

【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30年3月8日(2018.3.8)

【公表番号】特表2017-511788(P2017-511788A)

【公表日】平成29年4月27日(2017.4.27)

【年通号数】公開・登録公報2017-017

【出願番号】特願2016-554478(P2016-554478)

【国際特許分類】

C 0 1 B 33/193 (2006.01)

B 6 0 C 1/00 (2006.01)

【F I】

C 0 1 B 33/193

B 6 0 C 1/00 A

【手続補正書】

【提出日】平成30年1月26日(2018.1.26)

【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】

シリケートと酸性化剤との間の沈澱反応を含むタイプの沈澱シリカを調製するための方法であって、それによって沈澱シリカの懸濁液が得られる、方法において、次の工程：

- 前記沈澱反応が次の方式：

(i) 前記反応に関与されるアルカリ金属 M シリケートの全量の一部を含む初期供給原料が形成され、前記初期供給原料中のシリケート (SiO_2 として表わされる) の濃度が 20 g/l 未満、好ましくは 15 g/l 以下であり、

(i i) 前記初期供給原料中に存在している M_2O の量の少なくとも 50% が中和されるまで、酸性化剤が前記初期供給原料に添加され、

(i i i) 添加されるシリケート (SiO_2 として表わされる) の量 / 前記初期供給原料中に存在しているシリケート (SiO_2 として表わされる) の量の比が 4 超および 100 以下、好ましくは $12 \sim 100$ 、特に $12 \sim 50$ であるように、アルカリ金属 M シリケートと酸性化剤とが反応媒体に同時に添加され、

(i v) 前記シリケートの前記添加が、 $2.5 \sim 5.3$ 、好ましくは $2.8 \sim 5.2$ の前記反応媒体の pH の値が得られるまで、前記反応媒体への前記酸性化剤の前記添加を続行している間に停止される

ことによって実施される工程と、

- 得られた前記シリカ懸濁液が濾過される工程と、

- 前記濾過後に得られた濾過ケーキが液状化操作にかけられる工程と、

- 25% 以下の固形分を好ましくは有する、このように得られた前記濾過ケーキを乾燥する工程と

を含むことを特徴とし、

前記液状化操作中か、または前記液状化操作後および前記乾燥工程前かのいずれかで、少なくとも 1 つのポリカルボン酸が前記濾過ケーキに添加されることを特徴とする方法。

【請求項 2】

前記液状化操作中に、少なくとも 1 つのポリカルボン酸が前記濾過ケーキに添加される、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

少なくとも 1 つのポリカルボン酸が、前記液状化操作後に前記濾過ケーキに添加される、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 4】

前記液状化操作が、少なくとも 1 つのアルミニウム化合物の添加を含む、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 5】

前記液状化操作中に、少なくとも 1 つのポリカルボン酸および少なくとも 1 つのアルミニウム化合物が同時に前記濾過ケーキに添加される、請求項 4 に記載の方法。

【請求項 6】

前記液状化操作中に、少なくとも 1 つのアルミニウム化合物が、少なくとも 1 つのポリカルボン酸の添加前に前記濾過ケーキに添加される、請求項 4 に記載の方法。

【請求項 7】

少なくとも 1 つのポリカルボン酸が、前記液状化操作後に前記濾過ケーキに添加される、請求項 4 に記載の方法。

【請求項 8】

前記ポリカルボン酸が、2 ～ 20 個の炭素原子を含有する直鎖または分岐状、飽和または不飽和脂肪族ポリカルボン酸および芳香族ポリカルボン酸から選択される、請求項 1 ～ 7 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 9】

ポリカルボン酸の混合物が前記濾過ケーキに添加される、請求項 1 ～ 8 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 10】

ポリカルボン酸の前記混合物が、次の酸：アジピン酸、グルタル酸およびコハク酸を含む、請求項 9 に記載の方法。

【請求項 11】

ポリカルボン酸の前記混合物が、次の酸：メチルグルタル酸、エチルコハク酸およびアジピン酸を含む、請求項 9 に記載の方法。

【請求項 12】

- 100 ～ 240 m² / g の B E T 比表面積、
- 100 ～ 240 m² / g の C T A B 比表面積、
- 少なくとも 0.15 重量%の、特に少なくとも 0.20 重量%の、全炭素として表される、ポリカルボン酸 + 相当するカルボキシレートの含有率 (C)、
- 超音波解集塊化後の X D C 粒度分析によって測定される、少なくとも 0.70 の対象サイズ分布幅 L d ((d 8 4 - d 1 6) / d 5 0)、および
- 0.65 未満の細孔分布幅 l d p

を有することを特徴とする沈殿シリカ。

【請求項 13】

- 100 ～ 240 m² / g の B E T 比表面積、
- 100 ～ 240 m² / g の C T A B 比表面積、
- 少なくとも 0.15 重量%の、特に少なくとも 0.20 重量%の、全炭素として表される、ポリカルボン酸 + 相当するカルボキシレートの含有率 (C)、
- 少なくとも 0.20 重量%の、特に少なくとも 0.25 重量%のアルミニウム (A l) 含有率、
- 超音波解集塊化後の X D C 粒度分析によって測定される、少なくとも 0.70 の対象サイズ分布幅 L d ((d 8 4 - d 1 6) / d 5 0)、および
- 0.65 未満の細孔分布幅 l d p

を有することを特徴とする沈殿シリカ。

【請求項 14】

直径が 175 ～ 275 である細孔によって生成された細孔体積が、直径が 400 以

下である細孔によって生成された細孔体積の少なくとも 55%、特に 55%～75%に相当するような細孔分布を有することを特徴とする、請求項 12 または 13 に記載の沈澱シリカ。

【請求項 15】

請求項 12 ～ 14 のいずれか一項に記載の、または請求項 1 ～ 11 のいずれか一項に記載の方法によって得られる沈澱シリカの、ポリマー用の、特にタイヤ用の強化充填材としての使用。

【請求項 16】

請求項 12 ～ 14 のいずれか一項に記載の、または請求項 1 ～ 11 のいずれか一項に記載の方法によって得られる沈澱シリカを含むポリマー組成物。

【請求項 17】

請求項 16 に記載の少なくとも 1 つの組成物を含む物品であって、履物底、床仕上材、ガスバリア、難燃性材料、空中ケーブル用のローラー、家庭電化製品用のシール、液体またはガスパイプ用のシール、ブレーキシステムシール、パイプ、被覆材料、ケーブル、エンジンサポート、電池セパレーター、コンベヤーベルト、伝動ベルト または タイヤ となる物品。

【請求項 18】

請求項 17 に記載のタイヤ。