

【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 01 B 33/193 (2006.01)

B 60 C 1/00 (2006.01)

【F I】

C 01 B 33/193

B 60 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：

- 前記沈澱反応が次的方式：

(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(SiO₂として表わされる)の濃度が20g/l未満、好ましくは15g/l以下であり、

(ii) 前記初期供給原料中に存在しているM₂O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、

(iii) 添加されるシリケート(SiO₂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(SiO₂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12~100、特に12~50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、

(iv) 前記シリケートの前記添加が、2.5~5.3、好ましくは2.8~5.2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 BET 比表面積、
- 100 ~ 240 m² / g の CTAB 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 XDC 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 Ld ((d84 - d16) / d50) 、 および
- 0.65 未満 の 細孔分布幅 1dp

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 BET 比表面積、
- 100 ~ 240 m² / g の CTAB 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 (Al) 含有率、
- 超音波解集塊化後の XDC 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 Ld ((d84 - d16) / d50) 、 および
- 0.65 未満 の 細孔分布幅 1dp

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 5 5 %、特に 5 5 % ~ 7 5 % 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 1 2 または 1 3 に記載の沈澱シリカ。

【請求項 1 5】

請求項 1 2 ~ 1 4 のいずれか一項に記載の、または請求項 1 ~ 1 1 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 1 6】

請求項 1 2 ~ 1 4 のいずれか一項に記載の、または請求項 1 ~ 1 1 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 1 7】

請求項 1 6 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、床仕上げ材、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からなる物品。

【請求項 1 8】

請求項 1 7 に記載のタイヤ。