

【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26年11月27日(2014.11.27)

【公開番号】特開2013-95635(P2013-95635A)

【公開日】平成25年5月20日(2013.5.20)

【年通号数】公開・登録公報2013-025

【出願番号】特願2011-240104(P2011-240104)

【国際特許分類】

C 01 B 31/36 (2006.01)

【F I】

C 01 B 31/36 601H

【手続補正書】

【提出日】平成26年10月8日(2014.10.8)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0028

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0028】

[合成例2]

水ガラス溶液(富士化学(株)製: SiO<sub>2</sub>/Na<sub>2</sub>O(モル比)=3.20)140gに、水35gを加えて混合し、Si濃度10質量%の水ガラス溶液を得た。

得られた水ガラス水溶液66.2gを硫酸濃度10.7体積%の硫酸(水165.6mlに濃硫酸20mlを混合したもの)200g中に滴下し、常温(25℃)下で沈降性シリカを析出させた後、減圧下でブフナー漏斗を用いて固液分離し、SiO<sub>2</sub>を含む固体分(沈降性シリカ)28.9gと、不純物を含む液分237.3gを得た。なお、pHは滴下終了時まで1.0以下に保った。

得られたSiO<sub>2</sub>を含む固体分(沈降性シリカ)に対して、常温(25℃)下で硫酸濃度10.7体積%の硫酸を200g添加してpHが3.0未満のスラリーとした。このスラリーを固液分離した後に、得られた固体分を、蒸留水を用いて水洗した。その後、水洗した固体分を105℃で1日乾燥させ、高純度シリカ14.5gを得た。

得られた高純度シリカにカーボン(東海カーボン社製:平均粒径1mm)を2.8g加えて混合し、高純度シリカとカーボンの混合物を得た。

得られた高純度シリカとカーボンの混合物中の不純物(B、P、Al、Cu、Fe、Mg、Ca、Ni、Ti)の濃度を、上述した分析方法を用いて測定した。その結果を表1に示す。

得られた高純度シリカとカーボンの混合物は、Siの回収率が97.0%であった。

また、得られた高純度シリカとカーボンの混合物(C/SiO<sub>2</sub>のモル比:3.5)10gを管状炉に入れて、1650℃で3時間、アルゴン雰囲気下で焼成した。得られた焼成物についてX線回析を行った。結果を図3に示す。