

(19)대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(51) Int. Cl.⁶
A23K 1/16

(45) 공고일자 2005년03월10일
(11) 등록번호 10-0476150
(24) 등록일자 2005년03월03일

(21) 출원번호	10-1999-7002712	(65) 공개번호	10-2000-0068667
(22) 출원일자	1999년03월29일	(43) 공개일자	2000년11월25일
번역문 제출일자	1999년03월29일		
(86) 국제출원번호	PCT/FR1998/001743	(87) 국제공개번호	WO 1999/07237
국제출원일자	1998년08월05일	국제공개일자	1999년02월18일

(81) 지정국

국내특허 : 알바니아, 아르메니아, 오스트리아, 오스트레일리아, 아제르바이잔, 보스니아 헤르체고비나, 바르바도스, 불가리아, 브라질, 벨라루스, 캐나다, 스위스, 중국, 쿠바, 체코, 독일, 덴마크, 에스토니아, 스페인, 핀란드, 영국, 그루지야, 헝가리, 이스라엘, 아이슬란드, 일본, 케냐, 키르기스스탄, 북한, 대한민국, 카자흐스탄, 세인트루시아, 스리랑카, 리베리아, 레소토, 리투아니아, 룩셈부르크, 라트비아, 몰도바, 마다가스카르, 마케도니아 공화국, 몽고, 말라위, 멕시코, 노르웨이, 뉴질랜드, 슬로베니아, 슬로바키아, 타지키스탄, 투르크멘, 터키, 트리니다드토바고, 우크라이나, 우간다, 미국, 우즈베키스탄, 베트남, 폴란드, 포르투갈, 루마니아, 러시아, 수단, 스웨덴, 싱가포르, 가나, 세르비아 앤 몬테네그로, 짐바브웨, 시에라리온, 인도네시아, 감비아, 크로아티아,

AP ARIPO특허 : 레소토, 말라위, 수단, 스와질랜드, 우간다, 케냐, 가나, 짐바브웨, 감비아,

EA 유라시아특허 : 아르메니아, 아제르바이잔, 벨라루스, 키르기스스탄, 카자흐스탄, 몰도바, 러시아, 타지키스탄, 투르크멘,

EP 유럽특허 : 오스트리아, 벨기에, 스위스, 독일, 덴마크, 스페인, 프랑스, 영국, 그리스, 아일랜드, 이탈리아, 룩셈부르크, 모나코, 네덜란드, 포르투갈, 스웨덴, 핀란드, 사이프러스,

OA OAPI특허 : 부르키나파소, 베닌, 중앙아프리카, 콩고, 코트디부아르, 카메룬, 가봉, 기니, 말리, 모리타니, 니제르, 세네갈, 차드, 기니 비사우, 토고,

(30) 우선권주장 97/10250 1997년08월06일 프랑스(FR)

(73) 특허권자 로디아 쉬미
프랑스 에프-92512 블로뉴-빌랑꾸르 세텍스 게 알퐁스 르 갈로 26

(72) 발명자 비요장-프랑소와
프랑스에프-69540이리니앵빠스상뜨메를르4

(74) 대리인 특허법인코리아나

심사관 : 박영관

(54) 침강 실리카 기재 지지체 상에 흡수된 액체 함유 조성물

명세서

본 발명은 침강 실리카 기재 지지체 상에 흡수된 액체, 특히 동물 사료용 액체 보충물을 함유하는 조성물에 관한 것이다.

또한 상기 실리카의 액체용 지지체로서의 용도에 관한 것이다.

액체, 특히 동물 사료 첨가제를 고체 지지체, 특히 실리카 지지체 상에서 상태조정(condition)하는 것이 공지되어 있다. 상기 상태조정의 목적은 일반적으로 취급할 수 없는 또는 취급이 쉽지 않은 액체를 용이하게, 예컨대 백(bag) 내에 저장할 수 있고, 더욱 바로 취급될 수 있는 유동 분말로 전환하여, 쉽게 분산가능하고, 기타 분열된 고체 구성요소와 쉽게 혼합할 수 있도록 한다.

하기 설명에서, 상태조정된 조성물이란 용어는 이와 같이 수득된 조성물, 즉 실리카 지지체 상에 흡수된 액체를 의미하는데 사용될 것이다.

상기 상태조정된 조성물은 취급이 용이하며, 이는 유동도가 높고 미분(dust) 형성이 거의 없음을 의미한다. 이는 또한 활성 물질(액체)을 매우 큰 비율로 함유하며, 높은 밀도를 갖는다. 상기 각종 요구는 때때로 모순되며, 종종 선행기술의 실리카 지지체에 의해서는 실행되지 않는다.

따라서, 본 발명의 주요 목적은 유리하게는 높은 유동도를 가지면서, 미분이 매우 적게 생성되거나 또는 생성되지 않고, 높은 밀도를 갖는 상태조정된 조성물의 신규 형태를 제공한다.

이러한 목적을 위해, 출원인은 특히 무엇보다도, 실질적으로 구(球)형 비드로서 제시되는 매우 특징적인 형태 및 비교적 높은 평균 입자 직경을 갖는 침강 실리카를 액체, 특히 비타민 E (또는 그의 아세테이트) 용 지지체로서 사용하는 것이 특히 만족스럽다는 것을 발견하였다.

하기 설명에서, 평균 입자 직경은 표준규격 NF X 11607 (1970년 12월) (NF는 "Standard French"의 약어이며, X 및 후술되는 T 등은 각 표준의 명칭에 해당함)에 따라 건조 선별하고 50% 누적 잔류물에 상응하는 직경을 측정함으로써 측정한다.

충전 밀도 (PFD)는 표준규격 NF T 30-042에 따라 측정한다.

DOP 오일 흡수가(실리카 100g을 습윤시키는데 필요한 디옥틸프탈레이트의 양)는 표준규격 NF T 30-022 (1953년 3월)에 따라 디옥틸프탈레이트를 사용하여 측정한다.

주어진 세공 부피는 수는 세공대칭에 의해 측정하며; 각 샘플은 하기와 같이 제조할 수 있다: 각 샘플은 200°C 오븐에서 2시간 동안 예비건조한 다음, 오븐에서 제거한 후, 5분 이내에 시험 용기에 넣고, 예컨대 회전 밸브 펌프를 사용하여 진공 하에 탈기시키고; 세공 직경을 140°의 접촉각 θ 와 484 dynes/cm의 표면장력 γ 의 WASHBURN 관계식을 사용하여 계산한다 (MICROMERITICS 9300 porosimeter).

BET 비표면적은 "The journal of the American Chemical Society" (Vol.60, p309, 1938년 2월)에 기재된 BRUNAUER-EMMET-TELLER 법 및 표준규격 NF T 45007 (1987년 11월)에 따라 측정한다.

CTAB 비표면적은 표준규격 NF T 45007 (1987년 11월) (5.12)에 따라 측정된 외부 표면적이다.

상태조정된 조성물의 유동 시간 t_f 는 그 유동성을 나타내는 것으로, 검량구, 실린더 직경 50 mm, 실린더 높이 64 mm, 원추각 53°, 원추바닥에서 통로 직경 8 mm를 갖는 유리 호퍼를 통해 생성물 50 g을 통과시킴으로써 측정한다. 본 발명에 따라서, 그 바닥이 폐쇄된 호퍼를 생성물 50 g을 사용하여 충전한 다음, 그 바닥을 개방하고, 상기 50 g이 모두 통과하여 유동한 후에, 통과 시간을 생성물의 유동 시간 t_f 라 한다.

경사각(실리카를 기울일시 유동되기 시작하는 시점의 각도)은 표준 NF T 20-221에 따라 측정한다.

본 발명에 따른 조성물은 침강 실리카를 함유하는 지지체 상에 흡수된 하나 이상의 액체를 포함하고, 상기 침강 실리카는 실질적으로 구형 비드 형태이며, 하기를 갖는다:

- 평균 비드 직경 150 μm 초과,
- 충전 밀도 (PFD) 0.29 g/ml 초과,
- 75 μm 체 잔류물(oversize) 92 중량% 이상.

본 발명에 따라 상태조정된 조성물에 사용된 침강 실리카는 실질적으로 구형 비드로 제시되는 매우 특이적인 형태이다.

상기 비드의 평균 크기는 150 μm 초과, 유리하게는 200 μm 이상이며; 일반적으로 320 μm 이하, 바람직하게는 300 μm 이하이고; 200 내지 290 μm , 특히 210 내지 285 μm 일 수 있으며, 예컨대 215 내지 280 μm 이다. 이 크기는 특히 260 내지 280 μm 일 수 있다.

상기 침강 실리카는 비교적 높은 밀도를 갖는다: 그 충전 밀도 (PFD)는 0.29 g/ml 초과이며, 바람직하게는 0.30 g/ml 이상, 특히 0.31 g/ml 이상이며, 0.32 g/ml 이상일 수 있다.

이 실리카는 75 μm 체 잔류물이 92 중량% 이상, 바람직하게는 93 중량% 이상이며, 이는 92 중량% 이상, 바람직하게는 93 중량% 이상의 실리카 입자가 75 μm 메쉬크기를 갖는 체 위에 잔류한다는 것이다.

따라서, 상기 실리카는 미세입자를 낮은 중량비율로 갖는다.

더욱 바람직하게는 75 μm 체 잔류물은 94 중량% 이상, 특히 95 중량% 이상이며; 예컨대 96 중량% 이상 또는 심지어 97 중량% 이상일 수도 있다. 일반적으로 98 중량% 이하, 특히 97.5 중량% 이하이다.

따라서, 본 발명에 따른 상태조정된 조성물에 사용된 침강 실리카는 미분이 거의 없다.

일반적으로, 이것은 250 ml/100 g 이상, 바람직하게는, 250 내지 280 ml/100 g 의 오일 흡수가 (DOP) 를 갖는다. 이는 255 내지 275 ml/100 g, 예컨대 255 내지 270 ml/100 g 일 수 있다.

상기 실리카는 일반적으로 1 μm 미만의 직경을 갖는 세공으로 이루어진 세공 부피 (V_{dl}) 이 1.95 cm^3/g 미만, 특히 1.90 cm^3/g 미만이다.

이것의 BET 비표면적은 일반적으로 140 내지 240 m^2/g , 특히 140 내지 200 m^2/g 이며, 예컨대 150 내지 190 m^2/g 이다. 이는 특히 160 내지 170 m^2/g 일 수 있다.

이것의 CTAB 비표면적은 140 내지 230 m^2/g , 특히 140 내지 190 m^2/g 일 수 있다. 예컨대 150 내지 180 m^2/g , 특히 150 내지 165 m^2/g 이다.

이것은 일반적으로 낮은 수분함량을 가지며; 그 수분 함량 (2 시간 동안 105 $^{\circ}\text{C}$ 에서 건조시 감소) 은 바람직하게는 5 중량% 미만이다.

유리하게는, 본 발명에 따른 조성물에 사용된 실리카를 침강에 의해 수득된 실리카 현탁액을 노즐 분무기를 사용하여 건조시킴으로써 생성한다. 바람직하게는, 건조될 상기 실리카 현탁액은 22 내지 24 중량%, 바람직하게는 22.5 내지 23.5 중량% 의 고체 함량을 갖는다.

상기 실리카는 실리케이트와 산성화제를 반응시키는 것을 포함하는 유형의 방법에 따라 제조할 수 있으며, 이 방법에 의해 침강 실리카 현탁액을 수득하고, 이어서 상기 현탁액은 노즐 분무기를 사용해 분리 및 건조시키며, 침강은 상기 방법에 의해 수행한다:

- 1) 반응에 사용된 실리케이트 총 양의 적어도 일부를 함유하는 초기 원액이 형성되며, 일반적으로, 하나 이상의 전해질에서, 상기 초기 원액 내의 실리케이트 농도 (SiO_2 로서 표현) 는 100 g/l 미만, 특히 90 g/l 미만이며, 상기 초기 원액 중의 전해질 농도 (예컨대 소듐 설페이트) 는 17 g/l 미만, 예컨대 14 g/l 미만이며,
- 2) 산성화제를 상기 원액에 반응 매질의 pH 가 약 7 이상, 일반적으로 약 7 내지 8 이 될 때까지 첨가하며,
- 3) 산성화제를, 적절하게는 실리케이트의 잔존량과 함께 동시에 반응 매질에 첨가하여, 건조될 현탁액이 22 내지 24 중량%, 특히 22.5 내지 23.5 중량% 의 고체함량을 갖도록 한다.

일반적으로, 문제의 공정은 침강에 의한 실리카 합성 공정, 즉 산성화제가 특정 조건 하에서 실리케이트와 반응하는 것이다.

산성화제 및 실리케이트의 선택은 공지된 방법으로 이루어진다.

일반적으로 사용된 산성화제는 황산, 질산 또는 염산과 같은 강 무기산 또는 아세트산, 포름산 또는 탄산과 같은 유기산임을 상기할 수 있다.

산성화제는 희석 또는 농축되어 사용될 수 있으며; 규정농도는 0.4 내지 8 N, 예컨대 0.6 내지 1.5 N 이다.

특히, 산성화제가 황산인 경우, 그 농도는 40 내지 180 g/l, 예컨대 60 내지 130 g/l 일 수 있다.

실리케이트의 임의의 통상적인 형태, 예컨대 메타실리케이트, 디실리케이트 및 유리하게는 알칼리 금속 실리케이트, 특히 소듐 또는 포타슘 실리케이트가 실리케이트로서 또한 사용될 수 있다.

실리케이트는 40 내지 330 g/l, 특히 60 내지 300 g/l, 예컨대 60 내지 250 g/l 의 농도(실리카로서 표현)를 가질 수 있다.

일반적으로 황산이 산성화제로서 사용되며, 소듐 실리케이트가 실리케이트로서 사용된다.

소듐 실리케이트가 사용되는 경우에, 일반적으로 $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ 중량비는 2 내지 4 이며, 예컨대 3.0 내지 3.7 이다.

초기 원액은 일반적으로 전해질을 포함한다. 전해질이란 용어는 여기에서는 통상의 의미로 이해하도록 하며, 즉, 용액 내에서 분해 또는 해리되어 이온 또는 하전된 입자를 형성하는 이온 또는 분자 물질을 가르킨다. 언급될 수 있는 전해질의 예는 알칼리 및 알칼리 토금속 염으로 이루어진 군의 염, 특히, 원료 실리케이트 및 산성화제의 금속 염, 예컨대 소듐 실리케이트와 염산이 반응하는 경우, 소듐 클로라이드 또는 바람직하게는 소듐 실리케이트와 황산이 반응하는 경우 소듐 술페이트를 포함한다.

반응에 사용된 실리케이트의 총 양의 일부만을 포함하는 원료 원액의 (바람직한) 경우에, 산성화제 및 실리케이트 잔존량의 첨가가 단계 (3) 에서 동시에 수행된다.

상기 동시 첨가는 바람직하게는 pH 가 연속적으로 단계 (2) 의 말기에 이른 값과 동등하도록 (+/- 0.2 이내) 수행한다.

일반적으로, 연속적인 단계에서, 산성화제의 추가량이 반응 매질에 첨가되며, 바람직하게는 수득된 반응 매질의 pH 가 3 내지 6.5, 특히 4 내지 6.5 에 이르도록 한다.

산성화제의 추가량 첨가 후에, 반응 매질을 숙성시키는 것이 유리할 수 있으며, 이 숙성은 예컨대 2 내지 60 분, 특히 3 내지 20 분 동안 지속가능하다.

반응에 사용된 실리케이트의 총 양을 함유하는 원료 원액의 경우, 산성화제는 바람직하게는 단계 (3) 에, 반응 매질의 pH 가 3 내지 6.5, 특히 4 내지 6.5 의 값을 수득할 때까지 첨가할 수 있다.

단계 (3) 후에, 반응매질을 숙성시키는 것이 유리하며, 이 숙성은 예컨대 2 내지 60 분, 특히 3 내지 20 분 동안 지속가능하다.

반응 매질의 온도는 일반적으로 70 내지 98°C 이다.

진행 변화에 따라, 반응은 항온, 바람직하게는 80 내지 95°C 에서 수행한다.

또다른 (바람직한) 진행 변화에 따라, 반응 말기의 온도가 반응 초기보다 높으며: 따라서, 반응의 초기 온도는 바람직하게는 70 내지 95°C 로 유지하며, 이어서 온도는 바람직하게는 80 내지 98°C 로 증가하고, 이 값이 반응 말기까지 유지된다.

상기 기술한 단계의 말기에 실리카 브로스가 수득되고, 이어서 분리된다 (액체/고체 분리).

일반적으로, 상기 분리는 압축 수단이 장치된 필터를 사용한 여과 및 세척으로 이루어진다.

상기 필터는 압축을 수행하는 롤러가 장치된 벨트 필터일 수 있다.

물론, 상기 필터는 바람직하게는 필터 프레스이며, 이어서, 분리는 일반적으로 상기 필터를 사용한 여과, 세척 및 이어서 압축으로 이루어진다.

이러한 방법으로 회수된 침강 실리카의 현탁액 (필터 케이크) 은 이어서 노즐 분무기를 사용하여 분무-건조한다.

이러한 현탁액은 건조되기 직전에 22 내지 24 중량%, 특히 22.5 내지 23.5 중량% 의 고체 함량을 갖는 것이 매우 유리하다.

필터 케이크는 높은 점도를 갖기 때문에 분무화를 위한 항상 적당한 형태는 아님을 주의해야 한다. 공지된 방법 그 자체에서, 케이크는 이어서 파쇄 조작을 수행한다. 상기 조작은 케이크를 콜로이드 또는 공 형태의 밀에 통과시킴으로써 수행할 수 있다. 파쇄는 일반적으로 알루미늄 화합물, 특히 소듐 알루미늄에이트의 존재 하에 수행한다. 파쇄 조작은 특히 계속해서 건조될 현탁액의 점도를 낮출 수 있다.

따라서 본 출원인은 실질적으로 구형이며 조밀한 비드로서 제시되는 특정 형태 및 비교적 큰 평균 입자 크기를 갖는 상기 정의한 바와 같은 침강 실리카가 유통도가 매우 높고, 미분이 적게 생성되며, 액체의 상태조정에 특히 적합하다는 것을 발견하였다.

언급할 수 있는 액체의 예는, 특히 유기산과 같은 유기 액체, 예컨대 세제에 사용된 계면활성제, 술포네이트와 같은 이온성 유형 또는 알코올과 같은 비이온성 유형, 고무용 유기 첨가제 및 살충제를 포함한다. 방부제 (특히 인산, 프로피온산), 향료 및 착색제가 또한 액체로서 사용될 수 있다.

본 출원인은 상기 침강 실리카가 액체 형태의 영양 보충물, 특히 동물 사료의 상태조정에 적합하다는 것을 발견하였다.

따라서, 본 발명에 따른 상태조정된 조성물에 함유된 액체는 바람직한 동물 사료용 액체 보충물이다. 특히 콜린, 이의 클로라이드 염, 비타민 A, B, C, D, K 와 같은 비타민 및 바람직하게는 비타민 E (또는 그의 아세테이트) 를 언급할 수 있다.

상기 침강 실리카 기재 지지체 상에 액체를 흡수시키는 조작은 통상의 방법, 특히 혼합기 내에서 실리카 상에 액체를 분무하는 것에 의해서 수행할 수 있다.

흡수되는 액체의 양은 일반적으로 목적하는 용도에 의존하나, 본 발명에 따른 조성물은 통상적으로 특히 비타민 E (또는 그의 아세테이트)의 경우, (조성물 총 중량에 대해) 50 중량% 이상, 특히 50 내지 65 중량%, 더욱 특히 50 내지 60 중량% 를 가지며; 예컨대 52 내지 56 중량% 일 수 있다.

특히 콜린의 클로라이드 염의 경우에 높은 액체 함량을 사용할 수 있다.

상기 언급한 특성을 갖는 침강 실리카의 존재로 인하여, 본 발명에 따른 상태조정된 조성물은 유리하게는 미분이 매우 적거나 또는 거의 없으며, 우수한 유동도를 갖고, 상기 특성은 높은 밀도와 결합한다.

따라서, 바람직하게는 상기 침강 실리카는 본 조성물에, 특히 비타민 E (또는 그의 아세테이트)의 경우에, 75 μm 체 잔류물 97 중량% 이상, 특히 98 중량% 이상을 제공한다. 특히 비타민 E (또는 그의 아세테이트)의 경우에, 상기 비율은 바람직하게는 99 중량% 이상, 예컨대 99.5 중량% 이상 또는 심지어 99.7 중량% 이상이며; 심지어 99.8 중량% 이상일 수 있다. 본 조성물은 따라서, 미세한 입자를 매우 낮은 중량비율로 갖는다. 따라서 미분이 적거나 없다.

또한, 본 발명에 따른 상태조정된 조성물은, 특히 비타민 E (또는 그의 아세테이트)의 경우에, 바람직하게는 10 초 미만, 특히 9 초 미만, 예컨대 8 초 이하의 유동 시간 t_f (통로직경 8 mm 에 대한 생성물 50 g 에 대해 측정) 를 가지며, 이는 유동성이 우수함을 나타낸다.

본 발명의 조성물의 경사각은 특히 비타민 E (또는 그의 아세테이트)의 경우에, 일반적으로 31°이하인 것을 유지할 수 있으며, 30°미만일 수 있다.

본 발명에 따른 상태조정된 조성물은 특히 비타민 E (또는 그의 아세테이트)의 경우, 일반적으로 0.63 g/ml 이상, 예컨대 0.65 g/ml 이상의 충전 밀도 (PFD) 를 가질 수 있으며, 상기 값은 0.70 g/ml 이상일 수 있다.

본 발명은 또한 상기 기재한 바와 같이, 예컨대 상기 언급한 액체의 하나와 같은 액체용 지지체로서 침강 실리카의 용도에 관한 것이다. 하기 실시예는 본 발명을 예시하나 그 범주를 한정하지는 않는다.

실시예

1) 하기 성분을 추진기 교반 장치 및 가열 장치 자켓이 장치된 스테인레스강 반응기에 도입한다:

- 물 345 l
- Na_2SO_4 7.5 kg
- 수성 소듐 실리케이트 586 l

($\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ 중량비 3.5, 20°C 에서 밀도 1.133).

초기 원액 내에 SiO_2 로서 표현된 실리케이트 농도는 따라서 85 g/l 이다. 이어서, 혼합물을 계속 교반하면서 79°C 까지 가열한다. 20°C 에서 밀도 1.050 을 갖는 묽은 황산 386 l를 pH 8.0 (매질 온도에서 측정된 값) 이 반응 매질 내에 수득될 때까지 도입한다. 반응 온도는 초기 25 분 동안은 79°C 이며; 이어서 15 분 동안 79 내지 86°C 로 증가하고, 반응 말기까지 86°C 가 유지된다.

상기 기재한 유형의 수성 소듐 실리케이트 83 l 및 또한 상기 기재한 유형의 황산 134 l 를 반응 매질에 함께 도입하며 (즉, 반응 매질의 pH 가 8.0 의 값을 가질 때까지), 이 산 및 실리케이트의 동시 도입은 도입 기간 내내 매질의 pH 가 연속적으로 8.0 ± 0.1 이 되도록 수행한다. 모든 실리케이트를 도입한 다음, 묽은 산을 9 분 동안 계속 도입하여 반응 매질의 pH 가 5.2 가 되도록 한다. 산의 도입 후, 수득한 반응 브로스를 5 분 동안 계속 교반한다.

총 반응시간은 119 분이다.

따라서, 침강 실리카 브로스 또는 현탁액을 수득하며, 이어서 수직 플레이트 (가압 공기를 도입함으로써 필터 케이크를 압축시킬 수 있는 변형가능한 격막이 장치되어 있다) 를 갖는 필터 프레스를 사용하여 7.5 bar 의 압력에서 필요한 시간 동안 여과 및 세척하여, 점화시 손실이 77.1 % (따라서 고체 함량 22.9 중량%) 인 실리카 케이크를 수득한다.

이어서, 수득한 케이크를 기계적 또는 화학적 작용에 의해 유동화한다 (Al/SiO_2 중량비 3000 ppm 에 상응하는 소듐 알루미늄염 양 첨가). 상기 과쇄 조작 후에, pH 6.6 을 갖는 생성 브로스를 노즐 분무기를 사용하여 건조시킨다.

수득한 침강 실리카 P1 은 실질적으로 구형 비드 형태이며, 하기 부가 특성을 갖는다:

- 평균 입자 직경 270 μm

- PFD 0.31 g/ml
- 75 μ m 체 잔류물 96.7 %
- DOP 오일 흡수가 265 ml/100 g
- $d < 1 \mu$ m 를 갖는 세공으로 이루어진 세공 부피 (V_{dl}) $< 1.90 \text{ cm}^3/\text{g}$
- BET 비표면적 165 m^2/g
- CTAB 비표면적 156 m^2/g

2) 비타민 E 를 1) 에서 제조한 실리카 P1 에 의해 형성된 지지체 상에 공급한다.

20 rpm 으로 회전하며, 1900 rpm 으로 회전하는 내부 축을 갖고, 비타민 E 가 분무되는 플레이트가 장치되어 있으며, 방출 블레이드가 고정된 7- ℓ V 혼합기 내에서 비타민 E 를 지지체 상에 공급한다.

모든 실리카 P1 을 혼합기에 도입한 다음, 비타민 E 를 실리카 상에 분무한다 (온도 70°C 및 100 ml/분의 속도). 15 분 동안 혼합을 수행한 다음, 부가로 2 분 동안 균질화를 수행한다.

이어서, 수득한 상태조정된 조성물은 45 중량% 의 침강 실리카 P1 및 55 중량% 의 비타민 E 를 함유하며, 하기 부가 특성을 갖는다:

- 75 μ m 체 잔류물 99.7 %
- 유동 시간 t_f 8 초
- 경사각 29.9°
- PFD $> 0.65 \text{ g/ml}$

따라서, 실질적으로 구형 비드 형태인 침강 실리카 지지체 기재 상기 상태조정된 조성물은 매우 높은 유동성 (구체적으로, 짧은 유동 시간 t_f 을 갖는 것을 말함) 를 가지며, 무시할만한 양의 미분 (구체적으로, 75 μ m 체 잔류물의 양이 매우 많은 것을 말함) 을 생산하는 한편, 높은 밀도를 갖는다.

(57) 청구의 범위

청구항 1.

침강 실리카를 함유하는 지지체 상에 흡수된 하나 이상의 액체를 포함하는 상태조정된 조성물로서, 상기 실리카가 실질적으로 구형 비드 형태이며, 하기를 갖는 것을 특징으로 하는 조성물:

- 200 내지 320 μ m의 평균 비드 크기,
- 0.30 g/ml 이상의 충전 밀도 (PFD),
- 92 내지 98 중량%의 75 μ m 체 잔류물,
- 250 내지 280 ml/100 g의 DOP 오일 흡수가.

청구항 2.
삭제

청구항 3.
삭제

청구항 4.

제 1 항에 있어서, 실리카가 93 내지 98 중량%의 75 μ m 체 잔류물을 갖는 것을 특징으로 하는 조성물.

청구항 5.
삭제

청구항 6.

제 1 항에 있어서, 실리카가 1 μm 미만의 직경을 갖는 세공으로 이루어진 세공 부피 (V_{dl}) 1.95 cm^3/g 미만을 갖는 것을 특징으로 하는 조성물.

청구항 7.

제 1 항에 있어서, 실리카가 노즐 분무기를 사용하여 침강에 의해 수득된 실리카 현탁액을 건조시킴으로써 수득되는 것을 특징으로 하는 조성물.

청구항 8.

제 7 항에 있어서, 건조 전에 실리카 현탁액이 22 내지 24 중량%의 고체 함량을 갖는 것을 특징으로 하는 조성물.

청구항 9.

제 1 항에 있어서, 조성물이 50 내지 65 중량%의 액체 함량을 갖는 것을 특징으로 하는 조성물.

청구항 10.

제 1 항에 있어서, 액체가 동물 사료용 방부제, 향료, 착색제 또는 액체 보충물인 것을 특징으로 하는 조성물.

청구항 11.

제 1 항에 있어서, 액체가 비타민 E 또는 비타민 E 아세테이트인 것을 특징으로 하는 조성물.

청구항 12.

제 1 항에 있어서, 조성물이 97 내지 98중량%의 75 μm 체 잔류물을 갖는 것을 특징으로 하는 조성물.

청구항 13.

제 1 항에 있어서, 조성물이 50 g 및 통로 직경 8 mm 에 대해 10 초 미만의 유동 시간 t_f 를 갖는 것을 특징으로 하는 조성물.

청구항 14.

삭제

청구항 15.

삭제

청구항 16.

삭제

청구항 17.

삭제

청구항 18.

삭제

요약

본 발명은 침강 실리카를 함유하는 지지체 상에 흡수된 하나 이상의 액체를 포함하는 상태조정된 조성물에 관한 것이며, 상기 실리카는 실질적으로 구형 비드의 형태이며, 150 μm 초과와 평균 펠렛 크기; 0.29 g/ml 초과와 조밀한 상태의 충전밀도 (DRT); 92 wt% 이상의 75 μm 메쉬구경의 격자에 대한 체잔류물(oversize)을 갖는다. 본 발명은 또한 액체용 지지체로서 상기 실리카의 용도에 관한 것이다.