

【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19年4月12日(2007.4.12)

【公開番号】特開2005-60219(P2005-60219A)  
 【公開日】平成17年3月10日(2005.3.10)  
 【年通号数】公開・登録公報2005-010  
 【出願番号】特願2004-217655(P2004-217655)  
 【国際特許分類】

**C 0 1 B 33/141 (2006.01)**

【F I】

C 0 1 B 33/141

【手続補正書】

【提出日】平成19年2月26日(2007.2.26)

【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】

以下の(a)～(c)の各工程を含み、工程(b)におけるシリカ粒径と濃縮濃度との関係が下記の(A)式で示されることを特徴とするシリカゾルの製造方法。

(a)加水分解可能なケイ素化合物を加水分解及び重縮合させてシリカゾルを製造する第一の工程

(b)第一の工程で得られたシリカゾルを粒径に応じて一定シリカ濃度以下で濃縮並びにシリカゾル中の分散媒及びアルカリ触媒を水で置換し、pHを6.0～9.0とする第二の工程

(c)第二の工程で得られたシリカゾルにアルカリを添加して、pHを7.0以上にした後、又はpHを7.0以上に調整しつつ濃縮する第三の工程

(A)シリカ粒径と濃縮濃度の関係

$$X: \frac{(一次粒子径(nm)) \times (一次粒子径(nm))}{(二次粒子径(nm))}$$

の式で計算する粒径指数

$$Y: \text{粒径指数に応じた濃縮濃度}(\%)$$

1) 第一の工程で得られたシリカゾルのXが5.0～7.5未満の場合

$$Y = 6X - 12.5$$

2) 第一の工程で得られたシリカゾルのXが7.5～35の場合

$$Y = 0.6X + 28$$

【請求項2】

前記アルカリがアンモニアであることを特徴とする請求項1記載のシリカゾルの製造方法。

【請求項3】

前記加水分解可能なケイ素化合物がテトラメトキシシランであることを特徴とする請求項1又は2に記載のシリカゾルの製造方法。

【請求項4】

前記第一の工程で得られたシリカゾル中の分散媒がメタノールであることを特徴とする請求項1乃至3いずれかに記載のシリカゾルの製造方法。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】 0 0 0 6

【補正方法】 変更

【補正の内容】

【 0 0 0 6 】

本発明は上記課題を解決するためになされた発明であって、

請求項 1 に係る発明は、以下の ( a ) ~ ( c ) の各工程を含み、工程 ( b ) におけるシリカ粒径と濃縮濃度との関係が下記の ( A ) 式で示されることを特徴とするシリカゾルの製造方法に関する。

( a ) 加水分解可能なケイ素化合物を加水分解及び重縮合させてシリカゾルを製造する第一の工程

( b ) 第一の工程で得られたシリカゾルを粒径に応じて一定シリカ濃度以下で濃縮並びにシリカゾル中の分散媒及びアルカリ触媒を水で置換し、p H を 6 . 0 ~ 9 . 0 とする第二の工程

( c ) 第二の工程で得られたシリカゾルにアルカリを添加して、p H を 7 . 0 以上にした後、又は p H を 7 . 0 以上に調整しつつ濃縮する第三の工程

( A ) シリカ粒径と濃縮濃度の関係

X : 「 ( 一次粒子径 ( n m ) ) × ( 一次粒子径 ( n m ) ) ÷ ( 二次粒子径 ( n m ) ) 」  
の式で計算する粒径指数

Y : 粒径指数に応じた濃縮濃度 ( % )

1 ) 第 1 の工程で得られたシリカゾルの X が 5 . 0 ~ 7 . 5 未満の場合

$Y = 6X - 12.5$

2 ) 第 1 の工程で得られたシリカゾルの X が 7 . 5 ~ 35 の場合

$Y = 0.6X + 2.8$

請求項 2 に係る発明は、前記アルカリがアンモニアであることを特徴とする請求項 1 記載のシリカゾルの製造方法に関する。

請求項 3 に係る発明は、前記加水分解可能なケイ素化合物がテトラメトキシシランであることを特徴とする請求項 1 又は 2 に記載のシリカゾルの製造方法に関する。

請求項 4 に係る発明は、前記第一の工程で得られたシリカゾル中の分散媒がメタノールであることを特徴とする請求項 1 乃至 3 いずれかに記載のシリカゾルの製造方法に関する。

【手続補正 3】

【補正対象書類名】 明細書

【補正対象項目名】 0 0 0 7

【補正方法】 変更

【補正の内容】

【 0 0 0 7 】

請求項 1 によれば、シリカゾルの安定性に優れ、シリカ濃度を高くしても増粘やゲル化することがない長期保存安定性に優れたシリカゾルを製造することができる。

請求項 2 に係る発明は、アルカリ触媒としてアンモニアを使用することにより、揮発性が高いために容易に除去することができ、シリカゾルの p H を中性に維持することができる。

請求項 3 に係る発明は、加水分解可能なケイ素化合物としてテトラメトキシシランを用いることにより、他のケイ素化合物に比べて反応速度が速く、未反応物が残り難いために、生産性が高く、安定なシリカゾルを容易に得ることができる。

請求項 4 に係る発明は、溶媒として、メタノール等の加水分解可能なケイ素化合物の加水分解により生じるアルコールと同種のアルコールを用いることにより、溶媒の回収、再使用が容易となり、経済性の面で優れる。