택하는 단계, 로트, 배치 또는 화물을 확인하는 정보와 연결하여 확인된 상기 로트, 배치 또는 화물의 1 이상의 속성값을 배열하여 제품 설명서에 함께 넣는 단계, 그리고 로트, 배치 또는 화물을 확인하는 정보와 함께 1 이상의 속성값을 전시하여 제품 설명서를 작성하는 단계를 포함한다.
- [0047] 본 발명의 의미 내에서 전시는 예를 들어, 컴퓨터 출력에 의한 인쇄 또는 일반적인 인쇄에 의해 제품 설명서의 종이 카피를 만드는 것일 수도 있고, 제품 설명서를 컴퓨터 스크린에 전시하는 것이 관여할 수도 있다.
- [0048] 전시는 로트, 배치 또는 화물을 확인하는 정보와 연결된 1 이상의 속성값의 보관소에 대한 접근권한을 갖는 컴퓨터 프로그램에 의해, 또는 웹 브라우저에 전시되는 인터넷 웹페이지에 의해 이루어질 수 있다.
- [0049] 다른 구체예에서, 제품 설명서를 작성하는 방법은 화합물의 배치, 로트, 또는 화물을 위한 제품 설명서 시트, 발주서, 인보이스, 계약서, 계약서에 대한 권리 포기 증서, 또는 이의 조합에 속성값이 포함되는 방법이다. 바람직하게는, 상기 화합물은 본 발명에 따른 화합물, 또는 다른 니오븀 화합물, 특히 니오븀 옥살레이트 복합체이다.
- [0050] 본 발명의 또 다른 구체예에서, 제품 설명서를 작성하는 방법은 상기 상술이 상기 미립자 물질의 배치, 로트, 또는 화물을 위한 1 이상의 속성값의 결정 단계를 포함하는 것인 방법이다. 결정 단계는 일반적 측정 방법에 의한 상기 배치, 로트, 또는 화물의 측정 단계 또는 분석 단계 및 이에 따라 로트, 배치 또는 화물에 특수한 속성값 또는 화학적 화합물에 특수한 속성값을 결정하는 단계를 포함한다. 결정되는 속성값이 화학적 화합물에 특수한 속성값인 경우, 결정 단계는 또한 이러한 속성값을 포함하는 디렉터리(directory)에서 화학적 화합물에 특수한 속성값에 접근하는 단계를 포괄한다. 디렉터리는 도서관 내의 물질적인 형태이거나 또는 전자 데이터베이스 형태일 수 있다. 후자의 경우, 상기 결정 단계는 컴퓨터 프로그램에 의해 수행될 수 있다.

- [0051] 본 발명의 다른 구체예에서, 제품 설명서를 작성하는 방법은 상기 상술이 1 이상의 경계면 포텐셜 값에 의한 미립자 물질의 배치, 로트, 또는 화물의 특성화 단계를 포함하는 것인 방법이다.
- [0052] 본 발명의 다른 구체예에서, 제품 설명서를 작성하는 방법은 상기 미립자 물질의 배치, 로트, 또는 화물에 대한, 표면적, 입자 크기, 구조, 다공도, 또는 이의 조합과 같은 1 이상의 형태학상 값을 상술하는 단계를 더 포함한다.
- [0053] 본 발명은 또한 화학적 물질의 특정 배치, 로트, 또는 화물을 제공하는 속성값 및/또는 특정 배치, 로트, 또는 화물을 요구하는 속성값을 포함하는 제품 설명서를 사용하는 것을 포함하는 고객에 대한 영업 방법에 관한 것이다.
- [0054] 이러한 방법은 제품 설명서, 바람직하게는 상기한 바와 같은 제품 설명서를 고객에게 제공하는 단계, 고객의 목적에 적절한 1 이상의 로트, 배치 또는 화물의 1 이상의 속성값을 고객이 선택하는 단계, 고객의 목적에 적절한 화학적 물질을 제공하는 로트, 배치 또는 화물을 확인하는 단계, 상기 로트, 배치 또는 화물을 선택하는 단계 및 상기 선택한 로트, 배치 또는 화물에 대해 주문하는 단계가 관여한다.
- [0055] 또한, 상기 방법은 주문된 로트, 배치 또는 화물을 선택된 로트, 배치 또는 화물을 갖는 상기 고객에게 제공하는 단계를 더 포함할 수 있다.
- [0056] 본 발명은 또한 1 이상의 속성값을 첨가함으로써 미립자 물질의 등급, 종류, 또는 브랜드에 대한 기존의 제품 설명을 갱신하는 단계를 포함하는, 화학적 물질의 등급, 종류, 또는 브랜드의 확인(identification)을 향상시키는 방법까지 확장된다.
- [0057] 본 발명은 또한 제품 설명서를 작성하는 방법, 상기 설명한 바와 같은 화학적 물질의 등급, 종류, 또는 브랜드의 확인을 향상시키는 방법 또는 제품 설명서를 사용하는 단계를 포함하는 고객에 대한 영업 방법까지 확장되고, 여기서 상기 제품 설명은 카탈로그, 웹 사이트, 브로슈어, 화학적 물질 문헌, 광고, 라벨, 또는 이의 조합이다.

실시예

- [0058] 실시예 1:
- [0059] 니오븀 히드록사이드 (241 kg, 니오븀 함량: 23,6 %*)를 교반하에서 30L의 물에 가하였다. 옥살산(225 kg) 및 암모니아 수용액(33 l, 25 중량% NH₃)을 이어서 가하였다. 암모니아의 첨가는 용액을 40℃로 가열시켰다. 상기 용액을 밤새 교반하고, 그 후 23℃로 냉각시켜, 목적하는 니오븀 옥살레이트 복합체가 용액에서 침전되어 나오도록 하였다. 침전을 여과하고, 약 20 시간 동안 70℃에서 건조하여, 213 kg의 미정제 암모늄 니오븀 옥살레이트 복합체를 수득하였다. 물로부터의 재결정화는 순수한 [NH₄][Nb(O)(C₂O₄)₂(H₂O)₂]*3H₂O 복합체를 형성시켰다.
- [0060] 실시예 2:
- [0061] 니오븀 히드록사이드 (254 kg, 니오븀 함량: 24,7 %*)를 교반하에서 34L의 물에 가하였다. 옥살산(238,4 kg) 및 암모니아 수용액(37 l, 25 중량% NH₃)을 이어서 가하였다. 암모니아를 첨가한 후에, 용액은 61℃로 가열되었고, 이 온도에서 9시간 동안 교반하였다. 그 후 상기 용액을 24℃로 냉각시켜, 목적하는 니오븀 옥살레이트 복합체가 용액에서 침전되어 나오도록 하였다. 침전을 여과하고, 약 24 시간 동안 78℃에서 건조하여, 204 kg의 미정제 암모늄 니오븀 옥살레이트 복합체를 수득하였다. 물로부터의 재결정화는 순수한 [NH₄][Nb(O)(C₂O₄)₂(H₂O)₂]*3H₂O 복합체를 형성시켰다.
- [0062] * 니오븀 히드록사이드의 니오븀 함량은 사용된 배치의 수분 함량에 의존한다.
- [0063] 실시예 3: 정제의 제조 및 용해도 시험
- [0064] 표에 나타낸 암모늄 니오븀 옥살레이트 복합체의 양을 주어진 압력에서 실험실용 프레스, 타입 P 172 [Hersteller Typ]에서 1 cm 지름의 원통형을 갖는 정제로 압축하였다. 두께는 표에서 mm로 나타낸다. 용해도 시험을 위해, 5 g의 각각의 정제를 3 cm 길이를 갖는 교반 막대로 최대 속도에서 마그네틱 교반기에 의해 교반되고, 23℃ 온도를 갖는 미네랄을 제거한 100 ml의 물을 이미 함유하는 250 ml의 비이커에 넣었다. 고체 단편 없이 깨끗한, 완전히 투명한 용액이 달성될 때까지의 시간을 측정하였다. 대조군으로서, 분말 암모늄 니오븀 옥살레이트 복합체가 동일한 조건하에서 사용되었고, 깨끗한, 고체가 없는 용액을 얻기까지 240초의 시간이 걸렸다.

양 /g ↓	압력 / bar ⇒	50	100	150
0.5	높이 / mm	4.14	3.86	3.71
	시간 / s	240	280	360
1.0	높이 / mm	8.22	7.67	7.36
	시간 / s	260	320	430

[0065]

[0066] 실시예 4: 기계적 특성 시험("붕괴시험, Crashtest")

[0067] 상기 표에 나타난 바와 같은 각 크기의 20개의 정체를 40 cm의 높이에서 테이블 위로 자유롭게 떨어뜨렸다. 정체는 단지 깨진 물질의 몇몇의 단일 조각만을 나타냈다.

도면

도면1

