

【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 4 月 18 日 (2013.4.18)

【公表番号】特表 2012-519638 (P2012-519638A)
 【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 2011-552432 (P2011-552432)
 【国際特許分類】

C 0 1 B 33/20 (2006.01)

B 0 1 J 21/16 (2006.01)

【 F I 】

C 0 1 B 33/20

B 0 1 J 21/16 M

【手続補正書】
 【提出日】平成 25 年 3 月 1 日 (2013.3.1)
 【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】

同形置換された R U B - 3 6 層状ケイ酸塩の製造方法であって、

(1) シリカ、及び / 又は少なくとも一種のシリカ前駆体と、水と、

ジエチルジメチルアンモニウム化合物、トリエチルメチルアンモニウム化合物、およびジエチルジメチルアンモニウムとトリエチルメチルアンモニウム化合物との混合物からなる群から選ばれる少なくとも一種のテトラアルキルアンモニウム化合物と、必要に応じて少なくとも一種の塩基とを含む混合物を供給する工程、

(2) (1) で得られる混合物を水熱条件下で加熱して、R U B - 3 6 ケイ酸塩を含む懸濁液を与える工程、

(3) (2) により得られる懸濁液から R U B - 3 6 ケイ酸塩を分離し、必要に応じて

(4) 洗浄及び / 又は (5) 乾燥する工程

を含み、且つ

(a) (1) の混合物が、ケイ酸塩中の S i 原子の少なくとも一部を同形置換するのに好適な少なくとも一種の元素の少なくとも一種の供給源を含むことを特徴とする製造方法。

【請求項 2】

(b) (3) において分離された、また必要に応じて洗浄及び / 又は乾燥された R U B - 3 6 ケイ酸塩を後処理し、ケイ酸塩中の S i 原子の少なくとも一部を同形置換するのに好適な少なくとも一種の好適な元素で同形置換する請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

前記同形置換に好適な少なくとも一種の元素が、A l、B、F e、T i、S n、G a、G e、Z r、V、N b、およびこれらの二種以上の混合物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】

(1) の水混合物が、ジエチルジメチルアンモニウムヒドロキシド、トリエチルメチルアンモニウムヒドロキシド、またはジエチルジメチルアンモニウムヒドロキシドとトリエチルメチルアンモニウムヒドロキシドの混合物を含む請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 項に記載

の方法。

【請求項 5】

非晶質シリカが (1) で使用される請求項 1 ~ 4 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 6】

(1) により得られる混合物が、 SiO_2 または SiO_2 として計算されるシリカ前駆体、少なくとも一種のテトラアルキルアンモニウム化合物、及び水を、 SiO_2 : テトラアルキルアンモニウム化合物 : 水のモル比で $1 : (0.45 \sim 0.55) : (0.5 \sim 20)$ で含む請求項 1 ~ 5 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 7】

(1) により得られる混合物が、少なくとも一種の適当な種結晶材料を含む請求項 1 ~ 6 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 8】

(1) により得られる混合物が、 SiO_2 及び / 又は SiO_2 として計算されるシリカ前駆体と種結晶材料とを、質量比で $1 : (0.01 \sim 0.2)$ で含む請求項 7 に記載の方法。

【請求項 9】

(2) の混合物を 1 ~ 18 日間の範囲の期間加熱する請求項 1 ~ 8 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 10】

(2) の混合物を 135 ~ 145 の範囲の温度に加熱する請求項 1 ~ 9 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 11】

さらに、

(4) 当該分離されたケイ酸塩を洗浄し、及び / 又は

(5) 当該分離され、必要に応じて洗浄されたケイ酸塩を乾燥する請求項 1 ~ 10 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 12】

(1) の反応混合物中の SiO_2 及び / 又は SiO_2 として計算されるシリカ前駆体と同形置換に好適な少なくとも一種の元素 (1) のモル比が、 $1 : (0.0001 \sim 0.1)$ である請求項 1 ~ 11 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 13】

(1) において用いられる水混合物がさらに過酸化水素を含む請求項 12 に記載の方法。

【請求項 14】

前記同形置換に好適な少なくとも一種の元素が Ti であり、少なくとも一つの Ti の供給源 : 過酸化水素のモル比が $0.005 \sim 0.01$ の範囲にある請求項 12 または 13 に記載の方法。

【請求項 15】

Ti の供給源が、テトラアルキルオルソチタネートまたは 2 つ以上のテトラアルキルオルソチタネートの混合物である請求項 14 に記載の方法。

【請求項 16】

前記後処理が、分離の直後に、または必要に応じて洗浄及び / 又は乾燥の直後に行われる請求項 2 ~ 15 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 17】

(6) (3) または (4) または (5) で得られるケイ酸塩を焼成する工程を更に含む請求項 1 ~ 16 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 18】

請求項 1 ~ 16 のいずれか一項に記載の方法により得られる同形置換された RUB - 36 ケイ酸塩。

【請求項 19】

ケイ酸塩中の Si 原子の少なくとも一部が少なくとも一種の適当な元素で同形置換された RUB - 36 ケイ酸塩。

【請求項 20】

前記少なくとも一種の適当な元素が、Al、B、Fe、Ti、Sn、Ga、Ge、Zr、V、Nb、およびこれらの二種以上の混合物からなる群から選ばれる請求項 18 または 19 に記載のケイ酸塩。

【請求項 21】

前記層状ケイ酸塩中の Si : 適当な元素、好ましくは Ti または Al または B の原子比が、1 : (0.0001 ~ 0.1) の範囲である請求項 18 ~ 20 のいずれか一項に記載の RUB - 36 ケイ酸塩。

【請求項 22】

少なくとも以下の反射を有する X 線回折パターンをもつ請求項 18 ~ 21 のいずれか一項に記載のケイ酸塩。

【表 1】

回折角 $2\theta^\circ$ [Cu K(α 1)]	強度 (%)
7.85 ~ 8.05	100.0
17.04 ~ 17.24	1.6 ~ 5.6
20.26 ~ 20.46	1.7 ~ 5.7
23.89 ~ 24.09	4.2 ~ 12.2
24.73 ~ 24.93	4.8 ~ 12.8
25.30 ~ 25.50	2.6 ~ 6.6
26.52 ~ 26.72	0.7 ~ 4.7

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 23】

請求項 17 に記載の方法によって得られる同形置換された RUB - 37 ケイ酸塩。

【請求項 24】

ケイ酸塩中の Si 原子の少なくとも一部が少なくとも一種の適当な元素で同形置換された RUB - 37 ケイ酸塩。

【請求項 25】

層状ケイ酸塩中の Si : 適当な元素の原子比が、1 : (0.0001 ~ 0.1) の範囲である請求項 23 ~ 24 のいずれか一項に記載の RUB - 37 ケイ酸塩。

【請求項 26】

少なくとも以下の反射を有する X 線回折パターンをもつ請求項 23 ~ 25 のいずれか一項に記載のケイ酸塩。

【表 2】

回折角 $2\theta^{\circ}$ [Cu K(α 1)]	強度 (%)
9.60 – 9.70	100.0
12.85 – 13.05	0.5 - 10
19.30 – 19.50	0.5 - 10
20.35 – 20.55	1 - 11
23.23 – 23.43	0.5 - 10
25.93 – 26.13	0.5 - 10
27.06 – 27.26	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 27】

DIN 66135により求めたBET表面積が、150～500 m²/gの範囲にある請求項 23～26のいずれか一項に記載のケイ酸塩。

【請求項 28】

成型物中に含まれる請求項 18～27のいずれか一項に記載のケイ酸塩。

【請求項 29】

請求項 18～28のいずれか一項に記載のケイ酸塩の、モレキュラーシーブ、触媒、触媒支持体またはそのバインダー、吸着剤、顔料、洗剤の添加物、建材の添加物としての、塗装用ペーストや仕上げ剤にチキソトロピー性を与えるための外部および内部潤滑剤としての、難燃剤、紙状物の助剤や充填材としての、殺菌及び/又は殺真菌及び/又は除草剤組成物中での、イオン交換のための、セラミックスの製造のための、ポリマー中での、電氣的、光学的または電気光学的部品や開閉素子またはセンサーとしての使用方法。