

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



[12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200710130650.8

[51] Int. Cl.

C01G 1/00 (2006.01)

C01F 7/00 (2006.01)

C01F 5/24 (2006.01)

A61K 33/10 (2006.01)

A61P 1/00 (2006.01)

[43] 公开日 2009 年 1 月 14 日

[11] 公开号 CN 101343078A

[22] 申请日 2007.7.12

[21] 申请号 200710130650.8

[71] 申请人 一洋药品株式会社

地址 韩国京畿道龙仁市

[72] 发明人 李济亨

[74] 专利代理机构 北京路浩知识产权代理有限公司

代理人 谢顺星

权利要求书 1 页 说明书 5 页 附图 2 页

[54] 发明名称

铝碳酸镁的制备方法

[57] 摘要

本发明涉及一种化学式 1 所示的作为胃肠疾病的治疗剂的有用的决定性化合物铝碳酸镁 (Aluminum Magnesium hydroxy Carbonate) 的新制备方法。

1、一种铝碳酸镁的制备方法，其包括步骤：

将氢氧化钠加温后用于溶解不溶性铝盐，生成铝酸钠；

将铝酸钠与 CO_2 反应，得到碳酸氢铝凝胶和碳酸钠或碳酸氢钠；

在上述碳酸氢铝凝胶及碳酸钠或碳酸氢钠的混合物中同时加入水溶性镁盐和氢氧化钠，从而得到氢氧化镁；

对上述反应液的温度加温生成铝碳酸镁；

对生成的铝碳酸镁进行洗涤和干燥。

2、根据权利要求 1 的制备方法，其特征在于，

按照 100 重量份铝碳酸镁计，对 35-45 重量份的 50%氢氧化钠进行加热后，向其中添加 15-17 重量份的含 50-60%氧化铝的不溶性铝盐进行反应，来得到铝酸钠；

将上述铝酸钠与 10-50 重量份的 CO_2 反应，得到碳酸氢铝凝胶和碳酸钠或碳酸氢钠；

将上述碳酸氢铝凝胶及碳酸钠或碳酸氢钠与 110-140 重量份的 50%氢氧化钠及 36 至 40 重量份的含 10-20%的氧化镁的水溶性镁盐进行反应，从而生成得到氢氧化镁；

将上述反应液的温度维持在 40-100℃，反应 1-5 小时，从而得到铝碳酸镁；

对所获得的铝碳酸镁进行洗涤、干燥。

3、根据权利要求 2 的制备方法，其特征在于，所述氧化铝和氧化镁的摩尔比为 1 : 6。

4、根据权利要求 1 或 2 的制备方法，其特征在于，所述的不溶性铝盐为氢氧化铝或氧化铝。

5、根据权利要求 1 或 2 的制备方法，其特征在于，所述的水溶性镁盐为氯化镁或硫酸镁。

铝碳酸镁的制备方法

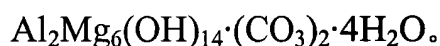
技术领域

本发明涉及医药领域，具体的说，涉及一种铝碳酸镁的制备方法。

背景技术

本发明涉及一种用化学式 1 来表示的作为胃肠疾病的治疗剂的有用的决定性化合物铝碳酸镁 (Aluminum Magnesium hydroxy Carbonate) (又名 Aluminum Magnesium hydroxy dicarbonates) 的新制备方法。

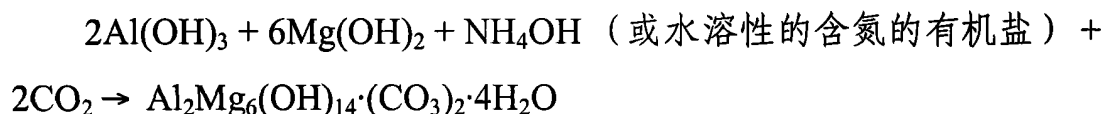
[化学式 1]



上述化学式 1 化合物是公知的化合物，作为制备此化合物的现有方法已公开在英国专利第 1,598,375 号、比利时专利第 873,847 号、德国专利第 2,905,256 号、西班牙专利第 477,512 号等文献上。

现有的各种合成化学式 1 化合物的方法是在将氢氧化铝和氢氧化镁溶于一定量水中悬浊后得到的产物中，加入氨水或水溶性的含氮的有机盐，保持在 70℃~100℃ 的温度下，通入二氧化碳使其发生反应，制备出化学式 1 中所示的目的化合物。

化学反应式如下所示。



上述化学反应式中作为水溶性含氮有机盐的有甲基 (methyl)，乙基 (ethyl)，丙基 (propyl)，丁基 (butylamine)，嘧啶 (pyridine)，哌啶 (piperidine)，三乙胺 (triethylamine) 等。

但是，现有的制备方法使用了有机碱，该有机碱会带来公害等问题，而且是成本上升的主要原因，此外使用这种有机碱时，由于臭气

问题，具有对人体有害的缺点。

发明内容

根据本发明的铝碳酸镁的制备方法，其包括步骤：将氢氧化钠加温后用于溶解不溶性铝盐，生成铝酸钠；将上述铝酸钠与 CO_2 反应，得到碳酸氢铝凝胶及碳酸钠或碳酸氢钠；在上述碳酸氢铝凝胶及碳酸钠或碳酸氢钠的混合物中同时加入水溶性镁盐和氢氧化钠，从而得到氢氧化镁；对上述反应液的温度加温生成铝碳酸镁；对生成的上述铝碳酸镁进行洗涤和干燥。

本申请发明人为了完善上述的缺点，坚持不懈地进行了研究，最终在不使用氨水或者有机碱的情况下，发现了能以低费用制备出高产量及高纯度的目的化合物的方法，从而完成了本发明。

本发明的铝碳酸镁（Aluminum Magnesium hydroxy Carbonate）的制备方法，包含如下几个阶段：在氢氧化钠（sodium hydroxide）中溶解氢氧化铝或铝盐获得铝酸钠（Sodium Aluminate）的阶段；在其中通入二氧化碳发生反应生成碱性碳酸镁（中间产物）凝胶（gel）和碳酸钠（或碳酸氢钠）的阶段；在该反应液中同时添加镁盐和氢氧化钠后，加热并维持在 $40^\circ\text{C}\sim 100^\circ\text{C}$ 进行反应的阶段。

根据本发明的铝碳酸镁的制备方法，其包括步骤：按照 100 重量份铝碳酸镁计，对 35-45 重量份的 50% 氢氧化钠进行加热后，向其中添加 15-17 重量份的含 50-60% 氧化铝的不溶性铝盐进行反应，来得到铝酸钠；将上述铝酸钠与 10-50 重量份的 CO_2 反应，得到碳酸氢铝凝胶及碳酸钠或碳酸氢钠；将上述碳酸氢铝凝胶及碳酸钠或碳酸氢钠与 110-140 重量份的 50% 氢氧化钠及 36 至 40 重量份的含 10-20% 的氧化镁的水溶性镁盐进行反应，从而生成得到氢氧化镁；将上述反应液的温度维持在 $40\sim 100^\circ\text{C}$ ，反应 1-5 小时，从而得到铝碳酸镁；对所获得的铝碳酸镁进行洗涤、干燥。

上述化合物的氧化铝和氧化镁的摩尔比可以是 1:6；

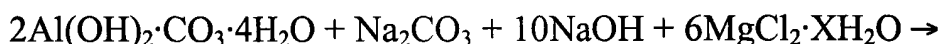
上述不溶性铝盐可以是氢氧化铝或者氧化铝。

上述水溶性镁盐，可以是氯化镁或硫酸镁。

以下将对本发明进行更详细的说明。

本发明是一种不使用氨水或有机碱，而是将氢氧化铝或氧化铝等不溶性铝盐溶解在氢氧化钠中获得铝酸钠（Sodium Aluminate）使该铝酸钠（Sodium Aluminate）和二氧化碳首先反应获得碳酸氢铝凝胶及碳酸钠或碳酸氢钠后，在该反应液中同时加入水溶性的镁盐和氢氧化钠，生成氢氧化镁后，随着温度的上升，从碳酸钠（或者碳酸氢钠）中排放出二氧化碳，使碳酸氢铝和氢氧化镁结合，从而制备出稳定的化学式 1 所示的目的结晶化合物的方法。

用化学反应式表示如下。



本发明的化学式 1 所示化合物的制造方法，使用不溶性铝盐和镁盐，也可以以低费用制备出高纯度及高收率的化学式 1 的化合物。

本发明的优选的不溶性铝盐是氢氧化铝或氧化铝，按照 100 重量份铝碳酸镁计，可以添加 15-17 重量份的含 50-60%氧化铝的不溶性铝盐。添加不足 15 重量份时，化合物的构成比不合适，添加超过 17 重量份时会产生未反应的不纯物。

根据本发明的镁盐通常为水溶性镁盐，更优选的镁盐是氯化镁或硫酸镁。按照 100 重量份铝碳酸镁计，可以添加 36 至 40 重量份的含 10-20%氧化镁的不溶性镁盐。添加不足 36 重量份时，不能进行反应，添加超过 40 重量份时产率会下降。

另外，本发明的 CO_2 ，按照 100 重量份铝碳酸镁计，可以添加 10 至 50 重量份。添加不足 10 重量份时含量下降，添加超过 50 时会引起

不必要的 CO₂ 的损失，从而会增加整体费用。

本发明的铝碳酸镁（Aluminum Magnesium hydroxy Carbonate）的制备方法具有不使用对人体和环境有害的有机溶剂、能以低费用制备出高纯度的目的化合物的特点。

附图说明

图1 本发明实施例1的I.R.光谱（I.R. spectrum）的检测结果曲线。

图2 本发明实施例2的I.R.光谱（I.R. spectrum）的检测结果曲线。

具体实施方式

以下实施例用于说明本发明，但不用来限制本发明的范围。

实施例 1

将 50%的氢氧化钠 38g 加热至 110℃，在其中加入氢氧化铝（作为 Al₂O₃，58%）28g 予以溶解，在获得铝酸钠（Sodium Aluminate）后，用 300ml 的水进行稀释，真空过滤后，搅拌过滤净化了的滤液，与 40g 的二氧化碳慢慢并均一地反应，获得碱性 - 碳酸铝 - 凝胶（gel）及碳酸钠。

边搅拌该反应液边同时加入氯化镁（作为 MgCl₂·XH₂O；MgO 12.6%）304g 和 50%的氢氧化钠 126g，生成碳酸氢镁后，将温度维持在 85℃，反应 2.5 小时后，获得铝碳酸镁（Aluminum Magnesium hydroxy Carbonate）沉淀物。

反应结束后进行过滤，用 3L 的水洗涤后，以 80℃的温度予以干燥，获得 98g 的产物，其分析结果如下表所示。

	实验值(%)	理论值(%)
Al ₂ O ₃	16.2	16.2
MgO	37.6	38.4
CO ₂	13.7	14.0
H ₂ O	31	31.4

收率为 98%，I.R.光谱 (I.R. spectrum) 的检测结果显示在 1634cm^{-1} ， 1480cm^{-1} ， 1420cm^{-1} ， 1360cm^{-1} 四个波段中体现出来。(图 1)

实施例 2

将 50%的氢氧化钠 38g 以 110°C 的温度进行加热，在其中加入氢氧化铝 (作为 Al_2O_3 ，58%) 28g 予以溶解，在获得铝酸钠 (Sodium Aluminate) 后，用 300ml 的水进行稀释，真空过滤后，搅拌过滤净化了的滤液，与 48g 的二氧化碳慢慢并均一地反应，获得碱性 - 碳酸铝 - 凝胶 (gel) 及碳酸钠。

边搅拌该反应液边同时加入硫酸镁 (作为 $\text{MgSO}_4\cdot\text{XH}_2\text{O}$ ； MgO 19.7%) 195g 和 50%的氢氧化钠 138g，生成碳酸氢镁后，将温度维持在 85°C ，反应 2.5 小时后，获得铝碳酸镁 (Aluminum Magnesium hydroxy Carbonate) 沉淀物。

反应结束后进行过滤，用 3L 的水洗涤后，以 80°C 的温度予以干燥，获得 97g 的产物，其分析结果如下表所示。

	实验值(%)	理论值(%)
Al_2O_3	16.4	16.2
MgO	38.5	38.4
CO_2	13.2	14.0
H_2O	31.2	31.4

收率为 98%，I.R.光谱 (I.R. spectrum) 的检测结果显示在 1650cm^{-1} ， 1484cm^{-1} ， 1421cm^{-1} ， 1371cm^{-1} 四个波段中体现出来 (图 2)。

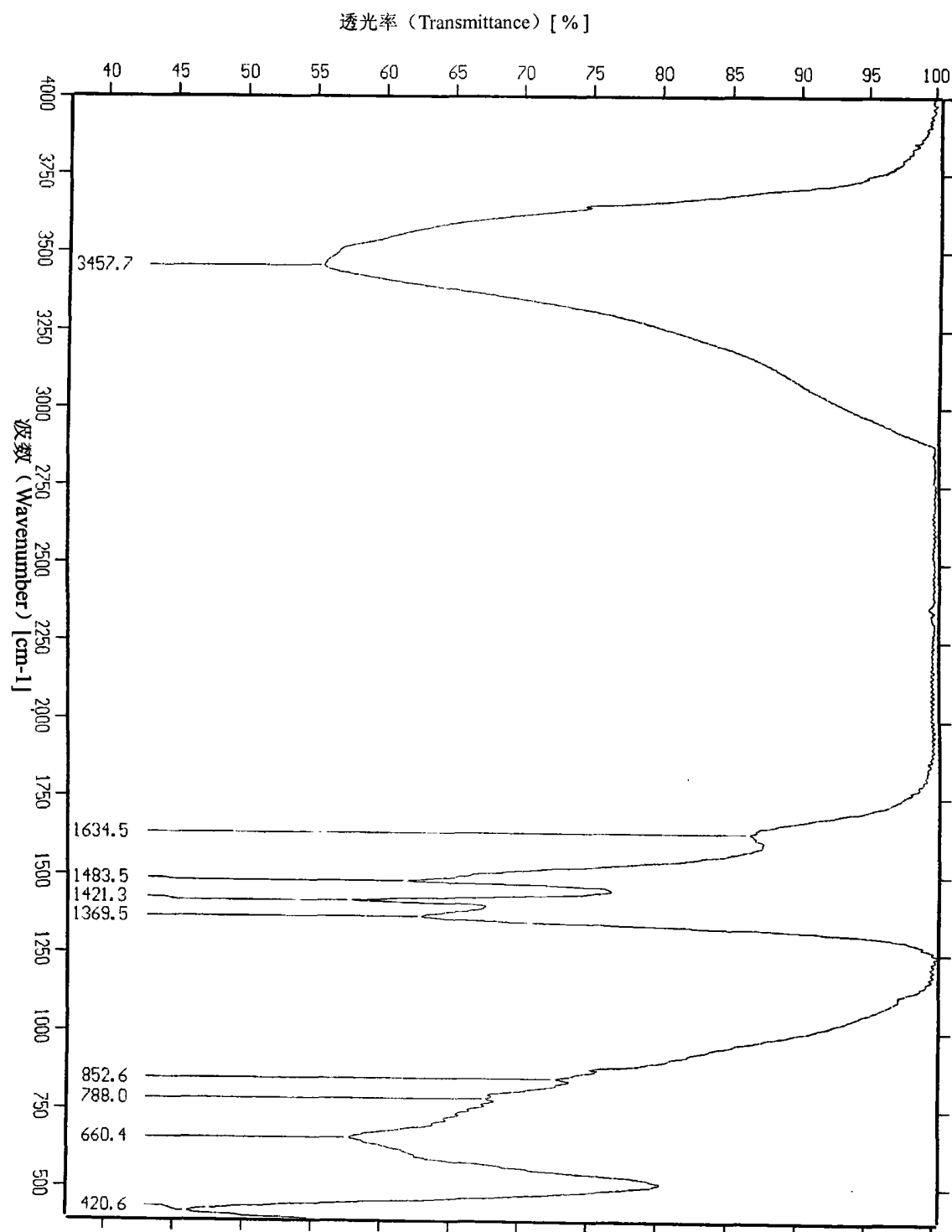


图 1

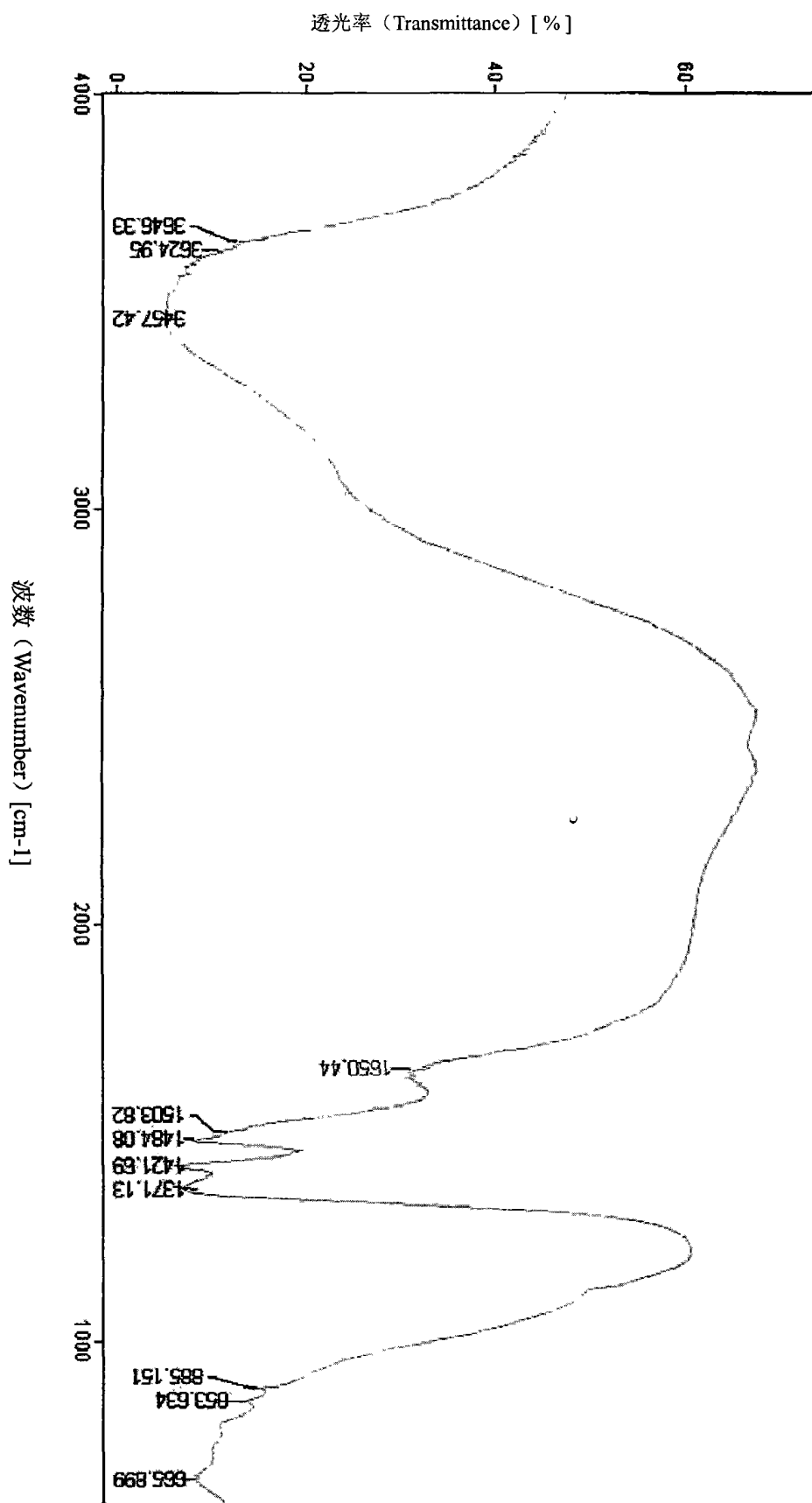


图 2