

(19) 대한민국특허청(KR) (12) 특허공보(B1)

(51) Int. Cl.⁵
C01F 7/16

(45) 공고일자 1992년02월 15일
(11) 공고번호 특1992-0001515

(21) 출원번호	특1985-0000741	(65) 공개번호	특1985-0006870
(22) 출원일자	1985년02월06일	(43) 공개일자	1985년10월21일
(30) 우선권 주장	P34 08 463.0 1984년03월08일 독일(DE)		
(71) 출원인	기울리니 케미 게엠베하 산쯔, 나겔 독일연방공화국, 데-6700 루드빅샤펜/라인, 포스트파흐 15 04 80, 기울 리니스트라쎄 2		
(72) 발명자	클라우스 산쯔 독일연방공화국, 6701 단쉬타트-쾰른하임인 데어 짜일 5		
(74) 대리인	남상욱, 남상선		

심사관 : 정상섭 (책자공보 제2666호)

(54) 마갈드레이트의 제조방법

요약

내용 없음.

대표도

도1

명세서

[발명의 명칭]

마갈드레이트의 제조방법

[도면의 간단한 설명]

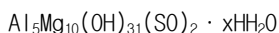
제1도는 실시예 1의 방법에 따라 제조한 마갈드레이트의 X-레이 회절 패턴.

제2도는 공지된 표준 마갈드레이트의 X-레이 회절 패턴.

[발명의 상세한 설명]

본 발명은 마갈드레이트의 신규한 제조방법 및 이러한 방법에 의해 제조된 생성물을 특히 제산제와 같은 약제로서 이용하는 방법에 관한 것이다.

참고문헌[유나이티드 스테이트스 팔마코페이아(United Stated Pharmacopoeia)XX/1980, 제3증보판, USP-NF 174페이지]에 의하면 마갈드레이트는 다음 화학식을 갖는 알루미늄 마그네슘 히드록시드 슬레이트이다 :



이것은 수화상태 또는 탈수상태로 제조 및 사용될 수 있으며 수산화 알루미늄과 수산화 마그네슘의 화학적 결합물로서 간주된다. 또한, 이것은 29.0% 이상 내지 40.0% 이하의 MgO 함량 및 18% 이상 내지 26% 이하의 Al_2O_3 함량을 갖는다. 무수 마갈드레이트의 경우에는 화학식으로부터 이론적 황산염의 함량이 약 17.5%이다.

이러한 공지된 표준 마갈드레이트는, 다른 특성들 가운데서도 특히 최대 1.9%의 수용성 황산염 함량 및 0.18 내지 2.20nm의 고유 X-선 회절 스펙트럼을 가지는 특징이 있다.

마갈드레이트는 공지된 제산제중에서 유효 제산 성분으로 사용된다. 펄신, 담즙산- 및 리졸레시틴에 대하여 빠르고 오래 지속하는 산중화, 장기간의 안정성, 현저한 흡착능력과 같은, 마갈드레이트를 포함하는 제산제의 특성들은 마갈드레이트의 조성 및 구조로부터 초래된다.

앞서 마그네슘 알루미늄에이트 수화물로 불리워지던 마갈드레이트는 이미 오래전부터 제조되어왔다. 50°C 이하의 온도에서, 그리고 알루미늄 대 마그네슘의 비가 1 : 0.9 내지 3이 되도록 하는 양으로 격렬히 혼합하면서 Al_2O_3 1몰당 3 내지 5몰의 N_2O 또는 알칼리 산화물을 함유하는 강 알칼리성 알칼리알루미늄에이트 용액에 마그네슘염 용액을 부가하고, 상기 결과 얻어진 침전물을 상기 용액으로부터 분리하고, 세척하며 만일 필요하다면 잘 건조시키는 것이 독일의 특허출원 B 36 762 IVa/30h에 따른 마갈드레이트의 제조방법이다. 사용된 알루미늄 대 마그네슘의 비는 1 : 2 인 것이 바람직하다.

상기 방법(예)에서는 수용성 마그네슘염으로서 황산 마그네슘만을 사용하였으나 이러한 방법이 상기 황산 마그네슘으로 한정되지는 않는다. 명백하게, 이와같은 이유로 인해 독일특허출원에서 또는 이전의 미국약전(**US--Pharmacopöen**)에서도 마갈드레이트를 황산염-함유 화합물로서 제형화하지 않았다.

2 : 1의 Mg/Al의 원자비로 독일특허출원 제B 36 762 IVa/30h 방법을 사용하면, 필터 케이크를 완전히 세척한 후에야 비로서 상기 식의 마갈드레이트가 얻어진다. 이러한 필터케이크는 물로 세척후에 페이스트 모양으로 균질화되고, 방부제, 향미료 및 기타의 보조제를 부가하면서 가공처리하여 액체 제산제 제제로 제조할 수 있다. 대안으로는, 세척된 필터 잔류물 또는 페이스트는 건조시켜 제산제를 정제 또는 분말로 제조할시에 유효 제산 성분으로서 사용할 수 있다.

놀랍게도, 본 발명자들은 선행 기술의 방법이 신규하며 현저히 개량된 방법에 의해 대체될 수 있다는 것을 발견하였다. 침전, 여과, 특히 세척과정은 상기 제조방법의 경우에 시간을 많이 소요하는 것으로 알려져 있으며, 따라서 작업 능력을 감소시키고 이러한 이유때문에 수산화 알루미늄 겔 및 인산 알루미늄 겔과 같은 제산효과가 있는 다른 재료의 제조원가에 비하여 그 제조원가가 현저히 상승된다. 예를들면, 독일특허 제1 921 999호의 방법에 의하여 제조된 수산화 알루미늄 겔의 세척을 위하여는 100m²의 필터프레스에서 약 200분의 세척시간이 필요하며, 이에 반하여 독일특허출원(선행 기술)에 의하여 제조된 마갈드레이트에 대하여는 상기에 비해 거의 4배 즉, 약 800분의 시간이 필요하다.

선행 기술의 또다른 단점은 회전필터 혹은 필터프레스를 사용하는 오늘날의 여과기법으로써는 다만 약 10 내지 13중량%의 마갈드레이트의 필터케이크 농도만이 얻어질 수 있다는 것이다. 따라서, 최후의 제형화시에 마갈드레이트 농도가 상기 농도 범위보다 약간 아래에 있는 최종 생성물만이 얻어질 수 있다. 그러므로 현재 상업적으로 입수가 가능한 마갈드레이트-함유 액체 제산제는 평균 9중량%의 마갈드레이트만을 함유한다.

따라서, 본 발명의 목적은 종래의 방법과 비교하여, 침전, 세척 및 균일화 과정을 제거함으로써 노동력 및 경제적인 이점들을 제공하며 나아가서는 좀더 농축된 생성물을 제공함으로써 신규한 약제로서 사용하는 것을 가능하게 하는 마갈드레이트 제조를 위한 신규 방법을 제공하기 위한 것이다.

본 발명에 따라 물의 존재하에서 활성 수산화 알루미늄을 최소한 하나의 수용성 황산염-함유 화합물 및 활성 산화 마그네슘 및/또는 수산화 마그네슘과 화학양론적인 양으로 반응시키고, 만일 필요하다면 상기 결과 생성된 마갈드레이트 페이스트를 건조시킨다. 상기 결과 얻어진 마갈드레이트 페이스트는 부산물을 포함하지 않는다. 여과, 세척 및 재균일화 과정은 더 필요하지가 않다. 이들은 액체 마갈드레이트-함유 제산제로 직접 가공처리하거나 또는 건조, 특히 분무건조에 의해 마갈드레이트 분말로 전환시킬 수 있다. 더우기, 출발물질의 상태여하에 따라 제조된 마갈드레이트 페이스트의 점도 및 농도가 다양한 범위에 걸쳐 변화될 수 있다는 것을 발견하였는데, 이는 약제학적 사용에 대해 특정 잇점을 갖는다. 이러한 잇점은 선행 기술로 부터 유도될 수 없었던 것이다. 따라서, 본 발명에 따라 30중량% 이하의 마갈드레이트를 포함하는 페이스트를 제조하는 것이 가능하게 되었다.

수산화 알루미늄을 황산염 이온 함유 화합물과 반응시키는 동안 pH 값이 7보다 더 작다면 탄산염이 없는 마갈드레이트만이 얻어진다. pH 값이 7과 같거나 7보다 크다면 상기 제품은 이산화탄소를 함유할 것이다.

활성 수산화 알루미늄은 공지되어 있다. 이것은 다양한 방법에 의하여 제조할 수 있으며 묽은 산중에서 쉽게 용해될 수 있는 무정형의 미세하게 분쇄된 수산화 알루미늄 겔이다. 이것은 예를들면 특히 알칼리 탄산염등과 같은 염기를 사용하여 알루미늄염 용액들로부터 침전시키는 경우에 발생한다. 독일특허 제1 921 99호에 따라 제조되었으며 12 내지 14%의 CO₂ 함량을 가지는 수산화 알루미늄 겔은 출발제품으로서 아주 적당하다. 이것은 분말 또는 페이스트 형태로 사용될 수 있다. 공지된 다른 탄산염-함유 수산화 알루미늄 겔 페이스트 역시 아주 적당하다. 상기 방법에 따라 사용한 활성 수산화 알루미늄은 다른 상업적으로 입수 가능한 수산화 알루미늄 겔 및 특히 염화 알루미늄으로부터 제조된 것들 일 수 있다.

또한, 공지된 수산화 알루미늄 겔 분말 역시 사용할 수 있다. 이들 예로는 상품명 Alugel[®] A 211 및 Alugel[®] A 215로 시판되고 있는 제품을 들 수 있다.

수산화 알루미늄-탄산 마그네슘 건조겔로서 시판되는, 공지된 활성 수산화 알루미늄 겔 및 염기성 탄산 마그네슘으로 구성된 결합 생성물 역시 사용할 수 있다.

상기 목적에 사용한 수용성 황산염 함유 화합물은 황산 알루미늄, 황산 마그네슘 및 황산, 및 이들 화합물의 혼합물일 수 있다. 생성된 마갈드레이트의 양과 관련하여 이들은 주입된 황산염의 양이 최대 17.5%가 되도록하는 양으로 사용된다. 만일 황산 마그네슘만이 사용된다면 탄산염 함유 생성물이 제조된다.

본 발명에 있어서, 활성 산화 마그네슘은 물과 반응하여 수산화 마그네슘을 형성하는 약제학적 순도를 갖는 산화 마그네슘이다. 활성을 측정하기 위해 옥소가를 사용할 수 있는데, 이러한 옥소가는 산화 마그네슘 1g당 요오드 몇 mg이 결합되는지를 나타낸다. 반응물로서 20 내지 100의 옥소가를 갖는 산화 마그네슘이 특히 적당하다.

또한, 산화 마그네슘, 또는 산화 마그네슘과 수산화 마그네슘의 혼합물대신에 수산화 마그네슘을 출발성분으로서 사용할 수도 있다. 후자의 경우에는, 수산화 마그네슘을 현탁액(페이스트)의 형태로 사용하는 것이 바람직하다. 30%의 Mg(OH₂)를 함유하는 수산화 마그네슘은 다양한 점도로 시판되고 있다. 예를들면, 고점도의 수산화 마그네슘 페이스트는 상품명 Gilumag[®] D 661로 그리고 저점도의 수산화 마그네슘 페이스트는 Gilumag[®] D 611로 시판된다.

본 발명의 바람직한 구현예에 따라, 본 발명은 현탁액 또는 페이스트 형태의 활성 수산화 알루미늄을 사용하여 출발한다. 교반하면서 물에 용해시킨 황산염 함유 화합물, 예컨대 황산 알루미늄 및/또는 황산의 화학양론적 양을 주입한다. 상기 방법시에 관찰된 이산화탄소 발생의 종료시에는 임의로 물에 희석시킨 산화 마그네슘을 부가하면서 더욱 더 교반한다. 반응 경과는 온도증가를 관찰함으로써 모니터링할 수 있다. 10 내지 24시간동안 방치시킨 후 그리고 임의로 콜로이드 밀로 분쇄시킨 후 상기 페이스트는 추가의 가공처리에 의해 적합하게 된다.

상기 결과 얻어진 마갈드레이트는 화학양론적 양의 계산을 위한 토대가 된다.

본 발명에 따라 제조한 마갈드레이트 페이스트는 페이스트상 또는 액체상 제산제중의 활성 성분으로서 직접 사용할 수 있다. 또한, 상기 마갈드레이트는 공지된 방법, 즉 분무 건조 또는 로울 건조법을 사용하여 건조시킬 수 있다.

본 발명의 방법에 있어서, 출발 재료의 선택은 중요하며(예를들면, 공업용 알루미늄(하이드라질라이트)가 사용되면 마갈드레이트가 형성되지 않음), 또한 반응 단계의 순서 역시 중요하다. 그러나, 간단한 예비 실험을 수행함으로써 반응 성분 선택 및 이들의 부가 순서를 어려움없이 결정할 수 있다.

통상적으로 앞서 언급한 바와 같이, 먼저 황산염 함유 성분을 활성 수산화 알루미늄에 부가하고, 이어서 산화 마그네슘을 주입한다. 상기 과정에 있어서, 산화 마그네슘 대신에 수산화 마그네슘이 사용된다면, 사용가능한 마갈드레이트가 제조되지 않는다.

수산화 마그네슘이 출발물질로서 사용된다면, 수산화 마그네슘만을 사용할 수도 있다. 만일 먼저 수산화 마그네슘을 황산염 함유 성분과 혼합하고, 이어서 활성 수산화 알루미늄과 혼합한다면, 사용가능한 탄산염 함유 마갈드레이트가 제조된다.

본 발명은 이제 하기의 실시예를 참고로 하여 좀더 상세히 설명하고자 한다 :

[실시예 1]

푸로펠러 교반기가 구비된 유리 비이커중에 10.26%의 Al_2O_3 를 함유하는 수산화 알루미늄 겔 페이스트(Alugel[®] A 611)261g을 장입하였다. 상기 페이스트는 실온에서 교반하면서 250ml의 물로 희석시켰다. 희석시킨 수산화 알루미늄 겔 페이스트를 약 8%의 Al_2O_3 함량 및 22.6%의 황산염 함량과 상응하는 35° Be의 밀도를 가지는 황산 알루미늄용액 120g과 혼합하였다. 육안으로 관찰가능한 CO_2 의 발생이 실질적으로 종료될때까지 반응혼합물의 교반을 계속하였는데, 대표적으로 약 10분의 시간이 소요된다. 이어서, 계속 교반하면서 310ml의 물을 부가한 후 70의 옥소가를 갖는 경질 산화 마그네슘 58.4g을 주입하였다. 산화 마그네슘을 혼입하는 동안 온도가 현저하게 상승하였다. 산화 마그네슘의 부가후 교반을 중단하고 상기 혼합물은 24시간동안 방치하였다. 반응혼합물은 용이하게 교반할 수 있으며 그의 점도를 개선시키기 위해 실험실 콜로이드 밀로 분쇄시켰다.

조심스럽게 건조시킨 현탁액 샘플은 엑스레이 조사법에 의해 시험하였다. 비교목적을 위하여 공지된 표준 마갈드레이트의 엑스레이 사진을 촬영하였다. 상기 두개의 엑스레이사진의 평가 및 비교는 신규 방법에 따라 마갈드레이트가 형성됨을 나타낸다 : (참조, 제1 및 2도). 이러한 변환이 실제 100%로 이루어졌다는 것은 무엇보다도 현탁액중의 용해가능한 황산염 함량을 측정함으로써 추정할 수 있다. (가용성)황산염 1.9% 이하의 값은 주입된 황산염의 주된 부분이 화학적으로 결합된 형태로 존재한다는 것을 나타낸다.

현탁액의 또다른 분석시험은 5.44%의 산화 마그네슘 함량, 3.64%의 Al_2O_3 함량, 0.007%의 나트륨 함량 및 9.1의 pH 값을 나타낸다. 현탁액중에서의 마갈드레이트 함량은 측정된 MgO 함량과 Al_2O_3 함량을 토대로하여 또는 부가된 황산염 양을 토대로하여 수학적으로 계산할 수 있다. 또다른 가능성은 현탁액을 105°C에서 증발시키고, 잔류물을 10% 이하의 잔류 수분 함량이 될때까지 건조시키는데에 있다. 다음에 기초가 되고 있으며 실제에서 대단히 잘 실증이 되며 상기의 정량과 잘 일치되고있는 하나의 방법은 산중화용량의 측정에 의한 함량의 결정이다.

상기 목적을 위하여 상기 결과 형성된 마갈드레이트 현탁액 10.0g을 칭량하고, 250ml의 유리 비이커 내에 충전하고 1N의 염산 30.0ml를 부가하면서 용액이 맑아질때까지 교반하였다. 이어서 1N 수산화 나트륨 용액을 사용하여 과량의 염산을 pH 3으로까지 재정정하였다. 1N의 염산의 산 소모량으로부터 마갈드레이트의 함량을 계산할 수 있다. 무수마갈드레이트 1g은 1N의 염산 28.3ml를 소모한다.

현탁액중의 무수마갈드레이트의 농도[%]는 인자 100으로 곱해지며 28.3으로 나누어진, 소모된 1N의 염산[ml]으로부터 계산할 수 있다. 따라서, 이 실시예에 의해 제조된 마갈드레이트 현탁액은 15.34%의 마갈드레이트 함량을 갖는다.

[실시예 2]

푸로펠러교반기가 구비된 유리 비이커중에서 H_2O 500ml중에 분말상 Alugel[®] 유형 A 215인 수산화 알루미늄 겔 분말 50.6g을 현탁시켰다. 이 현탁액중에 35° Be의 밀도로 황산 알루미늄용액 120g을 부가하였다. 약 10분의 교반시간 후, 상기 혼합물을 270ml의 물로 희석시켰다. 이어서, 90의 옥소가를 갖는 경질 산화 마그네슘 58.4g을 혼합하였다.

24시간동안 방치시킨 후 그동안 침전된 페이스트는 어려움없이 교반시킬 수 있다. 침강안정성 및 점도의 개선을 위하여, 이 현탁액은 마찬가지로 실험실 코로이드밀로 분쇄시켰다. 이러한 생성물은 실시예 1에서 제조한 현탁액에 비해 다소 낮은 점도를 가지며 심한 침강으로의 경향이 있다.

엑스레이 사진법의 이용은 실시예 1의 마갈드레이트의 경우에 비해 엑스선 스펙트럼이 덜 뚜렷하기는 하지만 마갈드레이트가 형성된다는 것을 나타낸다.

산 중화용량에 의하여 측정한 현탁액중의 마갈드레이트 함량은 13.74%이고, 실시예 1에서와 같은 방법에 따라 측정한 현탁액의 pH 값은 9.8이었다.

[실시예 3]

교반기가 구비된 유리 비이커중에서 85.9g의 분무 건조 수산화 알루미늄-탄산 마그네슘 결합 건조 겔(C 220유형)을 300ml의 물중에 현탁시켰다. Al_2O_3 함량은 약 42중량%이며 MgO 함량은 약 7중량%이다. 교반하면서 300ml의 물에 희석시킨 진한 황산 28.1g을 부가하였다. 10분동안 교반한 후 235ml의 물을 부가하고 이어서 30의 옥소가를 갖는 경질 산화 마그네슘 51.9g과 혼합하였다. 상기 혼합물은 24시간동안 방치하였다. 그 결과 형성된 침전물은 용이하게 교반할 수 있다. 상기 결과 가벼운 모래와 같은 특성을 가지는 묽은 액체와 같은 현탁액이 발생한다. 이러한 생성물은 침강안정성 및 점도의 개선을 위하여 실험실 콜로이드 밀로 분쇄시켰다.

엑스레이 사진법의 이용은 마갈드레이트가 형성됨을 명백하게 나타낸다. 산 중화 용량에 의하여 측정한 현탁액중의 마갈드레이트 농도는 14.77%이며 현탁액의 pH 값은 8.0이었다.

[실시예 4]

교반기가 구비된 비이커에 Al_2O_3 10.2%를 함유하는 수산화 알루미늄 겔 페이스트, 즉 Alugel[®] A 611 유형 357g을 먼저 장입하고, 이어서 물 150ml로 희석시켰다. 이어서, 375ml의 물에 용해시킨 황산 마그네슘 7수화물 69.5g을 부가하였다. 계속해서 교반하면서 70의 옥소가를 갖는 경질 산화 마그네슘 46.8g을 부가하였다. 상기 혼합물은 24시간동안 방치시키고 교반한 후 생성물의 점도를 개선시키기 위해 실험실 콜로이드 밀로 분쇄시켰다.

엑스레이 사진법의 이용은 마갈드레이트가 형성됨을 나타낸다. 산 중화 용량에 의하여 측정한 현탁액중의 마갈드레이트 농도는 15.52%이며 현탁액의 pH 값은 7.8이었다.

또다른 시험결과 상기 생성물은 1.9% 이상의 수용성 황산염 함량을 명백하게 나타낸다. 또한, 상기 현탁액의 CO_2 함량은 다른 조사 생성물의 현탁액의 CO_2 함량에 비해 현저히 증가됨을 나타낸다. 실제의 CO_2 함량은 주입된 수산화 알루미늄 겔에 의해 발생된 전체 CO_2 양에 대하여 1.6%에 상응한다.

[실시예 5]

교반기가 구비된 비이커에 10.2%의 Al_2O_3 를 함유하는 고점도의 수산화 알루미늄 겔 페이스트, 즉 Alugel[®], A 661유형 357g을 먼저 장입하고, 물 150ml로 희석하였다. 교반하면서 물 300ml로 희석시킨 진한 황산 28.1g을 부가하였다. 10분동안 교반한후 70의 옥소가를 갖는 경질 산화 마그네슘 58.4g을 부가하였다. 상기 혼합물을 24시간동안 방치하였다.

상기 결과 수득한 반응 혼합물은 용이하게 교반할 수 있지만 점도의 개선을 위하여 실험실-콜로이드 밀로 분쇄시켰다. 엑스레이 사진법의 이용은 마갈드레이트가 형성되었음을 명확하게 나타낸다. 산 중화 용량에 의해 측정한 현탁액중의 마갈드레이트 농도는 15.57%이며 현탁액의 pH 값은 8.2이다.

[실시예 6]

교반기가 구비된 150리터의 반응용기에 10.2%의 Al_2O_3 를 함유하는 수산화 알루미늄 겔 페이스트, 즉 Alugel[®] A 611 유형 38.8kg을 장입하였다. 이어서 교반하면서 35.6리터의 물로 희석시켰다. 이어서 교반하면서 35° $Bé$ 황산 알루미늄 용액 16.8kg을 부가하였다. 육안으로 관찰가능한 기체 발생이 종료될때까지 상기 혼합물을 교반하였다. 이어서, 70의 옥소가를 갖는 산화 마그네슘을 부가하고, 더욱 더 교반시켜 상기 혼합물중에 균일하게 분산시켰다. 온도가 약 60℃까지 상승하는 동안 상기 페이스트의 점도는 명확히 상승한다. 교반하면서 상기 페이스트를 실온으로 식혔다. 23중량%의 마갈드레이트 함량을 가지는 마갈드레이트 페이스트 100kg을 수득하였다. 분석과 엑스레이 사진법의 이용은 마갈드레이트가 형성되었음을 나타낸다.

상기 혼합물로부터 수득한 생성물의 점도는 보조재료가 여전히 직접 부가될 수 있는 정도이지만, 침강에 대하여 충분한 수송 안정성이 보증될 만큼 그렇게 높게 놓여진다.

이 실시예는 신규한 방법을 사용하여 23중량%의 마갈드레이트 농도를 얻을 수 있음을 나타낸다. 제시된 바와 같이 25 내지 30%의 농도 역시 얻을 수 있다. 그러나, 상기 농도에서는 페이스트가 좀더 높은 점성을 갖는다.

[실시예 7]

교반기가 구비된 스테인레스강으로된 반응용기내에서 11.37%의 Al_2O_3 를 함유하는 수산화 알루미늄 겔 페이스트, 즉 Alugel[®] A 611 유형 3278kg을 먼저 장입하고, 실온에서 교반하면서 5500리터의 물로 희석시켰다. 교반을 계속하면서 35° $Bé$ 의 황산 알루미늄 용액 1566kg을 부가시켰다. 기체발생이 완전히 완결되기까지, 즉 현탁액이 표면에서 육안으로 기체발생을 더 이상 관찰할 수 없을때까지 교반을 계속하였다. 이어서 20의 옥소가를 갖는 중간정도의 무거운 산화 마그네슘 750kg을 부가하였다. 현탁액의 온도는 약 60℃로 상승하였다. 교반하면서 현탁액을 냉각시켰다. 19% 마갈드레이트를 함유하는 상기 결과 얻어진 마갈드레이트 현탁액의 점도는 분무건조기 또는 다른 적당한 건조기에 직접 펄핑될 수 있는 것이다.

330℃의 유입온도와 115℃의 배출온도에서 분무건조를 수행한 결과 분말상 마갈드레이트 2100kg을 수득하였다.

성상

백색의, 무취의, 결정상 분말.

감정

a) 마그네슘-포지티브

b) 알루미늄-포지티브

c) 엑스레이회절 스펙트럼 0.18 내지 2.20nm의 범위에 있는 공지된-마갈드레이트-참조-표준의 것에 상응함.

용해성

물과 알코올에는 불용성이며 희석된 무기산에는 용해됨.

마그네슘(MgO)

31.18%

알루미늄(Al_2O_3)

21.03%

수분함량

105℃에서 3시간, 3.97%

나트륨(Na)

0.07

수용성의 클로라이드(Cl)

미량

수용성의 황산염(SO_4)

<1.9%

아소(As)

<8ppm

(Pb와 같은) 중금속

<60ppm

대장균

검출되지 않음.

이 제품은 공지된 요구사항을 충족시킨다.

[실시에 8]

교반기가 구비된 비이커에 30.5중량%의 $Mg(OH)_2$ 를 함유하는 수산화 마그네슘 페이스트, 즉

Gilumag[®] D 611 67.6g을 먼저 장입하였다. 상기 혼합물내에 8% 황산 알루미늄 용액 28.25g을 부가 하였다. 상기 결과 고점도의 페이스트가 얻어지는데, 이를 교반하면서 91.7ml의 물로 희석시켰다. 상기 결과 얻어진 잘 혼합된 현탁액은 10.2%의 Al_2O_3 를 함유하는 수산화 알루미늄 겔 페이스트(A 611) 62.4g과 혼합하였다. 24시간동안 방치시킨후 잘 교반할 수 있는 페이스트를 수득하였다. 형성된 마갈드레이트는 약간 모래와 같은 특성을 가지며 침강한다. 이러한 생성물은 차후에 분쇄시킴으로써 균일화 할 수 있다.

페이스트의 마갈드레이트 농도는 15.5중량%이며 건조된 생성물중에서 용해가능한 황산염 함량은 1.7%이다. 페이스트의 MgO 함량은 5.70%이고 Al_2O_3 함량은 3.60%이며 결합된 SO_4 함량은 2.55%이다.

(57) 청구의 범위

청구항 1

화학식 $Al_5Mg_{10}(OH)_{31}(SO_4)_2 \cdot xH_2O$ 의 마갈드레이트의 제조방법에 있어서, 물의 존재하에서 황산염-함유 수산화 알루미늄 겔을 수용성 황산염 함유 화합물 및 20 내지 100의 옥소가를 갖는 산화 마그네슘 및/또는 수산화 마그네슘과 화학양론적 양으로 반응시키고, 상기 결과 형성된 마갈드레이트 페이스트를 더욱 더 건조시킴을 특징으로 하는 마갈드레이트의 제조방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 활성 수산화 알루미늄과 황산염 함유 화합물의 반응이 7이하의 pH에서 수행됨을 특징으로 하는 방법.

청구항 3

제1 또는 2항에 있어서, 황산염 함유 화합물로서 황산 알루미늄 및 황산이 부가됨을 특징으로 하는

방법.

청구항 4

제1항에 있어서, 황산염 함유 화합물로서 황산 알루미늄이 부가됨을 특징으로 하는 방법.

청구항 5

제1 또는 2항에 있어서, 황산염 함유 화합물로서 황산 마그네슘 및 황산이 부가됨을 특징으로 하는 방법.

청구항 6

제1항에 있어서, 수산화 알루미늄으로서 탄산염 함유 수산화 알루미늄이 부가됨을 특징으로 하는 방법.

청구항 7

제1항에 있어서, 수산화 알루미늄으로서 수산화 알루미늄-탄산 마그네슘 겔이 부가됨을 특징으로 하는 방법.

청구항 8

제1항에 있어서, 활성 수산화 알루미늄 현탁액에 황산 알루미늄 용액 화학양론적 양을 부가하면서 격렬히 혼합하고, 이산화탄소의 발생이 종료된 후 20 내지 100의 옥소가를 가지는 산화 마그네슘 화학양론적양을 상기 반응혼합물에 부가하고, 10 내지 24시간 방치시킨 후 형성된 마갈드레이크 페이스트를 분말상 마갈드레이크로 건조시킨 후 추가로 가공함을 특징으로 하는 방법.

도면

도면1

실시예1 -마갈드레이크

