202233158

(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公開本 (11)公開編號：TW 202233158 A

(43)公開日： 中華民國 111 (2022) 年 09 月 01 日

(21)申請案號：111101504 (22)申請日： 中華民國 111 (2022) 年 01 月 13 日

(51)Int. Cl.： *A61K8/25 (2006.01)* *C09G1/02 (2006.01)*
C01B33/158 (2006.01)

(30)優先權：2021/01/14 日本 2021-003912

(71)申請人：日商德山股份有限公司 (日本) TOKUYAMA CORPORATION (JP)
日本

(72)發明人：吉村典子 YOSHIMURA, NORIKO (JP) ；福寿忠弘 FUKUJU, TADAHIRO (JP)

(74)代理人：林志剛

申請實體審查：無 申請專利範圍項數：9 項 圖式數：0 共 37 頁

(54)名稱

多孔質球狀氧化矽及其製造方法

(57)摘要

本發明提供一種作為研磨劑或化妝品成分有用的多孔質球狀氧化矽，其雜質少(鹼金屬含有率低)、粒度分佈狹窄、D50(體積基準的累計 50%粒徑)在既定範圍，細孔容積在既定範圍。

製作出一種多孔質球狀氧化矽，其藉由雷射繞射散射法所測得的 D50 為 2~200μm、D10/D90 為 0.3 以上，細孔容積為 0.5ml/g 以上 8ml/g 以下，將負荷速度定為 38.7363mN/ sec，對於 10 個粒子所測得的試樣破壞時的測試力的算術平均值為 1.0×10^{1}~1.0×10^{2}mN，鹼金屬含有率為 50ppm 以下。可藉由以發煙氧化矽分散液作為水相，形成 W/O 乳劑，藉由 pH 調整或加熱等使其凝膠化，然後回收並使其乾燥而製造出來。

Provided is porous spherical silica that contains a few impurities (a low alkali metal content), that has a limited particle size distribution, D50 (diameter at 50% cumulative size distribution on a volume basis) in a predetermined range, and a pore volume in a predetermined range, and that is useful as an abrasive and a cosmetic ingredient.

The porous spherical silica wherein D50 by the laser diffraction and scattering method is 2 to 200 μm; D10/D90 is at least 0.3; a pore volume is 0.5 ml/g to 8 ml/g; the arithmetic mean value of the compressive forces when samples of ten particles of the porous spherical silica fracture is $1.0\times10^{1}$to 1.0×10^{2}mN, the compressive forces being obtained under the condition where the loading rate is 38.7363 mN/sec; and an alkali metal content is at most 50 ppm. The porous spherical silica may be produced by forming a W/O emulsion using a fumed silica dispersion as an aqueous phase, gelling the W/O emulsion by adjusting pH, heating, or the like, and thereafter recovering and drying the gelled W/O emulsion.

【發明摘要】

【中文發明名稱】

多孔質球狀氧化矽及其製造方法

【英文發明名稱】

POROUS SPHERICAL SILICA AND METHOD FOR PRODUCING THE SAME

【中文】

本發明提供一種作為研磨劑或化妝品成分有用的多孔質球狀氧化矽，其雜質少(鹼金屬含有率低)、粒度分佈狹窄、D50(體積基準的累計50%粒徑)在既定範圍，細孔容積在既定範圍。

製作出一種多孔質球狀氧化矽，其藉由雷射繞射散射法所測得的D50為2~200μm、D10/D90為0.3以上，細孔容積為0.5ml/g以上8ml/g以下，將負荷速度定為38.7363mN/sec，對於10個粒子所測得的試樣破壞時的測試力的算術平均值為1.0×10^{1}~1.0×10^{2}mN，鹼金屬含有率為50ppm以下。可藉由以發煙氧化矽分散液作為水相，形成W/O乳劑，藉由pH調整或加熱等使其凝膠化，然後回收並使其乾燥而製造出來。

【英文】

Provided is porous spherical silica that contains a few impurities (a low alkali metal content), that has a limited particle size distribution, D50 (diameter at 50% cumulative size distribution on a volume basis) in a predetermined range, and a pore volume in a predetermined range, and that is useful as an abrasive and a cosmetic ingredient.

The porous spherical silica wherein D50 by the laser diffraction and scattering method is 2 to 200 μm; D10/D90 is at least 0.3; a pore volume is 0.5 ml/g to 8 ml/g; the arithmetic mean value of the compressive forces when samples of ten particles of the porous spherical silica fracture is 1.0×10^{1} to 1.0×10^{2} mN, the compressive forces being obtained under the condition where the loading rate is 38.7363 mN/sec; and an alkali metal content is at most 50 ppm. The porous spherical silica may be produced by forming a W/O emulsion using a fumed silica dispersion as an aqueous phase, gelling the W/O emulsion by adjusting pH, heating, or the like, and thereafter recovering and drying the gelled W/O emulsion.

【指定代表圖】無

【代表圖之符號簡單說明】無

【特徵化學式】無

【發明說明書】

【中文發明名稱】

多孔質球狀氧化矽及其製造方法

【英文發明名稱】

POROUS SPHERICAL SILICA AND METHOD FOR PRODUCING THE SAME

【技術領域】

【0001】本發明關於一種新的多孔質球狀氧化矽及其製造方法。

【先前技術】

【0002】已有文獻對多孔質氧化矽作各種檢討，提案出具有各式各樣的物性的多孔質氧化矽。多孔質氧化矽可藉由例如在矽酸鹼金屬水溶液添加礦酸來中和，將所產生的粒子分離、回收的方法來製造(專利文獻1、2)。藉由上述方法所得到的多孔質球狀氧化矽，會有具有高細孔容積，粒度分佈寬度狹窄的特徵，尤其在作為工業製品等的研磨劑使用的情況，藉由讓樹脂滲入細孔內部，會變得容易固定在研磨墊上的樹脂。但是，上述多孔質球狀氧化矽是使用矽酸鹼金屬水溶液作為原料，因此會有含有鈉等的雜質的問題，難以使用在以半導體等不希望含有鹼金屬的物品為對象的研磨劑用途。

【0003】專利文獻3提出了藉由將發煙氧化矽分散液噴霧乾燥，而得到降低鹼金屬含有率的多孔質球狀氧化矽的方法。然而，專利文獻3的方法所得到的多孔質球狀氧化矽是藉由噴霧乾燥來成形，因此會有粒度分佈廣的問題。

[先前技術文獻]

[專利文獻]

【0004】

[專利文獻1] 國際公開第2004/101139號小冊子

[專利文獻2] 國際公開第2012/057086號小冊子

[專利文獻3] 國際公開第2019/131873號小冊子

【發明內容】

[發明所欲解決的課題]

【0005】所以，本發明之目的在於提供一種多孔質球狀氧化矽，其鹼金屬含有率低，且粒度分佈狹窄、D50(體積基準的累計50%粒徑)在既定範圍，細孔容積在既定範圍；及其製造方法。

[用於解決課題的手段]

【0006】本發明人等為了解決上述課題一直以來反覆鑽研。結果發現，在多孔質球狀氧化矽的製造步驟之中，藉由乳劑法使發煙氧化矽分散液成形，然後使其凝膠化，可製造出降低鹼金屬含有率，且粒度分佈狹窄、D50(體積

基準的累計50%粒徑)在既定範圍、細孔容積在既定範圍的多孔質球狀氧化矽，而完成了本發明。

【0007】亦即，本發明為：

一種多孔質球狀氧化矽，其特徵為：

藉由雷射繞射散射法所測得的體積基準的累計50%粒徑(D50)在2~200μm的範圍，

同樣的累計10%粒徑(D10)與累計90%粒徑(D90)之比(D10/D90)為0.3以上，

藉由BJH法測得的細孔容積為0.5ml/g以上8ml/g以下，

依據JIS Z8844：2019所規定的方法，將負荷速度定為38.7363mN/sec，對於10個粒子所測得的「觀察到試樣破壞時的測試力」的算術平均值為1.0×10^{1}mN~1.0×10^{2}mN，鹼金屬含有率為50ppm以下。

【0008】一種多孔質球狀氧化矽，其特徵為：

藉由雷射繞射散射法所測得的體積基準的累計50%粒徑(D50)在2~200μm的範圍，

同樣的累計10%粒徑(D10)與累計90%粒徑(D90)之比(D10/D90)為0.3以上，

藉由BJH法測得的細孔容積為0.5ml/g以上8ml/g以下，

依據JIS Z8844所規定的方法，將負荷速度定為0.4462mN/sec，對於10個粒子所測得的「觀察到試樣破壞時的測試力」的算術平均值為1.0×10^{-1}~1.0×10^{1}mN，

鹼金屬含有率為50ppm以下。

【0009】一種多孔質球狀氧化矽，其特徵為：

藉由雷射繞射散射法所測得的體積基準的累計50%粒徑(D50)在2~200μm的範圍，

同樣的累計10%粒徑(D10)與累計90%粒徑(D90)之比(D10/D90)為0.3以上，

藉由BJH法測得的細孔容積為0.5ml/g以上8ml/g以下，

藉由BJH法測得的細孔半徑的眾數為5nm以上50nm以下，

藉由BET法測得的比表面積為100m^2/g以上400m^2/g以下，

鹼金屬含有率為50ppm以下。

【0010】另外，上述多孔質球狀氧化矽，可藉由調製出由分散有發煙氧化矽的水相與以非水溶性溶劑為主成分的有機相所形成的W/O乳劑，接下來，將W/O乳劑加熱，使水相凝膠化，而得到多孔質球狀氧化矽分散液，然後由液中回收所產生的多孔質球狀氧化矽來製造。

[發明之效果]

【0011】本發明之多孔質球狀氧化矽，如前述高D10/D90所示般，粒度分佈寬度狹窄、鹼金屬含有率低、D50(體積基準的累計50%粒徑)在既定範圍，細孔容積在既定範圍，因此可達成精密的研磨，作為以半導體等不希望

含有鹼金屬的物品為對象的研磨劑極為有用。此外，在作為化妝品的添加劑使用時，也可賦予滑順的觸感。

【0012】另外，本發明之製造方法，可使用高純度的發煙氧化矽作為原料，藉由適當地選擇其比表面積，可任意控制所得到的多孔質氧化矽的比表面積。另外，原料的發煙氧化矽本身具有構造，因此乾燥收縮造成的細孔容積減少會受到抑制，即使不實施表面處理，也可得到具有高細孔容積的多孔質球狀氧化矽。因此，作為製造不含鹼金屬的高純度多孔質球狀氧化矽的方法優點很多。

【實施方式】

【0013】以下所揭示的形態為本發明之例示，本發明不受這些形態限定。

【0014】

＜多孔質球狀氧化矽＞

本發明之多孔質球狀氧化矽，藉由雷射繞射散射測定法所測得的粒度分佈中的體積基準的累計50%粒徑(D50)在2~200μm的範圍，同樣的累計10%粒徑(D10)與累計90%粒徑(D90)之比(D10/D90)為0.3以上。多孔質球狀氧化矽在上述範圍，特別適合於作為研磨劑或化妝品材料使用的情況。D50宜為2~100μm，特佳為5~50μm，更佳為5~20μm。另外，D10/D90宜為0.4以上，更佳為0.5以上。另外，D10/D90不會超過1.0，一般而言是在0.6以下。

【0015】本發明之多孔質球狀氧化矽，藉由下述BJH

法所測得的細孔容積為0.5ml/g以上8ml/g以下。得到細孔容積超過8ml/g的大顆粒是困難的。如果在6ml/g以下，則較容易製造，如果在4ml/以下，則更容易製造，如果在2.5ml/g以下，則特別容易製造。尤其本發明之多孔質球狀氧化矽具有高吸油特性，因此細孔容積以在1.0ml/g以上為佳，更佳為1.6ml/g以上，2.0ml/g以上為較佳。具有這樣的細孔容積的多孔質球狀氧化矽，特別適合作為化妝品用的添加劑使用。

【0016】另外，細孔半徑的眾數以5nm以上為佳，10nm以上為較佳，15nm以上為更佳。另外，上限以50nm以下為佳，30nm以下為較佳。

【0017】另外，該藉由BJH法測得的細孔容積及細孔半徑，是使測定對象的樣品在1kPa以下的真空及200℃的溫度下乾燥3小時以上，然後只取在液態氮溫度下氮吸附側的吸附等溫線，藉由BJH法(Barrett, E. P.；Joyner, L. G.；Halenda, P. P., J. Am. Chem. Soc. 73, 373(1951)來解析所得到的值。「藉由BJH法測得的細孔半徑的眾數」，意指藉由上述BJH法解析所得到之以累計細孔容積對細孔半徑的對數微分為縱軸、以細孔半徑為橫軸來描點繪圖所繪出的細孔分佈曲線(體積分佈曲線)達最大值時的細孔半徑之值。

【0018】本發明之多孔質球狀氧化矽，藉由BET法測得的比表面積為100m^2/g以上400m^2/g以下。比表面積宜為150m^2/g以上，以在200m^2/g以上350m^2/g以下的範圍為特

佳。藉由本發明之製造方法所得到的多孔質球狀氧化矽的比表面積，會是由作為原料使用的發煙氧化矽的比表面積減去數10m^2/g後之值。若以可得到上述範圍的多孔質球狀氧化矽的方式來選定作為原料使用的發煙氧化矽，則凝膠化容易發生，容易成形為球狀。一般而言，發煙氧化矽的比表面積為400m^2/g以下，因此難以得到比表面積超過400m^2/g的多孔質球狀氧化矽。此外，比表面積是藉由氮吸附BET多點法所得到的值。

【0019】本發明之多孔質球狀氧化矽，依據JIS Z8844：2019所規定的方法，將負荷速度定為38.7363mN/sec，對於10個粒子所測得的「觀察到試樣破壞時的測試力」(以下稱為「破壞時的測試力」)的算術平均值以1.0×10^1~1.0×10^2mN為佳。較佳為5.0×10^1mN以下，更佳為3.0×10^1mN以下。另外，下限以1.2×10^1mN以上為較佳。若破壞時的測試力在此範圍，則會成為加壓崩壞性優異的粒子。亦即，若對粒子施加特定負荷，則會崩壞，尤其在作為工業製品等的研磨劑使用的情況，不易刮傷研磨對象，在作為化妝品材料的柔珠材使用的情況，可減輕對肌膚的負擔。若破壞時的測試力未達上述下限，則該多孔質球狀氧化矽容易崩壞，操作性顯著惡化。另一方面，若超過上述上限，則施加強的力量也不會壞，無法得到如上述般的優點。

【0020】本發明之多孔質球狀氧化矽，依據JIS Z8844：2019所規定的方法，將負荷速度定為0.4462mN/sec，對

於10個粒子所測得的「觀察到試樣破壞時的測試力」(以下稱為「破壞時的測試力」)的算術平均值以1.0×10^{-1}~1.0×10^{1}mN為佳。較佳為8.0×10^{0}mN以下，更佳為5.0×10^{0}mN以下。另外，下限較佳為3.0×10^{-1}mN以上，更佳為6.0×10^{-1}mN以上。若破壞時的測試力在此範圍，則會成為加壓崩壞性優異的粒子。亦即，若對粒子施加特定負荷，則會崩壞，尤其在作為工業製品等的研磨劑使用的情況，不易刮傷研磨對象、作為化妝品材料的柔珠材使用的情況，可減輕對肌膚的負擔。若破壞時的測試力未達上述下限，則該多孔質球狀氧化矽容易崩壞，操作性顯著惡化。另一方面，若超過上述上限，則施加強的力量也不會壞，無法得到如上述般的優點。

【0021】本發明之多孔質球狀氧化矽，鹼金屬的含有率為50ppm以下(質量基準)。鹼金屬含有率尤其以30ppm以下為佳，10ppm以下為較佳。這種多孔質球狀氧化矽，特別適合作為半導體基盤材料的研磨劑使用。

【0022】本發明之多孔質氧化矽，其形狀為球狀。此處，球狀意指藉由使用掃描式電子顯微鏡(SEM)的影像解析法所測得的平均圓形度為0.8以上。「藉由影像解析法所測得的平均圓形度」，是指對於2000個以上的多孔質球狀氧化矽藉由SEM以1000倍的倍率觀察，對所得到的SEM影像作影像解析所得到的圓形度的相加平均值。此處「圓形度」是指藉由下述式(1)所求得之值。

$$C = 4\pi S/L^2 \qquad (1)$$

【0023】上述式(1)之中，C表示圓形度、S表示該多孔質球狀氧化矽在影像中所占的面積(投影面積)、L表示影像中的該多孔質球狀氧化矽的外周部之長度(周圍長)。該圓形度特佳為0.85以上。另外，本發明之多孔質球狀氧化矽以倍率1000倍進行SEM觀察所得到的粒子像，通常不具有角部。

【0024】另外，本發明之多孔質球狀氧化矽可為親水性或疏水性。親水性者可藉由後述製造方法來製造，疏水性者可適當地使用在該製造方法中的凝膠化步驟之後且在凝膠化體回收步驟之前在反應系統中添加表面處理劑進行處理，或將凝膠化體乾燥得到親水性多孔質球狀氧化矽，然後對氧化矽實施表面處理的方法來獲得。另外，此處「親水性」是指可在不含有機溶劑的水中分散。

【0025】本發明之多孔質球狀氧化矽具有如上述般的特性，因此適合使用於研磨劑、化妝材料等。將該多孔質球狀氧化矽使用於研磨劑的情況，研磨的方法並不受特別限制，可使用於乾式研磨與濕式研磨之任一者。在將本發明之多孔質球狀氧化矽固定於樹脂製研磨墊作為研磨石來使用的情況，藉由樹脂滲入細孔內部，研磨粒的固定會變得容易。另外，在使用於化妝材料的情況，由於具有來自多孔質的高吸油特性或來自球狀的滑順的觸感，因此可作為粉底等的化妝品用的添加劑或柔珠材來使用。

【0026】

＜多孔質球狀氧化矽的製造方法＞

製造上述本發明之多孔質球狀氧化矽的方法並未受到特別限定，前述高的細孔容積與細孔半徑的眾數，容易藉由使用發煙氧化矽分散液作為原料來實現。一般而言，發煙氧化矽會具有微粒子狀氧化矽(一次粒子)凝集的構造。因此，藉由使用發煙氧化矽分散液作為多孔質球狀氧化矽的原料，使該分散液中的發煙氧化矽凝膠化，形成網狀結構，乾燥收縮造成的細孔容積減少會受到抑制，即使不實施表面處理，也可得到具有高細孔容積的多孔質球狀氧化矽。

【0027】較具體而言，可列舉調製出由分散有發煙氧化矽的水相與以非水溶性溶劑為主成分的有機相所形成的W/O乳劑(W/O乳劑調製步驟)、接下來，將乳劑加熱，使水相凝膠化，而得到多孔質球狀氧化矽分散液(凝膠化步驟)，然後由液中回收所產生的多孔質球狀氧化矽(凝膠化體回收步驟)，而製造出多孔質球狀氧化矽的方法。以下針對各步驟詳細說明。

【0028】

(W/O乳劑調製步驟)

調製出由分散有發煙氧化矽的水相與以非水溶性溶劑為主成分的有機相所形成的W/O乳劑的方法，以採用首先使發煙氧化矽在水相中分散，調製出分散液(分散液調製步驟)，使用其與有機溶劑，依據通用的方法調製出乳劑(乳劑化步驟)方法為特佳。以下對其進一步說明。

【0029】

(分散液調製步驟)

分散液調製步驟，是使發煙氧化矽分散於水中而調製出分散液的步驟。

【0030】所使用的發煙氧化矽可分散於水中，且可藉由加熱、pH的調整等來凝膠化。這樣的性狀可藉由氧化矽表面具有多個矽醇基來達成，因此只要是並未實施所謂表面處理的發煙氧化矽，大部分都可以使用。另外，從凝膠化進行的難易度看來，以使用比表面積為100m^2/g以上，尤其200m^2/g以上的發煙氧化矽為佳。250m^2/g以上為更佳。比表面積愈大，凝膠化的進行速度愈快，愈容易使該分散有發煙氧化矽的液滴(W相)凝膠化。從取得的難易度看來，上限以400m^2/g為佳。此外，比表面積是藉由氮吸附BET多點法所得到的值。

【0031】另外，藉由此處說明的方法所得到的多孔質球狀氧化矽的比表面積，會是由作為原料使用的發煙氧化矽的比表面積減去數10m^2/g後之值。所以，依照目標之多孔質球狀氧化矽的比表面積來適當地選擇作為原料使用的發煙氧化矽，不需要變更製造條件，即可任意控制多孔質球狀氧化矽的比表面積。此外，本發明所使用的發煙氧化矽，還可將比表面積不同者混合使用。

【0032】如上述般的發煙氧化矽已有產品在商業販售，可使用例如Tokuyama公司的Reolosil的各種親水性級別的產品、日本AEROSIL公司的AEROSIL的各種親水性級別的產品、旭化成Wacker Silicone公司的乾式氧化矽HDK

的各種親水性級別的產品等。

【0033】另外，一般而言，發煙氧化矽為高純度，幾乎不含鹼金屬等的雜質，因此也可讓所製造出的多孔質球狀氧化矽的鹼金屬含量極少。

【0034】該步驟的溶劑必須為水，而在不阻礙乳劑形成或後續的凝膠化的範圍亦可包含其他溶劑。另外，在為了促進後述凝膠化而使用潛在性鹼的情況，在使發煙氧化矽分散之前，先使其溶解於水中即可。

【0035】在溶劑中使發煙氧化矽分散的方法，以調製出在溶劑中預分散有發煙氧化矽的分散液，然後藉由破碎機等進行微分散為佳。用來微分散所可使用破碎機，若具體舉例，則有球磨機、珠磨機、振動磨機、釘盤式磨碎機、霧化器、膠體磨機、均質機、高壓均質機、超音波均質機。微分散後的分散程度，以藉由雷射繞射散射法測定分散液的粒度分佈時，D90值成為0.5μm以下為佳。

【0036】發煙氧化矽分散液中的氧化矽濃度，以在10wt%~30wt%的範圍為佳。另外，以15wt%以上為較佳，20wt%以上為特佳。發煙氧化矽分散液的氧化矽濃度愈高，凝膠化的進行速度愈快，然而在過濃的情況，會失去流動性，而難以製成發煙氧化矽分散液。

【0037】另外，發煙氧化矽分散液的凝膠化，會因為加熱而被加速。若在上述分散液調製步驟的階段發煙氧化矽分散液發生凝膠化，則在接下來的乳劑化的步驟W相難以成為球狀，極端的情況，乳劑的成形本身變得困難。所

以，在分散液調製步驟中，發煙氧化矽分散液的液溫以保存在室溫(20℃)左右以下為佳。在發煙氧化矽的比表面積或濃度高、凝膠化容易進行的情況等，冷卻至低於室溫的溫度(宜為15℃以下，較佳為12℃以下)也是有效的。

【0038】

(乳劑化步驟)

W/O乳劑調製步驟，是使藉由分散液調製步驟所得到的發煙氧化矽分散液在非水溶性溶劑中分散，而形成W/O乳劑的步驟。藉由形成這種W/O乳劑，分散質的發煙氧化矽分散液會因為表面張力等而成為球狀，因此藉由使以該球狀的形狀在非水溶性溶劑中分散的發煙氧化矽分散液凝膠化，可得到球狀凝膠化體。

【0039】在本製造方法之中，所使用的非水溶性溶劑，只要是具有可形成發煙氧化矽分散液與乳劑的程度的疏水性的溶劑即可。這種溶劑可使用例如烴類或鹵化烴類等的有機溶劑。較具體而言，可列舉己烷、庚烷、辛烷、壬烷、癸烷、流動石蠟、二氯甲烷、氯仿、四氯化碳、二氯丙烷等的非水溶性溶劑。這些溶劑之中，適合使用具有適當黏度的己烷、庚烷、癸烷。另外，還可因應必要將多種溶劑混合使用。另外，只要可形成發煙氧化矽分散液與乳劑，則亦可併用低級醇類等的親水性溶劑(作為混合溶劑來使用)。

【0040】非水溶性溶劑的使用量，只要在可形成W/O乳劑的範圍，則並未受到特別限定，一般而言，以相對於

發煙氧化矽分散液1體積份，非水溶性溶劑成為1~10體積份左右的量來使用。

【0041】在本製造方法之中，在形成上述W/O乳劑時，以添加界面活性劑為佳。所使用的界面活性劑，可使用W/O乳劑形成所使用的周知界面活性劑而沒有限制，陰離子系界面活性劑、陽離子系界面活性劑及非離子系界面活性劑之任一者皆可使用。這些界面活性劑之中，從容易形成W/O乳劑、不易混入鹼金屬的觀點看來，以非離子系界面活性劑為佳。尤其適合使用代表界面活性劑親水性及疏水性程度的HLB值為3以上5以下的界面活性劑。另外，此處「HLB值」意指由Griffin法所得到的HLB值。適合使用的界面活性劑的具體例子，可列舉去水山梨醇單油酸酯、去水山梨醇單硬脂酸酯、去水山梨醇單倍半油酸酯等。

【0042】界面活性劑的使用量與一般形成W/O乳劑時的量沒有不同。具體而言，相對於發煙氧化矽分散液100ml，適合採用在0.05g以上10g以下的範圍。

【0043】形成W/O乳劑時，使發煙氧化矽分散液在非水溶性溶劑中分散的方法，可採用W/O乳劑的周知的形成方法。從工業製造的容易性等的觀點看來，以利用機械乳化形成乳劑為佳，具體而言，可例示使用攪拌機、均質機等的方法。適合使用均質機。藉由該乳化步驟，可得到水相的液滴的粒度分佈尖銳的乳劑，因此最終得到的球狀多孔質氧化矽的粒度分佈也會是尖銳的。

【0044】

(凝膠化步驟)

凝膠化步驟接在在W/O乳劑調製步驟之後，是在發煙氧化矽分散液的液滴分散於非水溶性溶劑中的狀態下使發煙氧化矽分散液凝膠化的步驟。該凝膠化可藉由周知的方法來進行。例如藉由加熱至高溫的手段、或將發煙氧化矽分散液的pH調整成弱酸性至鹼性的手段，容易進行凝膠化。上述手段，從可主體地控制其反應的觀點看來為適合。另外，藉由前述方法調製出來，且並未進行pH調整的發煙氧化矽分散液，其pH一般而言會在3.0~4.5的範圍。

【0045】進行加熱的情況，應該注意不要超過所使用的各溶劑的沸點，凝膠化溫度的下限宜為50℃，較佳為60℃。上限宜為100℃以下，較佳為90℃以下。

【0046】上述pH調整，容易藉由預先在發煙氧化矽分散液中混合尿素等的藉由加熱而熱分解後呈鹼性的物質(稱為「潛在性鹼」)，並在凝膠化時加熱以使pH上昇的方法、或利用攪拌機等進行攪拌，維持形成W/O乳劑的狀態，同時將鹼添加至該乳劑中的方法來進行。

【0047】該鹼的具體例子，可列舉氨；氫氧化四甲基銨(TMAH)等的氫氧化四烷基銨類；三甲胺等的胺類；氫氧化鈉等的氫氧化鹼類；碳酸鈉、碳酸氫鈉等的鹼金屬碳酸鹽類；及鹼金屬矽酸鹽等。此外，上述攪拌的強度，只要強到W/O乳劑與鹼的混合發生的程度即可。

【0048】這些方法之中，從金屬元素不會混入的觀點

看來，以利用尿素等的潛在性鹼的熱分解的方法、或使用氨、氫氧化四烷基銨類、或胺類為佳。在pH調整使用氨的情況，能夠以氣體的形式灌入氨，或以氨水的形式來添加。從藉由加熱，可全體均勻地調整pH的觀點看來，以使用尿素來調整pH為特佳。

【0049】調整pH促進凝膠化時的pH，以調整添加量讓發煙氧化矽分散液的pH值上昇至4.5~8.0左右為特佳。使用潛在性鹼的情況也同樣，例如若表示使用尿素時的具體添加量，則相對於發煙氧化矽分散液，以1wt%以上為佳，2wt%以上為特佳。上限以7wt%以下為佳，5wt%以下為較佳。

【0050】藉由調整上述凝膠化條件或凝膠化時間，可控制該多孔質球狀氧化矽的破壞強度。凝膠化溫度高、凝膠化時間愈長，則凝膠化愈進行，微粒子狀氧化矽(一次粒子)彼此的結合變得愈堅固，因此多孔質球狀氧化矽的破壞強度變強。

在進行上述加熱或pH調整時，為了防止凝膠化體彼此凝集，以進行攪拌為佳。攪拌一般而言是使用周知的方法，若具體舉例，則可使用附有攪拌翼的攪拌機。

【0051】另外，凝膠化後，分散質會由液體狀變化成固體狀，因此系統並非W/O乳劑，而會是固體(凝膠化體)在疏水性溶劑中分散而成的分散液(Suspension)。

【0052】

(凝膠化體回收步驟)

在本製造方法之中，如上述方式，將所產生的凝膠化體由液中回收。回收凝膠化體的方法，可使用過濾或離心分離等一般的固液分離的方法，或可在該回收前先進行WO相分離。WO相分離是指將前述凝膠化體分散液分離成O相與W相兩層，一般也被稱為解乳化的操作。此處，藉由前述凝膠化步驟所得到的凝膠化體會存在於所分離出來的W相側。藉由將其與O相分離，容易利用過濾等的固液分離來回收凝膠化體。

【0053】前述WO相分離方法，可適當地選擇周知的解乳化方法來實施，宜為藉由將解乳化時通常使用的一定量的水溶性有機溶劑添加至凝膠化體分散液，並且加熱，分離成O相與W相來進行。若經過此步驟，一般而言，上層會成為O相(主要是包含有機溶劑的層)，下層會成為W相(包含水性有機溶劑與凝膠化體的水層)。

【0054】上述水溶性有機溶劑，可列舉丙酮、甲醇、乙醇、異丙醇等。其中，特別適合使用異丙醇。

【0055】上述水溶性有機溶劑的添加量，以依照乳劑形成時所使用的HLB為3以上5以下的界面活性劑的種類及量來調整為佳。例如在界面活性劑使用去水山梨醇單油酸酯的情況，可藉由相對於非水溶性有機溶劑的質量，添加以質量計1/6~1/2倍程度(水溶性有機溶劑/非水溶性有機溶劑)的水溶性有機溶劑，因應必要在攪拌後靜置，適當地進行解乳化。

【0056】在WO相分離之中，界面活性劑會被轉移(萃

取)至O相側，因此藉由將O相除去，可得到沒有混入來自界面活性劑的雜質之多孔質球狀氧化矽。

【0057】另外，前述加熱的溫度範圍為50℃以上，宜為50~80℃左右，較佳為60~70℃左右。

【0058】如上述般，在將水溶性有機溶劑添加至凝膠化體分散液之後，為了防止凝膠化體彼此凝集，宜進行攪拌。攪拌一般而言可使用周知的方法，若具體舉例，則可使用附攪拌翼的攪拌機。混合的程度並未受到特別限制，只要在液面會因為攪拌而旋轉的程度即可，利用攪拌機的攪拌若舉例，則為0.1~3.0kW/m^3，宜為0.5~1.5kW/m^3。另外，攪拌時間以0.5~24小時，宜為0.5~1小時左右為適當。

【0059】上述WO相分離之後，進行含凝膠化體的前述W相的回收。具體而言，可藉由傾析法等將O相(上層)分離除去。

【0060】藉由將回收到的W相中所含的凝膠化體固液分離，進行回收，並且乾燥，可得到本發明之多孔質球狀氧化矽。雖然可使用一般的乾燥的方法，但是尤其為了抑制粒子彼此的凝集，以採用流動的乾燥方法為佳。具體而言，可列舉振動乾燥、氣流乾燥、噴霧乾燥等。另外，藉由在乾燥前將溶劑置換成表面張力低的有機溶劑，或將固液分離後的濾餅以這些有機溶劑清洗，亦可抑制粒子彼此的凝集。上述有機溶劑，從容易置換出殘存於細孔內部的水的觀點看來，以水溶性為佳。具體的水溶性有機溶劑的例子有丙酮、甲醇、乙醇、異丙醇等。

藉由溶劑置換或清洗，亦可調節細孔內部的乾燥收縮，因此可藉由適度的乾燥收縮來控制細孔容積。在進行溶劑置換的情況，藉由降低上述水溶性有機溶劑的濃度，增加水的比例，乾燥收縮變得容易發生，細孔容積會變小。相反地，若上昇水溶性有機溶劑的濃度，則乾燥收縮受到抑制，細孔容積有變高的傾向。在進行清洗的情況，藉由減少水溶性有機溶劑的使用量，細孔容積會變小。

乾燥時的溫度以從發煙氧化矽分散液的調製到乾燥所使用的各種溶劑之中沸點最高的溶劑的沸點以上為佳，壓力以在常壓或減壓下進行為佳。此外，上述「沸點以上」意指在乾燥時的壓力下的溶劑的沸點以上。

【0061】本發明之多孔質球狀氧化矽在乾燥後亦可進一步燒成。藉由燒成，可除去有機物或調整破壞時的測試力。在目的為除去有機物的情況，燒成溫度只要在本發明之製造方法之中所使用的各有機物的沸點以上即可。另外，在目的為調整破壞時的測試力的情況，只要以可得到目標值的方式來調整燒成條件即可，一般而言，燒成時間愈長、燒成溫度愈高，破壞時的測試力會有變高的傾向。具體而言，藉由在700~1000℃的溫度燒成10小時左右，不會發生粒子的凝集，可提高破壞時的測試力。燒成溫度以在750℃以上為佳，850℃以上為較佳。燒成時間以8小時以上為佳，9小時以上為較佳。此外，若在1000℃以上的溫度燒成，則粒子彼此的凝集容易發生。

【0062】乾燥後的多孔質球狀氧化矽、或乾燥及燒成

後的多孔質球狀氧化矽，亦可進一步解碎。解碎可藉由一般的粉碎機等來進行，具體而言，已知有藉由球磨機、釘盤式磨碎機、振動磨機、珠磨機、噴射磨機、Masscolloder(商品名)等來進行處理的方法。解碎條件希望依照所使用的機器任意調整，只要在粒子不會被破壞，讓凝集解散的程度即可。

【0063】在上述製造方法之中，所得到的多孔質球狀氧化矽的粒徑，與在乳劑化步驟所調製出的W/O乳劑中的發煙氧化矽分散液的液滴(W相)直徑大致一致。所以必須設定分散條件來讓直徑落在目標範圍。控制W/O乳劑中的液滴直徑的方法已知有各種，只要適當地選擇、適用這些技術即可。調整液滴直徑的方法可使用周知的方法，具體而言有調整界面活性劑添加量的方法，或在乳化時藉由轉速或流量等來調整所施加的剪應力的方法。利用界面活性劑的添加量進行調整時，若界面活性劑的使用量多，則液滴容易變微細，若使用量少，則液滴容易變大。另外，在利用剪應力進行調整時，所施加的剪應力愈大，液滴容易變微細，剪應力愈小，液滴容易變大。

【0064】另外，細孔容積可藉由乾燥收縮來控制。乾燥收縮的控制方法可使用周知的方法，具體而言，可列舉藉由前述溶劑置換或清洗等來進行的方法、或冷凍乾燥或超臨界乾燥等在乾燥步驟方面下功夫的方法。另外，如本發明之製造方法般，藉由使用發煙氧化矽作為原料，因為發煙氧化矽具有凝集構造，會成為前述高的細孔半徑眾

數。比表面積可藉由適當地選擇作為原料使用的發煙氧化矽的比表面積來調整，另外還可藉由凝膠化時間來調整。此外，凝膠化時間愈短，比表面積會有愈高的傾向。

【0065】破壞時的測試力，如果提高凝膠化步驟中的凝膠化溫度，則會變大，相反地如果降低凝膠化溫度，則會變小，或者，如果延長凝膠化時間，則會變大，相反地如果縮短凝膠化時間，則會變小。也可藉由燒成條件來控制，燒成時間愈長、燒成溫度愈高，則破壞時的測試力愈高。

【0066】鹼金屬含有率，只要如前述般使用實質上不含鹼金屬的發煙氧化矽作為原料，其他原料也使用實質上不含鹼金屬的原料，業界人士充分注意避免污染(雜質混入)進行製造，即容易降低。此外，在目的為降低鹼金屬含有率的情況，可在固液分離後、乾燥前藉由水或有機溶劑等將濾餅洗淨。

[實施例]

【0067】以下揭示用來具體說明本發明的實施例。但是本發明不侷限於這些實施例。

【0068】

＜評估方法＞

對於所製造出的多孔質球狀氧化矽，針對以下項目進行評估。

【0069】

(利用雷射繞射測定粒度分佈、體積基準的累計粒徑)

在40ml的離子交換水中添加多孔質球狀氧化矽0.1g，使用超音波洗淨機(BRANSON製，BRANSONIC1510J-DTH)，使其分散30分鐘。使用Beckman Coulter股份有限公司製的LS 13 320來測定該分散液的粒度分佈。溶劑的折射率定為1.374，粒子的折射率定為1.46。由所得到的粒度分佈來評估體積基準的累計50%粒徑、累計10%粒徑及累計90%粒徑。

【0070】

(BJH細孔容積、細孔半徑(眾數)及BET比表面積的測定)

BJH細孔容積、細孔半徑(眾數)及BET比表面積的測定，是依照前述定義，藉由BELSORP-mini(日本BEL股份有限公司製)來進行。

【0071】

(觀察到試樣破壞時的測試力)

「觀察到試樣破壞時的測試力」的測定是依據前述定義，藉由微小壓縮測試機(島津製作所製，MCT-W510-J)來進行。另外，測定是以負荷速度38.7363mN/sec與0.4462mN/sec的兩個條件來進行。但是，負荷保存時間任一者皆定為10sec，測定時使用了直徑200μm的壓子。

【0072】

(鹼金屬含有率)

在多孔質球狀氧化矽1g中添加硝酸10ml與氫氟酸10ml，使其溶解。將前述溶液在180℃下加熱4小時，蒸發乾固

。在冷卻至室溫後，加入硝酸2ml與超純水18ml，將體積調整成20ml，而得到測定資料。使用感應耦合電漿發光分析裝置(Thermo Scientific製，ICAP650DUO)對所得到的測定試樣測定鹼金屬含有率。

(平均圓形度)

對於2000個以上的多孔質球狀氧化矽使用SEM(日立HighTechnologies製的S-5500、加速電壓3.0kV、二次電子偵測)以倍率1000倍進行觀察，對於所得到的SEM影像進行影像解析，依照前述定義計算出平均圓形度。

【0073】

＜實施例1＞

(分散液調製步驟)

在溶有尿素6.65g的離子交換水200ml中，以均質機(IKA製，T25BS1)攪拌下添加Reolosil QS-30(Tokuyama股份有限公司製)66g，使發煙氧化矽預分散之後，使用超音波均質機(BRANSON製，Sonifier SFX250)進行微分散，而得到發煙氧化矽分散液。藉由雷射繞射散射法測定分散後的液體的粒度分佈，結果D90值為0.19μm。此外，分散液調製步驟是在冷卻至10℃的冷卻器中進行。

【0074】

(W/O乳劑調製步驟)

由以上述方法調製出的發煙氧化矽分散液取出65.5g，添加分散有去水山梨醇單油酸酯(花王股份有限公司製

，Rheodol SP-010V)0.75g的癸烷129g之後，使用均質機，以4000轉/分的條件攪拌3分鐘，而得到W/O乳劑。

【0075】

(凝膠化步驟)

將所得到的W/O乳劑，使用翼徑60mm、翼寬20mm、斜角45度的4枚漿翼以300rpm的條件來攪拌，同時在80℃的水浴中保存3小時，進行凝膠化。

【0076】

(凝膠化體回收步驟)

加入異丙醇77g與水52g，在70℃下保存30分鐘，同時以攪拌翼攪拌。然後，藉由靜置分離成兩層，上層為O相，下層為W相。

【0077】接下來，藉由傾析法將O相與W相分離，並回收W相。

【0078】將所得到的凝膠化體藉由抽氣過濾機由W相過濾出來。將所回收的凝膠化體以150℃的條件藉由真空乾燥器乾燥12小時。將以這樣的方式所得到的多孔質球狀氧化矽的物性揭示於表1(以下的實施例、比較例也同樣地將所得到的多孔質球狀氧化矽的物性揭示於表1)。

【0079】

＜實施例2＞

除了將W/O乳劑調製步驟中的均質機的轉速變更為8600rpm，乾燥後以800℃燒成10小時之外，與實施例1同樣地進行，而得到多孔質球狀氧化矽。

＜實施例3＞

除了將作為原料的發煙氧化矽由Reolosil QS-30變更為Reolosil QS-40(Tokuyama股份有限公司製)，將凝膠化時間定為1小時之外，與實施例2同樣地進行，而得到多孔質球狀氧化矽。此外，分散液調製步驟後的發煙氧化矽分散液的D90值為0.15μm。

＜實施例4＞

除了在W/O乳劑調製步驟之中將均質機變更為攪拌翼，將轉速定為400rpm，攪拌時間定為1小時之外，與實施例1同樣地進行，而得到多孔質球狀氧化矽。

【0080】

＜實施例5＞

除了將W/O乳劑調製步驟中的均質機轉速變更為10000rpm，乾燥後以900℃燒成10小時之外，與實施例1同樣地進行，而得到多孔質球狀氧化矽。

＜實施例6＞

除了將W/O乳劑調製步驟中的均質機的轉速變更為3000rpm，在乾燥前將濾餅以100g的異丙醇清洗之外，與實施例2同樣地進行，而得到多孔質球狀氧化矽。

＜實施例7＞

除了在燒成步驟之中以600℃燒成1小時之外，與實施例2同樣地進行，而得到多孔質球狀氧化矽。

【0081】

＜比較例1＞

將與實施例1的分散液調整步驟同樣地調製出的發煙氧化矽分散液噴霧乾燥之後，在600℃下燒成1小時，而得到多孔質球狀氧化矽。

＜比較例2＞

在9g/100mL、SiO_2/Na_2O的莫耳比為3.1的矽酸鈉水溶液中添加10g/100mL的硫酸，並使pH成為2.9，調製出500mL的氧化矽凝膠。除了由該氧化矽凝膠取出66.5g，將發煙氧化矽分散液變更為前述氧化矽凝膠之外，與實施例2同樣地進行W/O乳劑調製步驟、凝膠化步驟、凝膠化體回收步驟，而得到凝膠化體。將所得到的凝膠化體裝入加壓過濾器，以水流通洗淨至濾液的導電率成為100μS/cm以下。此時，到濾液的導電率成為前述值為止需要5L離子交換水。將洗淨後的凝膠化體藉由真空乾燥器以150℃的條件乾燥12小時，而得到多孔質球狀氧化矽。

＜比較例3＞

在正矽酸四乙酯6.4mL與乙醇5.26mL的混合液中添加藉由鹽酸調整成pH2的離子交換水10.8mL，調製出氧化矽凝膠。此時，正矽酸四乙酯：離子交換水：乙醇的莫耳比

為1：20：3。除了取出該氧化矽凝膠66.5g，將發煙氧化矽分散液變更為前述氧化矽凝膠之外，與實施例2同樣地進行，而得到多孔質球狀氧化矽。

【0082】

(表1)

	D50[μm]	D10/D90	細孔容積 [ml/g]	細孔半徑的眾數 [nm]	比表面積 [m^2/g]	測試力[mN] (38.7363mN/sec)	測試力[mN] (0.4462mN/sec)	鹼金屬含有率[ppm]	平均圓形度
實施例1	15.1	0.46	2.1	25	255	14	0.42	9	0.88
實施例2	10.2	0.60	1.4	18	243	14	3.4	16	0.90
實施例3	11.4	0.55	1.6	18	326	18	3.8	13	0.84
實施例4	110.9	0.57	1.4	16	225	13	2.1	11	0.87
實施例5	5.0	0.52	2.1	22	275	19	4.0	19	0.85
實施例6	20.0	0.49	1.5	24	269	13	2.5	25	0.84
實施例7	10.0	0.55	1.8	18	231	13	1.0	12	0.88
比較例1	9.8	0.25	1.8	24	255	12	0.50	9	0.90
比較例2	10.5	0.55	0.4	18	654	25	5.5	155	0.86
比較例3	4.9	0.15	0.6	未測定	684	未測定	未測定	12	0.67

【0083】

＜評估結果＞

(實施例1~7)

如表1所示般，在實施例1~7之中，製作出了D10/D90為0.3以上、粒度分佈狹窄、鹼金屬含有率降低至50ppm以下的多孔質球狀氧化矽。這是因為如本發明之製造方法般，原料使用了發煙氧化矽，藉由乳劑法來成形。另外，在實施例1~7之中，所得到的多孔質球狀氧化矽D50皆在2~200μm的範圍，藉由BJH法測得的細孔容積皆在0.5~8ml/g的範圍，藉由BJH法測得的細孔半徑的眾數皆在5nm以上50nm以下的範圍，藉由BET法測得的比表面積皆在100m^2/g以上400m^2/g以下的範圍，依據JIS Z8844：2019所規定的方法，將負荷速度定為38.7363mN/sec，對於10個粒子所測得的「觀察到試樣破壞時的測試力」的算術平均值皆在1.0×10^{1}~1.0×10^{2}mN的範圍，將負荷速度定為0.4462mN/sec，對於10個粒子所測得的「觀察到試樣破壞時的測試力」的算術平均值皆在1.0×10^{-1}~1.0×10^{1}mN的範圍。

在實施例1~7可得到各種D50值的多孔質球狀氧化矽，而任一者皆可藉由變更乳化時的轉速或乳化裝置，調整W/O乳劑的液滴直徑來控制，在本發明之製造方法中，不需大幅變更製造程序，可輕易控制多孔質球狀氧化矽的D50值。

【0084】

(實施例3)

實施例3的多孔質球狀氧化矽，與實施例1相比，呈現較高比表面積。這是因為藉由使用比表面積高於實施例1

的發煙氧化矽以及縮短凝膠化時間，抑制了凝膠化(熟成)的進行造成的比表面積降低。像這樣，藉由適當地選擇作為原料使用的發煙氧化矽以及調整凝膠化時間，可任意調整比表面積。

(實施例5)

實施例5的多孔質球狀氧化矽，與實施例1、2相比，破壞時的測試力呈現較高的值。這是因為相對於實施例1而言加入了燒成步驟、以及相較於實施例2提高了燒成溫度。像這樣，藉由加入燒成步驟或調整燒成步驟中的燒成條件，可控制破壞時的測試力。

【0085】

(比較例1)

藉由噴霧乾燥成形的比較例1的多孔質球狀氧化矽，D10/D90不滿0.3，粒度分佈寬。像這樣，藉由噴霧乾燥難以得到D10/D90超過0.3、粒度分佈狹窄的多孔質球狀氧化矽。

(比較例2)

使用矽酸鈉作為原料的比較例2的多孔質球狀氧化矽，與實施例1~7相比，呈現較高的鹼金屬含有率。上述高鹼金屬含有率，被認為是因為來自矽酸鈉的鈉殘存於多孔質球狀氧化矽中。比較例2是在凝膠化體回收步驟之後，流通離子交換水來進行洗淨，將凝膠化體充分洗淨至

濾液的導電率成為100μS/cm以下，然而無法降低鹼金屬含有率。像這樣，在使用矽酸鈉作為原料的情況，難以得到降低鹼金屬含有率的多孔質球狀氧化矽。

(比較例3)

使用正矽酸四乙酯作為原料的比較例3的多孔質球狀氧化矽，圓形度低於0.8。這被認為是因為正矽酸四乙酯凝膠化時，產生乙醇，乳劑會不安定化，而難以維持球狀。根據上述特徵，正矽酸四乙酯不適合於利用乳劑法進行的球狀成形。

【發明申請專利範圍】

【請求項1】一種多孔質球狀氧化矽，其特徵為：

藉由雷射繞射散射法所測得的體積基準的累計50%粒徑(D50)在2~200μm的範圍，

同樣的累計10%粒徑(D10)與累計90%粒徑(D90)之比(D10/D90)為0.3以上，

藉由BJH法測得的細孔容積為0.5ml/g以上8ml/g以下，

依據JIS Z8844：2019所規定的方法，將負荷速度定為38.7363mN/sec，對於10個粒子所測得的「觀察到試樣破壞時的測試力」的算術平均值為1.0×10^{1}~1.0×10^{2}mN，

鹼金屬含有率為50ppm以下。

【請求項2】一種多孔質球狀氧化矽，其特徵為：

藉由雷射繞射散射法所測得的體積基準的累計50%粒徑(D50)在2~200μm的範圍，

同樣的累計10%粒徑(D10)與累計90%粒徑(D90)之比(D10/D90)為0.3以上，

藉由BJH法測得的細孔容積為0.5ml/g以上8ml/g以下，

依據JIS Z8844所規定的方法，將負荷速度定為0.4462mN/sec，對於10個粒子所測得的「觀察到試樣破壞時的測試力」的算術平均值為1.0×10^{-1}~1.0×10^{1}mN，

鹼金屬含有率為50ppm以下。

【請求項3】一種多孔質球狀氧化矽，其特徵為：

藉由雷射繞射散射法所測得的體積基準的累計50%粒徑(D50)在2~200μm的範圍，

同樣的累計10%粒徑(D10)與累計90%粒徑(D90)之比(D10/D90)為0.3以上，

藉由BJH法測得的細孔容積為0.5ml/g以上8ml/g以下，

藉由BJH法測得的細孔半徑的眾數為5nm以上50nm以下，

藉由BET法測得的比表面積為100m^2/g以上400m^2/g以下，

鹼金屬含有率為50ppm以下。

【請求項4】一種研磨劑，其係包含如請求項1至3中任一項之多孔質球狀氧化矽。

【請求項5】一種化妝品，其係包含如請求項1至3中任一項之多孔質球狀氧化矽。

【請求項6】一種樹脂組成物，其係包含如請求項1至3中任一項之多孔質球狀氧化矽。

【請求項7】一種多孔質球狀氧化矽的製造方法，其係包含下述步驟而成：

調製出由分散有發煙氧化矽的水相與以非水溶性溶劑為主成分的有機相所形成的W/O乳劑的步驟；

將乳劑加熱，使水相凝膠化，而得到多孔質球狀氧化矽分散液的步驟；及

由液中回收所產生的多孔質球狀氧化矽的步驟。

【請求項8】如請求項7之多孔質球狀氧化矽的製造方法，其中分散有發煙氧化矽的水相進一步溶解有尿素。

【請求項9】如請求項7或8之多孔質球狀氧化矽的製造方法，其中包含將由液中回收的多孔質球狀氧化矽乾燥的步驟、或乾燥後進一步燒成的步驟。