

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載

【部門区分】第3部門第1区分

【発行日】平成25年5月2日(2013.5.2)

【公表番号】特表2012-519637(P2012-519637A)

【公表日】平成24年8月30日(2012.8.30)

【年通号数】公開・登録公報2012-034

【出願番号】特願2011-552431(P2011-552431)

【国際特許分類】

C 01 B 33/38 (2006.01)

B 01 J 20/10 (2006.01)

B 01 J 39/14 (2006.01)

【F I】

C 01 B 33/38

B 01 J 20/10 B

B 01 J 39/14

【手続補正書】

【提出日】平成25年3月12日(2013.3.12)

【手続補正1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】

(1)少なくとも一種の層状ケイ酸塩を供給する工程、

(2)上記層状ケイ酸塩を水および少なくとも一種の式(I)のケイ素含有化合物:と混合し、

$R_{4-m}Si[-(SiR_2)_n-R]_m$ (I)

(式中

mは、1、2、3または4であり、

nは、0以上の整数であり、

nが0の時、少なくとも一つの基Rが脱離基であり、いずれの基RもSiを含まない)と混合する工程、

(3)(2)で得られた混合物を水熱条件に付す工程を含むケイ酸塩化合物の製造方法。

【請求項2】

脱離基が、工程(2)及び/又は(3)の過程で、前記少なくとも一種のケイ素含有化合物から解離する請求項1に記載の方法。

【請求項3】

Rが、相互に独立して、C₁~C₅アルキル基と脱離基とからなる群から選ばれる請求項1または2に記載の方法。

【請求項4】

前記少なくとも一種の層状ケイ酸塩が、RUB-15とRUB-36、RUB-39、BLS-1、BLS-3からなる群から選ばれる請求項1~3のいずれか一項に記載の方法。

【請求項5】

前記少なくとも一種の式(I)のケイ素含有化合物が、ジクロロジメチルシラン、ジメトキシジメチルシラン、ジエトキシジメチルシラン、ジクロロジエチルシラン、ジメトキ

シジエチルシラン、ジエトキシジエチルシラン、トリメチルシラン、トリエチルシラン、クロロトリメチルシラン、クロロトリエチルシラン、メトキシトリメチルシラン、メトキシトリエチルシラン、エトキシトリメチルシラン、エトキシトリエチルシラン、ヘキサメチルジシランからなる群から選ばれる請求項 1 ~ 4 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 6】

n が 0 の時、基 R の一つのみが脱離基である請求項 1 ~ 5 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 7】

n が 1 以上である請求項 1 ~ 6 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 8】

m が 1 である請求項 1 ~ 7 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 9】

前記少なくとも一種の層状ケイ酸塩が、同形置換されている請求項 1 ~ 8 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 10】

(2) で得られる混合物中で、層状ケイ酸塩と水の重量比(層状ケイ酸塩 : 水)が 1 : (20 ~ 80) の範囲である請求項 1 ~ 9 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 11】

(2) で得られる混合物中で、前記少なくとも一種の式(I)のケイ素含有化合物中のケイ素と水のモル比(ケイ素 : 水)が 1 : (500 ~ 3000) の範囲である請求項 1 ~ 10 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 12】

(3) の水熱処理にかけられる混合物の pH が、0.1 ~ 5 の範囲に調整されている請求項 1 ~ 11 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 13】

工程(3)での水熱処理が 120 ~ 200 の範囲の温度で行われる請求項 1 ~ 12 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 14】

工程(3)での水熱処理の温度が 1 時間 ~ 48 時間維持される請求項 1 ~ 13 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 15】

さらに、

(4) (3) で得られた懸濁液から柱状化ケイ酸塩を分離する工程、

(5) 濾過により(4)で得られた柱状化ケイ酸塩を洗浄する工程、

(6) 必要に応じて分離された及び / 又は必要に応じて洗浄された柱状化ケイ酸塩を乾燥する工程を含む請求項 1 ~ 14 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 16】

さらに、

(7) 上記必要に応じて分離された及び / 又は必要に応じて洗浄された及び / 又は乾燥された、工程(2)または(3)または(4)または(5)または(6)で得られる生成物を焼成する工程を含む請求項 1 ~ 15 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 17】

請求項 1 ~ 16 のいずれか一項に記載の方法で得られるケイ酸塩化合物。

【請求項 18】

回折試験において Cu K(1) 波長を用いた場合、極大ピーク(100%強度)を、2 回折角で 7.20 ~ 8.00° の範囲にもつエックス線粉末回折パターンを示す請求項 17 に記載のケイ酸塩。

【請求項 19】

少なくとも以下の他の反射を含む X 線回折パターンをもつケイ酸塩：

【表1】

回折角 $2\theta / {}^\circ$ [Cu K(α 1)]	強度 (%)
7.52 – 7.68	100
19.76 – 19.92	0.5 – 10
22.83 – 22.99	6 – 16
23.72 – 23.88	3 – 13
25.39 – 25.55	0.5 – 10
25.86 – 26.02	0.5 – 10
26.14 – 26.30	0.5 – 10

表中、100%は、X線回折パターン中の最大のピークの強度である。

【請求項20】

DIN66135に準じて求めたBET表面積が200~600m²/gの範囲にある請求項19に記載のケイ酸塩。

【請求項21】

少なくとも以下の他の反射を含むX線回折パターンをもつケイ酸塩：

【表2】

回折角 $2\theta / {}^\circ$ [Cu K(α 1)]	強度 (%)
7.82 – 7.98	100
15.56 – 15.72	1.5 – 11.5
15.76 – 15.92	1.5 – 11.5
19.42 – 19.58	0.5 – 10
23.43 – 23.59	2 – 12
23.84 – 24.00	1 – 11

表中、100%は、X線回折パターン中の最大のピークの強度である。

【請求項22】

DIN66135に準じて求めたBET表面積が150~600m²/gの範囲にある請求項21に記載のケイ酸塩。

【請求項23】

少なくとも以下の他の反射を含むX線回折パターンをもつケイ酸塩：

【表 3】

回折角 $2\theta / {}^\circ$ [Cu K(α 1)]	強度 (%)
7.51 – 7.71	100
22.84 – 23.04	10 – 21
23.74 – 23.94	8 – 18
25.36 – 25.56	6 – 16
25.87 – 26.07	4 – 14
26.13 – 26.33	5 – 15

表中、100%は、X線回折パターン中の最大のピークの強度である。

【請求項 24】

DIN 66135に準じて求めた BET 表面積が $150 \sim 600 \text{ m}^2 / \text{g}$ の範囲にある請求項 23 に記載のケイ酸塩。

【請求項 25】

成型物中に含まれている請求項 17 ~ 24 のいずれか一項に記載のケイ酸塩。

【請求項 26】

請求項 17 ~ 25 のいずれか一項に記載のケイ酸塩を、モレキュラーシーブ、触媒、触媒成分、触媒支持体またはそのバインダーとして、吸着剤として、イオン交換用に、セラミックスの生産用に、ポリマー中で使用する方法。