

【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 3 区分

【発行日】平成 18 年 1 月 5 日 (2006.1.5)

【公表番号】特表 2005-507968 (P2005-507968A)

【公表日】平成 17 年 3 月 24 日 (2005.3.24)

【年通号数】公開・登録公報 2005-012

【出願番号】特願 2003-540262 (P2003-540262)

【国際特許分類】

**C 0 9 C 1/36 (2006.01)**

**C 0 1 G 23/04 (2006.01)**

**C 0 9 C 3/06 (2006.01)**

【F I】

C 0 9 C 1/36

C 0 1 G 23/04 B

C 0 9 C 3/06

【手続補正書】

【提出日】平成 17 年 7 月 12 日 (2005.7.12)

【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】

容易に分散する高耐久性の二酸化チタン顔料を製造する方法であって、

A. (1) 二酸化チタン粒子のスラリーを 85 ~ 100 の温度に加熱する工程と、

(2) 前記スラリーに、水溶液としてクエン酸を加えて、混合物を形成する工程と、

(3) 前記混合物の pH を 10 以上に調整する工程と、

(4) 前記混合物に、水溶液として十分なケイ酸ナトリウムを加えて、前記スラリー中の前記二酸化チタン粒子の重量を基準にして 1 ~ 3 % のシリカを、前記粒子の表面に堆積させる工程と、

(5) 無機酸を 1 時間かけて加えることによって、前記スラリーを中和し、それによってシリカ被覆二酸化チタン粒子のスラリーを形成する工程、ならびに

B. (1) 前記シリカ被覆二酸化チタン粒子のスラリーの温度を 55 ~ 90 の温度に調整する工程と、

(2) 工程 B (1) の前記スラリーに、水溶液としての十分なアルミン酸ナトリウムを加え、形成された混合物の pH を、無機強酸を加えることによって 5 ~ 9 に調整し、工程 A (1) の前記スラリー中に存在する二酸化チタン粒子の重量を基準にして 1 ~ 4 % の、 $Al_2O_3$  としてのアルミナを、前記シリカ被覆粒子の表面に堆積させ、得られた混合物を 15 ~ 30 分間温浸させる工程

を順次含むことを特徴とする方法。

【請求項 2】

水スラリー中の二酸化チタン粒子を、ケイ酸ナトリウムおよびアルミン酸ナトリウムの水溶液を用いて湿式処理し、シリカの第 1 のコーティング、それに続くアルミナの第 2 のコーティングを有する二酸化チタンを形成する、二酸化チタン粒子を製造する改良された方法であって、

ケイ酸ナトリウム溶液の添加の前に、前記二酸化チタンスラリーにクエン酸を加える工程を含むことを特徴とする方法。

## 【手続補正2】

【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】

(分散性試験)

実施例2に従って製造された $\text{TiO}_2$ 顔料の分散性を求め、市販の $\text{TiO}_2$ 顔料と比較した。一般に、この測定は、広範囲の分散エネルギーにまたがる異なる2つの条件下で、顔料をアルキドビヒクルに分散させることによって行った。次いで、得られた分散体を、追加のビヒクルで溶かし、ヘグマンガージ(Hegman gauge)を使用して、清澄性(分散されていない粒子の数)について試験した。この数は、最小であることが望ましく、このような低い値は、最も穏やかな粉碎条件下で得られた。この手順のより厳密な説明は、実施例2の本文中で提供する。

以下に、本発明の好ましい態様を示す。

1. 容易に分散する高耐久性の二酸化チタン顔料を製造する方法であって、
  - A. (1) 二酸化チタン粒子のスラリーを85~100の温度に加熱する工程と、
    - (2) 前記スラリーに、水溶液としてクエン酸を加えて、混合物を形成する工程と、
    - (3) 前記混合物のpHを10以上に調整する工程と、
    - (4) 前記混合物に、水溶液として十分なケイ酸ナトリウムを加えて、前記スラリー中の前記二酸化チタン粒子の重量を基準にして1~3%のシリカを、前記粒子の表面に堆積させる工程と、
    - (5) 無機酸を1時間かけて加えることによって、前記スラリーを中和し、それによってシリカ被覆二酸化チタン粒子のスラリーを形成する工程、ならびに
  - B. (1) 前記シリカ被覆二酸化チタン粒子のスラリーの温度を55~90の温度に調整する工程と、
    - (2) 工程B(1)の前記スラリーに、水溶液としての十分なアルミン酸ナトリウムを加え、形成された混合物のpHを、無機強酸を加えることによって5~9に調整し、工程A(1)の前記スラリー中に存在する二酸化チタン粒子の重量を基準にして1~4%の、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ としてのアルミナを、前記シリカ被覆粒子の表面に堆積させ、得られた混合物を15~30分間温浸させる工程を順次含むことを特徴とする方法。
2. 前記方法を、バッチプロセスまたは連続プロセスとして使用することを特徴とする1.に記載の方法。
3. 工程A(1)において、前記スラリーを、90~95の温度に加熱することを特徴とする1.に記載の方法。
4. 前記クエン酸を、前記二酸化チタン粒子の重量を基準にして0.1~2%の濃度で前記スラリーに添加することを特徴とする1.に記載の方法。
5. 前記クエン酸を、0.3~0.5%の濃度で添加することを特徴とする4.に記載の方法。
6. 前記無機強酸が、硝酸、塩酸、および硫酸からなる群から選択されることを特徴とする1.に記載の方法。
7. 工程B(2)において、アルミン酸ナトリウム溶液の添加と、無機酸の添加によるpH調整とを、同時に行うことを特徴とする1.に記載の方法。
8. 二酸化チタン粒子を製造する改良された方法であって、水スラリー中の前記粒子を、ケイ酸ナトリウムおよびアルミン酸ナトリウムの水溶液を用いて湿式処理し、シリカの第1のコーティング、それに続くアルミナの第2のコーティングを有する二酸化チタンを形成し、前記改良が、ケイ酸ナトリウム溶液の添加の前に、前記二酸化チタンスラリーにクエン酸を加える工程を含むことを特徴とする方法。