

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号
特許第7675205号
(P7675205)

(45)発行日 令和7年5月12日(2025.5.12)

(24)登録日 令和7年4月30日(2025.4.30)

(51)国際特許分類 F I
C 0 1 F 7/785(2022.01) C 0 1 F 7/785
C 0 1 G 9/00 (2006.01) C 0 1 G 9/00 B

請求項の数 5 (全19頁)

(21)出願番号	特願2023-559457(P2023-559457)	(73)特許権者	722010585 セトラスホールディングス株式会社 香川県高松市磨屋町8番地1
(86)(22)出願日	令和4年9月16日(2022.9.16)	(74)代理人	100099759 弁理士 青木 篤
(86)国際出願番号	PCT/JP2022/034809	(74)代理人	100123582 弁理士 三橋 真二
(87)国際公開番号	WO2023/084917	(74)代理人	100139022 弁理士 小野田 浩之
(87)国際公開日	令和5年5月19日(2023.5.19)	(74)代理人	100192463 弁理士 奥野 剛規
審査請求日	令和6年2月8日(2024.2.8)	(74)代理人	100169328 弁理士 藤本 健治
(31)優先権主張番号	特願2021-183300(P2021-183300)	(72)発明者	黒木 祐輔 香川県坂出市林田町4035 協和化学
(32)優先日	令和3年11月10日(2021.11.10)		最終頁に続く
(33)優先権主張国・地域又は機関	日本国(JP)		

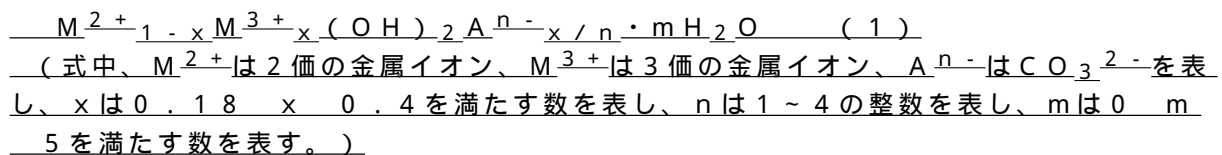
(54)【発明の名称】 イオン交換されたハイドロタルサイトの製造方法

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

イオン交換されたハイドロタルサイトの製造方法であって、
粉末状又はペースト状のハイドロタルサイトと酸水溶液とを、混合後の水分量が10～60質量%の範囲内となるように混合して反応させる第1工程と、
前記第1工程で得られた反応物を、洗浄工程を経ずに乾燥して粉碎する第2工程と、
を含み、
前記粉末状又はペースト状のハイドロタルサイトの水分量が0～60質量%の範囲内であり、
前記粉末状又はペースト状のハイドロタルサイトが下記式(1)で表されるハイドロタル

サイトであることを特徴とする、前記製造方法。



【請求項2】

前記式(1)中の M^{2+} が Mg^{2+} 及び Zn^{2+} のうちの少なくとも1種の金属イオンであり、 M^{3+} が Al^{3+} であることを特徴とする、請求項1に記載の製造方法。

【請求項3】

前記酸水溶液に含まれる酸が、無機酸、無機酸塩類、有機酸及び有機酸塩類からなる群

より選ばれる少なくとも一種の酸であることを特徴とする、請求項 1 に記載の製造方法。

【請求項 4】

前記酸水溶液の水分量が 10 ~ 70 質量%の範囲内であることを特徴とする、請求項 1 に記載の製造方法。

【請求項 5】

前記第 1 工程は、前記粉末状又はペースト状のハイドロタルサイトに対して前記酸水溶液を投入する工程を更に含み、前記酸水溶液の投入速度が、ハイドロタルサイトの質量に対して 0.5 ~ 710 質量%/分であることを特徴とする、請求項 1 に記載の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

10

【0001】

本発明は、イオン交換されたハイドロタルサイトの製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

一般に、2種類の物質を混合する場合、粉体(固体)同士の混合よりも液体(スラリー)同士の混合の方が均一に分散しやすいため、より均一な混合物を得ることができる。これは、ハイドロタルサイト類化合物(以下、単に「ハイドロタルサイト」と称する。)のイオン交換(インターカレーション)においても同様であり、ハイドロタルサイトを十分にイオン交換するためには、液体同士で混合して、反応させる必要があると常識的に考えられている。

20

【0003】

ハイドロタルサイトをイオン交換する一般的な方法、すなわちイオン交換されたハイドロタルサイトの一般的な製造方法としては、再構築法、イオン交換法、及び共沈法の3つの方法が知られており、ホスト物質としてのハイドロタルサイトとゲスト物質(インターカレーションされる物質)との組み合わせ等に応じて適切な方法が選択される。

【0004】

ここで、再構築法とは、ハイドロタルサイトを予め高温で焼成して、ハイドロタルサイトから炭酸及び層間水の少なくとも一部を脱離させて得た熱分解物を、水などの溶媒中でゲスト物質と共存させることにより、熱分解物がハイドロタルサイトに戻る際にゲスト物質を層間に取り込ませる方法である。具体的には、ハイドロタルサイトを高温で焼成する工程と、ハイドロタルサイトの熱分解物を水などの溶媒中でゲスト物質と共存させることにより両者を反応させる工程と、固体の反応生成物を反応液から分離する工程と、分離した固体の反応生成物を乾燥して粉砕する工程と、を含む方法である。

30

【0005】

また、イオン交換法とは、ハイドロタルサイトとアニオン性のゲスト物質とを溶媒中で混合することにより、ハイドロタルサイトの層間にゲスト物質をインターカレートする方法である。具体的には、ハイドロタルサイトを溶媒に懸濁する工程と、ハイドロタルサイトの懸濁液(スラリー)にアニオン性のゲスト物質を含む溶液を滴下することにより両者を反応させる工程と、固体の反応生成物を反応液から分離する工程と、分離した固体の反応生成物を乾燥して粉砕する工程と、を含む方法である。このようなイオン交換法の一例として、例えば、特許文献 1 には、炭酸イオン型の層状複水酸化物(LDH)を出発物質として、少ない種類及び量の試薬を用いて簡便且つ迅速に脱炭酸イオン反応を行うことにより、結晶外形、結晶構造及び結晶性を保ったまま、陰イオン交換性に優れたLDHを製造することができる方法が提案されている。

40

【0006】

そして、共沈法とは、ゲスト物質を水中に溶解又は懸濁させた液中に、ハイドロタルサイトの原料である2価金属イオン塩の溶液と3価金属イオン塩の溶液を滴下することにより、ゲスト物質を包含したハイドロタルサイトを合成する方法である。

【先行技術文献】

【特許文献】

50

【 0 0 0 7 】

【文献】国際公開第 2 0 1 2 / 1 0 2 1 5 1 号

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【 0 0 0 8 】

しかしながら、従来の再構築法では、ハイドロタルサイトを高温で焼成する工程が不可欠であり、また、イオン交換法と共沈法では、溶液や懸濁液の混合工程が不可欠であるため、工程が煩雑になるとともに、大掛かりな設備が必要であった。

なお、イオン交換法の一例である特許文献 1 の方法においても、炭酸イオン型の LDH を、酸性化合物を含む有機溶媒と接触させる必要があるため、有機溶媒の取り扱いや廃液処理等の対応が不可欠となり、結果的に工程が煩雑になるとともに、大掛かりな設備が必要であった。

10

また、これら従来の方法は、目的とするイオン交換量に対し、過剰量のゲスト物質が必要となるため、反応後に系内に残る過剰量のゲスト物質やゲスト物質に起因する副生物（以下、単に「副生物等」と称することがある。）を除去するための洗浄工程が不可欠であり、洗浄工程用の設備や廃液処理等の対応が必要であった。

【 0 0 0 9 】

そこで、本発明は、イオン交換されたハイドロタルサイトの製造方法であって、煩雑な工程を伴わず且つ大掛かりな設備も必要とせず、ハイドロタルサイトを、副生物等の生成を抑制しつつイオン交換することができる、新規な製造方法を提供することを目的とする。

20

【課題を解決するための手段】

【 0 0 1 0 】

本発明者らは、上記目的を達成するべく鋭意検討を行った結果、ハイドロタルサイト（ホスト物質）とゲスト物質を混合する際に、ホスト物質側のイオンとゲスト物質側のイオンの接触機会を確保し得る程度に、水分量を特定の範囲内に制限することで、ハイドロタルサイトを、副生物等の生成を抑制しつつも、十分にイオン交換することができることを見出した。本発明は、かかる知見に基づいて完成されたものであり、少なくとも以下の各態様を含むものである。

【 0 0 1 1 】

本発明の一態様（態様 1）は、イオン交換されたハイドロタルサイトの製造方法であって、

30

粉末状又はペースト状のハイドロタルサイトと酸水溶液とを、混合後の水分量が 1 0 ~ 6 0 質量%の範囲内となるように混合して反応させる第 1 工程と、

前記第 1 工程で得られた反応物を、洗浄工程を経ずに乾燥して粉砕する第 2 工程と、を含むことを特徴とする、前記製造方法である。

【 0 0 1 2 】

本態様 1 の製造方法は、粉末状又はペースト状のハイドロタルサイトと酸水溶液とを、混合後の水分量が 1 0 ~ 6 0 質量%の範囲内となるように混合して反応させる第 1 工程を有していることで、従来の再構築法やイオン交換法、共沈法において不可欠であった、ハイドロタルサイトの焼成工程や過工程、反応後の洗浄工程等の煩雑な工程や大掛かりな設備を必要とせず、ハイドロタルサイトを、副生物等の生成を抑制しつつも、十分にイオン交換することができる。

40

【 0 0 1 3 】

さらに、従来の方法では、目的とするイオン交換量に対し、過剰量のゲスト物質が必要であったが、本態様 1 の製造方法は、目的とするイオン交換量に対して等量のゲスト物質で十分にイオン交換することができるため（すなわち、目的とするイオン交換量に対し、必要なゲスト物質が等量であるため）、イオン交換量の制御が容易である上、過剰量のゲスト物質や有機溶媒の残渣が発生しにくくなり、結果的に環境負荷を低減でき、生産コストにも優れるという利点がある。

50

【0014】

なお、本態様1の製造方法は、水に不溶なアニオンのイオン交換も可能であるため、各種用途に応じた様々な特殊品を生産することができるという利点もある。

【0015】

本発明の別の態様(態様2)では、上記態様1の製造方法において、前記粉末状又はペースト状のハイドロタルサイトが下記式(1)で表されるハイドロタルサイトであることを特徴とする。



(式中、 M^{2+} は2価の金属イオン、 M^{3+} は3価の金属イオン、 A^{n-} はn価のアニオンを表し、xは0.18 x 0.4を満たす数を表し、nは1~4の整数を表し、mは0 m 5を満たす数を表す。)

10

【0016】

本態様2の製造方法は、粉末状又はペースト状のハイドロタルサイトが上記式(1)で表される汎用性の高いハイドロタルサイトであっても、副生物等の生成を抑制しつつ、十分にイオン交換することができるため、各種用途等に応じた幅広い製品設計を実現することができる。

【0017】

本発明の更に別の態様(態様3)では、上記態様2の製造方法において、前記式(1)中の M^{2+} が Mg^{2+} 及び Zn^{2+} のうちの少なくとも1種の金属イオンであり、 M^{3+} が Al^{3+} であることを特徴とする。

20

【0018】

本態様3の製造方法は、粉末状又はペースト状のハイドロタルサイトが上記特定のハイドロタルサイトであるため、上記態様2の効果をより確実に奏することができる。

【0019】

本発明の更に別の態様(態様4)では、上記態様2又は3の製造方法において、前記式(1)中の A^{n-} が CO_3^{2-} であることを特徴とする。

【0020】

本態様4の製造方法は、粉末状又はペースト状のハイドロタルサイトが上記特定のハイドロタルサイトであり、ハイドロタルサイトの層間に含まれるアニオンをイオン交換後にガス化させて(炭酸ガスとして)除去することができるため、より容易に副生物等を発生しにくくすることができ、洗浄工程等をより確実に不要とすることができる。

30

【0021】

本発明の更に別の態様(態様5)では、上記態様1~4のいずれかの製造方法において、前記粉末状又はペースト状のハイドロタルサイトの水分量が0~60質量%の範囲内であることを特徴とする。

【0022】

本態様5の製造方法は、粉末状又はペースト状のハイドロタルサイトの水分量が0~60質量%の範囲内にあるため、スラリー化して粘度が低下するようなことが生じにくく、第1工程の混合をより良好に行うことができる。

【0023】

本発明の更に別の態様(態様6)では、上記態様1~5のいずれかの製造方法において、前記酸水溶液に含まれる酸が、無機酸、無機酸塩類、有機酸及び有機酸塩類からなる群より選ばれる少なくとも一種の酸であることを特徴とする。

40

【0024】

本態様6の製造方法は、ゲスト物質となる酸水溶液に含まれる酸が上記特定の酸であるため、より確実に、ハイドロタルサイトを、副生物等の生成を抑制しつつ十分にイオン交換することができる。

【0025】

本発明の更に別の態様(態様7)では、上記態様1~6のいずれかの製造方法において、前記酸水溶液の水分量が10~70質量%の範囲内であることを特徴とする。

50

【 0 0 2 6 】

本態様 7 の製造方法は、酸水溶液の水分量が 10 質量%以上であることにより、反応性を一定以下に抑えて、粒子との表面反応が優先的に起きないようにすることができるため、塩類の副生や粒子の凝集などをより生じにくくすることができる。また、酸水溶液の水分量が 70 質量%以下であることにより、一定の反応性を確保することができるため、イオン交換反応をより確実にを行うことができる。

【 0 0 2 7 】

本発明の更に別の態様（態様 8）では、上記態様 1～7 のいずれかの製造方法において、前記第 1 工程は、前記粉末状又はペースト状のハイドロタルサイトに対して前記酸水溶液を投入する工程を更に含み、前記酸水溶液の投入速度が、ハイドロタルサイトの質量に対して 0.5～710 質量%/分であることを特徴とする。

10

【 0 0 2 8 】

本態様 8 の製造方法は、第 1 工程において、酸水溶液を上記特定の範囲内の速度で投入することにより、一定の生産性を確保しつつ、粒子との表面反応が優先的に起きないようにすることができるため、塩類の副生や粒子の凝集などを更に生じにくくすることができる。

【 発明の効果 】

【 0 0 2 9 】

本発明の製造方法によれば、従来の方法において不可欠であった煩雑な工程や大掛かりな設備を必要とせずに、ハイドロタルサイトを、副生物等の生成を抑制しつつも、十分にイオン交換することができる。

20

【 図面の簡単な説明 】

【 0 0 3 0 】

【 図 1 】 図 1 は、本発明の製造方法の第 1 工程における、ホスト物質としてのハイドロタルサイトと、ゲスト物質としての酸とのイオン交換反応を説明するための模式図である。

【 発明を実施するための形態 】

【 0 0 3 1 】

以下、本発明のイオン交換されたハイドロタルサイトの製造方法（以下、単に「本発明の製造方法」と称することがある。）について詳細に説明する。

【 0 0 3 2 】

[製造方法]

本発明の製造方法は、粉末状又はペースト状のハイドロタルサイトと酸水溶液とを、混合後の水分量が 10～60 質量%の範囲内となるように混合して反応させる第 1 工程と、該第 1 工程で得られた反応物を、洗浄工程を経ずに乾燥して粉碎する第 2 工程と、を含む製造方法である。

30

【 0 0 3 3 】

本発明の製造方法は、第 1 工程において、粉末状又はペースト状のハイドロタルサイトと酸水溶液とを、混合後の水分量が 10～60 質量%の範囲内となるように混合して反応させることで、従来の再構築法やイオン交換法、共沈法において不可欠であった、ハイドロタルサイトの焼成工程や過工程、反応後の洗浄工程等の煩雑な工程や大掛かりな設備を必要とせずに、ハイドロタルサイトを、副生物等の生成を抑制しつつ、十分にイオン交換することができる。

40

【 0 0 3 4 】

さらに、従来の方法では、目的とするイオン交換量に対し、過剰量のゲスト物質が必要であったが、本発明の製造方法は、目的とするイオン交換量に対して等量のゲスト物質で十分にイオン交換することができるため（すなわち、目的とするイオン交換量に対し、必要なゲスト物質が等量であるため）、イオン交換量の制御が容易である上、過剰量のゲスト物質や有機溶媒の残渣が発生しにくくなり、結果的に環境負荷を低減でき、生産コストにも優れるという利点がある。

【 0 0 3 5 】

50

なお、本発明の製造方法は、水に不溶なアニオンのイオン交換も可能であるため、各種用途に応じた様々な特殊品を生産することができるという利点もある。

【0036】

以下、本発明の製造方法の各工程について説明する。

【0037】

[第1工程]

本発明の製造方法において、第1工程は、粉末状又はペースト状のハイドロタルサイトと酸水溶液とを、混合後の水分量が10～60質量%の範囲内となるように混合して反応させる工程である。

【0038】

具体的には、第1工程は次のような手順で行われる。すなわち、所定量の粉末状又はペースト状のハイドロタルサイトを任意の攪拌手段を備えた反応容器内に供給し、攪拌しながら、これに所定量の酸水溶液を投入して、反応容器内の内容物を所定時間混合することにより、ホスト物質としてのハイドロタルサイトと、ゲスト物質としての酸とをイオン交換反応させる。この第1工程においては、ハイドロタルサイトと酸水溶液の混合物の水分量が混合物の全質量(100質量%)に対して10～60質量%の範囲内となるように、ハイドロタルサイトの含水量及び供給量、酸水溶液の水分濃度(すなわち、水分量)及び添加量、並びに必要に応じて追加の水分量などを調整する必要がある。粉末状又はペースト状のハイドロタルサイトと酸水溶液の混合後の水分量は、好ましくは20～60質量%の範囲内である。

【0039】

なお、本明細書において「混合後の水分量が10～60質量%の範囲内」とは、「混合物に含まれる水分量が混合物の全質量(100質量%)に対して10～60質量%の範囲内」であることを意味する。

【0040】

ここで、図1は、本発明の製造方法の第1工程における、ホスト物質としてのハイドロタルサイトと、ゲスト物質としての酸とのイオン交換反応を説明するための模式図である。なお、図1に示すイオン交換反応は、本発明の製造方法における第1工程の一例に過ぎず、本発明に用いられるハイドロタルサイト及び酸水溶液の種類等は、この図1に示すものに限定されない。

【0041】

図1に示すように、第1工程においては、ホスト物質としてのハイドロタルサイト1と、ゲスト物質としての酸2(HX)とを、10～60質量%という特定の水分量の存在下で混合するだけで、ハイドロタルサイト1の層間に含まれるアニオン(炭酸イオン; CO_3^{2-})と酸2(HX)から生じるアニオン(X^-)とをイオン交換させることができる。その結果、イオン交換されたハイドロタルサイト3を得ることができる。なお、図1に示す例においては、ハイドロタルサイト1の層間に含まれていた炭酸イオン(CO_3^{2-})は、イオン交換後に炭酸ガス(CO_2 ガス)として除去される。

【0042】

このようにして、本発明の製造方法は、第1工程において、粉末状又はペースト状のハイドロタルサイトと酸水溶液とを、10～60質量%という特定の水分量の存在下で混合して反応させることで、従来の再構築法やイオン交換法、共沈法において不可欠であった、ハイドロタルサイトの焼成工程や過工程、反応後の洗浄工程等の煩雑な工程や大掛かりな設備を必要とせず、ハイドロタルサイトを、副生物等の生成を抑制しつつ、十分にイオン交換することができる。さらに、本発明の製造方法では、目的とするイオン交換量に対して等量のゲスト物質で十分にイオン交換することができるため、イオン交換量の制御が容易である上、過剰量のゲスト物質や有機溶媒の残渣が発生しにくくなり、結果的に環境負荷を低減でき、生産コストにも優れるという利点がある。

【0043】

(粉末状又はペースト状のハイドロタルサイト)

本発明の製造方法において、原料として用い得るホスト物質のハイドロタルサイトは、粉末状又はペースト状のハイドロタルサイトであれば特に限定されず、公知の任意のハイドロタルサイトを採用することができる。なお、ペースト状のハイドロタルサイトは、通常、水分量が60質量%以下である所定の粘性と流動性を有するハイドロタルサイトであり、水分量が60質量%を超えるスラリー状のハイドロタルサイトとは、少なくともその水分量によって明確に区別される。

【0044】

本発明の製造方法において、原料として用いられる粉末状又はペースト状のハイドロタルサイトは、下記式(1)で表されるハイドロタルサイトであることが好ましい。



(式中、 M^{2+} は2価の金属イオン、 M^{3+} は3価の金属イオン、 A^{n-} はn価のアニオンを表し、xは0.18 ≤ x ≤ 0.4を満たす数を表し、nは1~4の整数を表し、mは0 ≤ m ≤ 5を満たす数を表す。)

【0045】

本発明の製造方法は、原料として用いられる粉末状又はペースト状のハイドロタルサイトが上記式(1)で表されるような汎用性の高いハイドロタルサイトであっても、副生物等の生成を抑制しつつ、十分にイオン交換することができるため、各種用途等に応じた幅広い製品設計を実現することができる。

【0046】

なお、粉末状又はペースト状のハイドロタルサイトは、上記式(1)中の M^{2+} が Mg^{2+} 及び Zn^{2+} のうちの少なくとも1種の金属イオンであり、 M^{3+} が Al^{3+} であることが更に好ましい。原料として用いられる粉末状又はペースト状のハイドロタルサイトがこのような特定のハイドロタルサイトであると、上述の効果をより確実に得ることができる。なお、金属種の更に好ましい組み合わせとしては、各種用途における汎用性の高さから、 $MgAl$ 、 $MgAlZn$ 及び $ZnAl$ が挙げられ、中でも $MgAl$ が特に好ましい。

【0047】

更に別の観点から、粉末状又はペースト状のハイドロタルサイトは、上記式(1)中の A^{n-} が CO_3^{2-} であることが好ましい。原料として用いられる粉末状又はペースト状のハイドロタルサイトがこのような特定のハイドロタルサイトであると、図1に示すようにハイドロタルサイトの層間に含まれるアニオンをイオン交換後にガス化させて(炭酸ガスとして)除去することができるため、より容易に副生物等を発生しにくくすることができ、洗浄工程等をより確実に不要とすることができる。

【0048】

本発明の製造方法において、粉末状又はペースト状のハイドロタルサイトの水分量(すなわち、含水量)は、酸水溶液との混合後の水分量を10~60質量%の範囲内に調整し得る程度の量であれば特に限定されないが、ペースト状のハイドロタルサイトに含まれる水分量の上限値として60質量%以下の水分量が挙げられる。なお、粉末状又はペースト状のハイドロタルサイトの水分量は、粉末状又はペースト状のハイドロタルサイトの全質量(100質量%)に対して、粉末状又はペースト状のハイドロタルサイトに含まれる水分の質量割合(質量%)を意味する。

【0049】

粉末状又はペースト状のハイドロタルサイトの水分量は、0質量%以上、すなわち0~60質量%の範囲内であることが好ましく、0~50質量%の範囲内であることが更に好ましく、0~10質量%の範囲内であることが特に好ましい。粉末状又はペースト状のハイドロタルサイトの水分量が0~60質量%の範囲内にあると、スラリー化して粘度が低下するようなことが生じにくく、第1工程の混合をより良好に行うことができる。

【0050】

(酸水溶液)

本発明の製造方法において、ゲスト物質の酸は、水に溶解させた酸水溶液の形態で用いられる。酸水溶液のpHは6以下である。酸水溶液に含まれる酸の種類は、特に限定され

10

20

30

40

50

ず、所望の製品品質等に応じた任意の酸を採用することができるが、無機酸、無機酸塩類、有機酸及び有機酸塩類からなる群より選ばれる少なくとも一種の酸であることが好ましい。ゲスト物質となる酸水溶液に含まれる酸がこのような特定の酸であると、より確実に、ハイドロタルサイトを、副生物等の生成を抑制しつつ十分にイオン交換することができる。

【0051】

酸水溶液に含まれ得る無機酸としては、特に限定されないが、例えば、塩酸、硝酸、リン酸、硫酸、炭酸、ホウ酸、ヨウ化水素酸、臭化水素酸、フッ化水素酸、塩素酸、過塩素酸、ホスホン酸、ヨウ素酸、亜硫酸、クロロスルホン酸などが挙げられる。これらの無機酸の中でも、硝酸、リン酸及び過塩素酸が好ましい。なお、酸水溶液に含まれ得る無機酸塩類としては、上述の無機酸のナトリウム塩、カリウム塩、マグネシウム塩、亜鉛塩、カルシウム塩、アンモニウム塩などが挙げられる。

10

【0052】

酸水溶液に含まれ得る有機酸としては、特に限定されないが、例えば、ギ酸、酢酸、クエン酸、シュウ酸、リンゴ酸、コハク酸、酪酸、プロピオン酸、グルコン酸、酒石酸、乳酸、フマル酸、アニオン性界面活性剤類などが挙げられる。これらの有機酸の中でも、酢酸、クエン酸、シュウ酸及びコハク酸が好ましい。なお、酸水溶液に含まれ得る有機酸塩類としては、上述の有機酸のナトリウム塩、カリウム塩、マグネシウム塩、亜鉛塩、カルシウム塩、アンモニウム塩などが挙げられる。

【0053】

本発明の製造方法において、酸水溶液の水分量は、粉末状又はペースト状のハイドロタルサイトとの混合後の水分量を10～60質量%の範囲内に調整し得る程度の量であれば特に限定されないが、酸水溶液の全質量(100質量%)に対して10～70質量%の範囲内であることが好ましく、20～50質量%の範囲内であることがより好ましい。酸水溶液の水分量が10質量%以上であると、反応性を一定以下に抑えて、粒子との表面反応が優先的に起きないようにすることができるため、塩類の副生や粒子の凝集などをより生じにくくすることができる。また、酸水溶液の水分量が70質量%以下であると、一定の反応性を確保することができるため、イオン交換反応をより確実に行うことができる。

20

【0054】

(酸水溶液の投入工程)

そして、本発明の製造方法において、酸水溶液は、所定量の粉末状又はペースト状のハイドロタルサイトが供給された任意の攪拌手段を備えた反応容器内に投入される。すなわち、本発明の製造方法において、第1工程は、粉末状又はペースト状のハイドロタルサイトを攪拌しながら、これに対して酸水溶液を投入する工程(以下、単に「酸水溶液の投入工程」と称することがある。)を更に含む。

30

【0055】

この酸水溶液の投入工程において、酸水溶液の投入速度は、本発明の効果を阻害しない限り特に制限されないが、ホスト物質となるハイドロタルサイトの質量(100質量%)に対して0.5～710質量%/分(投入時間:0.06～80分)であることが好ましく、1.0～8.5質量%/分(投入時間:5～42分)であることが更に好ましい。第1工程において、酸水溶液をこのような特定の範囲内の速度で投入すると、一定の生産性を確保しつつ、粒子との表面反応が優先的に起きないようにすることができるため、塩類の副生や粒子の凝集などを更に生じにくくすることができる。

40

【0056】

(混合工程)

そして、第1工程において、反応容器内の粉末状又はペースト状のハイドロタルサイト及び酸水溶液は、反応容器の攪拌手段によって所定時間混合される。すなわち、第1工程は、粉末状又はペースト状のハイドロタルサイトと酸水溶液を混合する工程(以下、単に「混合工程」と称することがある。)を更に含む。なお、かかる混合工程は、所定量の粉末状又はペースト状のハイドロタルサイトと、所定量の酸水溶液とを混合する工程である

50

ため、酸水溶液が所定量に満たない段階（すなわち、上述の酸水溶液の投入工程）は、混合工程には含まれない。

【0057】

この混合工程において、粉末状又はペースト状のハイドロタルサイトと酸水溶液の混合に用いられる、攪拌手段を備えた反応容器は、混合対象物に十分な応力を加えることによって混合対象物全体を混合し得るものであれば特に制限されず、当分野において公知の任意の混合機を採用することができる。そのような混合機としては、例えば、パッチ式ニーダー、プラネタリーミキサー、擂潰（ライカイ）機などが挙げられる。

【0058】

混合工程における各種条件（例えば、温度、時間等）は、粉末状又はペースト状のハイドロタルサイトと酸水溶液を十分に混合することができる条件であれば特に制限されず、例えば、混合温度（すなわち、イオン交換反応の反応温度）としては、20～80の範囲内の温度が挙げられる。

10

【0059】

なお、混合時間（すなわち、イオン交換反応の反応時間）は、用いる混合機の応力等に依りて適切な混合終了時点が異なるため、例えば、次のようにして設定することができる。まず、混合物10gをサンプリングし、それをイオン交換水100mLに懸濁させる。得られた懸濁液のpHを測定し、pHの変化がpH0.5/時間以下となった時点をもって混合終了時点（すなわち、反応終了点）とする。一般的な混合機を用いた場合、混合時間の目安は1～300分である。

20

【0060】

本発明の製造方法は、第1工程におけるこのような混合工程により、ホスト物質としてのハイドロタルサイトと、ゲスト物質としての酸とをイオン交換反応させることができる。そして、イオン交換反応後の反応物は、次の第2工程へ供される。

【0061】

[第2工程]

本発明の製造方法において、第2工程は、第1工程で得られた反応物を、洗浄工程を経ずに乾燥して粉砕する工程である。

【0062】

具体的には、第2工程は次のような手順で行われる。すなわち、第1工程で得られたペースト状の反応物を、洗浄工程を経ずにそのままの状態にて任意の乾燥機へ搬送し、該乾燥機内において乾燥する。次いで、乾燥後の反応物を任意の粉砕機へ搬送し、該粉砕機内において粉砕することにより、所定形状（例えば、粉末状、顆粒状等）のイオン交換されたハイドロタルサイトを得る。

30

【0063】

本発明の製造方法は、上述の第1工程において、粉末状又はペースト状のハイドロタルサイトと酸水溶液とを、10～60質量%という特定の水分量の存在下で混合して反応させることで、ハイドロタルサイトを、副生物等の生成を抑制しつつ、十分にイオン交換することができる上、特に、目的とするイオン交換量に対して等量のゲスト物質で十分にイオン交換することができ、過剰量のゲスト物質や有機溶媒の残渣が発生しにくくなっているため、第2工程においては、第1工程で得られたペースト状の反応物を、洗浄工程を経ずにそのままの状態にて乾燥して粉砕することができる。

40

【0064】

(乾燥工程)

第2工程において、第1工程で得られた反応物は、任意の乾燥機によって乾燥される。すなわち、第2工程は、第1工程で得られた反応物を乾燥する工程（以下、単に「乾燥工程」と称することがある。）を更に含む。

【0065】

この乾燥工程に用いられる乾燥機は、反応物を十分に乾燥し得るものであれば特に制限されず、公知の任意の乾燥機を採用することができる。そのような乾燥機としては、例え

50

ば、気流乾燥機、バンド乾燥機、真空乾燥機、噴霧乾燥機などが挙げられる。なお、乾燥工程における各種条件（例えば、温度、時間等）は、用いる乾燥機の種類や性能等に応じた任意の条件を採用することができる。

【0066】

（粉碎工程）

第2工程において、乾燥工程を経た乾燥後の反応物は、任意の粉碎機によって所定形状に粉碎される。すなわち、第2工程は、乾燥後の反応物を粉碎する工程（以下、単に「粉碎工程」と称することがある。）を更に含む。

【0067】

この粉碎工程に用いられる粉碎機は、乾燥後の反応物を所望の形状（例えば、粉末状、顆粒状等）に粉碎し得るものであれば特に制限されず、公知の任意の粉碎機を採用することができる。そのような粉碎機としては、例えば、ハンマーミル、ジェットミル、ボールミルなどが挙げられる。なお、粉碎工程における各種条件（例えば、時間等）は、用いる粉碎機の種類や性能等に応じた任意の条件を採用することができる。

10

【0068】

本発明の製造方法は、第2工程におけるこのような粉碎工程を経ることにより、所定形状のイオン交換されたハイドロタルサイトを得ることができる。

【0069】

なお、本発明の製造方法は、本発明の目的、趣旨を逸脱しない範囲内において、第1工程及び第2工程以外の任意の工程（例えば、分級工程等）を更に含むものであってもよい。また、本発明の製造方法は、上述した各形態や後述する実施例等に制限されることなく、本発明の目的、趣旨を逸脱しない範囲内において、適宜組み合わせや代替、変更等が可能である。

20

【実施例】

【0070】

以下、実施例及び比較例を例示して本発明を更に具体的に説明するが、本発明はこれら実施例のみに限定されるものではない。なお、以下の実施例においては、ハイドロタルサイトを「HT」と略称することがある。

【0071】

（実施例1）

炭酸イオン型ハイドロタルサイト（HT）類化合物 $Mg_{0.667}Al_{0.333}(OH)_2(CO_3)_{0.165} \cdot 0.5H_2O$ の粉末 50 g をライカイ機（株式会社 石川工場社製、石川式攪拌擂潰機 20号）に供給し、攪拌しながらこれに、下記の表1に示す配合比となるように 4 mol/L の硝酸水溶液 53 mL を 26 質量% / 分の速度で約 1 分かけて投入した。続いて 10 分間混合を継続して反応させ、ペースト状の反応物を得た。得られたペースト状の反応物を乾燥機（ヤマト科学株式会社製、Drying Oven DS44）で蒸発乾固し、粉碎機（不二パウダル株式会社製、サンプルミル KIIW-1）で粉碎した後、100メッシュの金網で篩過し、実施例1の試験用試料（イオン交換されたハイドロタルサイト）を得た。

30

【0072】

このようにして得られた実施例1の試験用試料について、PANalytical社製の「EMPYRIAN」を用いてX線回折法により構造を確認したところ、硝酸イオン型HT類化合物と炭酸イオン型HT類化合物との混合物であることがわかった。イオン交換量は、硝酸イオン型HT類化合物のX線による回折線強度（位置2 θ = 9.9°付近）をaとし、炭酸イオン型HT類化合物の回折線強度（位置2 θ = 11.6°付近）をbとして、回折強度比 a / b により求めた。実施例1の試験用試料の分析結果を下記の表1に示す。

40

【0073】

（比較例1）

炭酸イオン型HT類化合物 $Mg_{0.667}Al_{0.333}(OH)_2(CO_3)_{0.165}$

50

・ 0.5 H₂O の粉末 50 g を容積 1 L のビーカーに入れ、さらにイオン交換水を加えて 6 質量% の水性スラリーに調整した。この水性スラリーを 80 に加熱し、攪拌を実施した。そしてこの水性スラリーに、下記の表 1 に示す配合比となるように 4 mol/L の硝酸水溶液 53 mL を 26 質量%/分の速度で約 1 分かけて投入した。続いて 60 分間混合を継続して反応させ、スラリー状の反応物を得た。得られたスラリー状の反応物を吸引濾過器で脱水し、固形分に対して 20 倍量のイオン交換水で洗浄し、脱水を行った。得られた脱水物を乾燥機（ヤマト科学株式会社製、Drying Oven DS44）で蒸発乾固し、粉碎機（不二パウダル株式会社製、サンプルミル KIIW-1）で粉碎した後、100 メッシュの金網で篩過し、比較例 1 の試験用試料を得た。なお、イオン交換量は、実施例 1 と同様にして求めた。比較例 1 の試験用試料の分析結果を下記の表 1 に示す。

【0074】

【表 1】

		実施例 1	比較例 1
製造条件	原料HT	Mg _{0.667} Al _{0.333} (OH) ₂ (CO ₃) _{0.165} ・0.5H ₂ O	Mg _{0.667} Al _{0.333} (OH) ₂ (CO ₃) _{0.165} ・0.5H ₂ O
	原料HTの水分量（質量%） （性状）	0 （粉末）	94 （スラリー）
	ゲスト物質	HNO ₃	HNO ₃
	ゲスト物質の水分量（質量%） （性状）	21.9 （溶液）	21.9 （溶液）
	混合後の水分量（質量%） （性状）	42 （ペースト）	94 （スラリー）
	硝酸添加量（eq） ：NO ₃ /Al ₂ O ₃	2.1	2.1
	投入速度（質量%/分）	26	26
	投入時間（分）	1	1
	反応温度（°C）	25	80
	反応時間（分）	10	60
	反応後の工程 （第1工程後の工程）	乾燥・粉碎・分級	脱水・洗浄 乾燥・粉碎・分級
	反応物の硝酸含有量（eq） ：NO ₃ /Al ₂ O ₃	2.0	1.2
	回折強度比：a/b	46.9	2.3

【0075】

（実施例 2）

炭酸イオン型 HT 類化合物 Mg_{0.667}Al_{0.333}(OH)₂(CO₃)_{0.165}・0.5 H₂O の粉末 50 g をライカイ機（株式会社 石川工場社製、石川式攪拌擂潰機 20 号）に供給し、攪拌しながらこれに、下記の表 2 に示す配合比となるように 4 mol/L のリン酸水溶液 15 mL を 47.7 質量%/分の速度で約 1 分かけて投入した。続いて 10 分間混合を継続して反応させ、ペースト状の反応物を得た。得られたペースト状の反応物を乾燥機（ヤマト科学株式会社製、Drying Oven DS44）で蒸発乾固し、粉碎機（不二パウダル株式会社製、サンプルミル KIIW-1）で粉碎した後、100 メッシュの金網で篩過し、実施例 2 の試験用試料を得た。

【0076】

このようにして得られた実施例 2 の試験用試料について、PANalytical 社製の「EMPYRIAN」を用いて X 線回折法により構造を確認したところ、リン酸イオン型 HT 類化合物と炭酸イオン型 HT 類化合物との混合物であることがわかった。イオン交換量は、リン酸イオン型 HT 類化合物の X 線による回折線強度（位置 2 = 10.6° 付近）を c とし、炭酸イオン型 HT 類化合物の回折線強度（位置 2 = 11.6° 付近）を

bとして、回折強度比 c / bにより求めた。実施例 2 の試験用試料の分析結果を下記の表 2 に示す。

【 0 0 7 7 】

(比較例 2)

炭酸イオン型HT類化合物 $Mg_{0.667}Al_{0.333}(OH)_2(CO_3)_{0.165} \cdot 0.5H_2O$ の粉末 50 g を容積 1 L のビーカーに入れ、さらにイオン交換水を加えて 6 質量% の水性スラリーに調整した。この水性スラリーを 80 に加熱し、攪拌を実施した。そしてこの水性スラリーに、下記の表 2 に示す配合比となるように 4 mol / L のリン酸水溶液 15 mL を 47.7 質量% / 分の速度で約 1 分かけて投入した。続いて 60 分間混合を継続して反応させ、スラリー状の反応物を得た。得られたスラリー状の反応物を吸引濾過器で脱水し、固形分に対して 20 倍量のイオン交換水で洗浄し、脱水を行った。得られた脱水物を乾燥機 (ヤマト科学株式会社製、D r y i n g O v e n D S 4 4) で蒸発乾固し、粉碎機 (不二パウダル株式会社製、サンプルミル K I I W - 1) で粉碎した後、100メッシュの金網で篩過し、比較例 2 の試験用試料を得た。なお、イオン交換量は、実施例 2 と同様にして求めた。比較例 2 の試験用試料の分析結果を下記の表 2 に示す。

10

【 0 0 7 8 】

【表 2】

		実施例 2	比較例 2
製造 条件	原料HT	$Mg_{0.667}Al_{0.333}(OH)_2(CO_3)_{0.165} \cdot 0.5H_2O$	$Mg_{0.667}Al_{0.333}(OH)_2(CO_3)_{0.165} \cdot 0.5H_2O$
	原料HTの水分量 (質量%) (性状)	0 (粉末)	94 (スラリー)
	ゲスト物質	H_3PO_4	H_3PO_4
	ゲスト物質の水分量 (質量%) (性状)	40 (溶液)	40 (溶液)
	混合後の水分量 (質量%) (性状)	21 (ペースト)	94 (スラリー)
	リン酸添加量 (eq) : PO_4/Al_2O_3	1.0	1.0
	投入速度 (質量%/分)	47.7	47.7
	投入時間 (分)	1	1
	反応温度 (°C)	25	80
	反応時間 (分)	10	60
	反応後の工程 (第1工程後の工程)	乾燥・粉碎・分級	脱水・洗浄 乾燥・粉碎・分級
	反応物のリン酸含有量 (eq) : PO_4/Al_2O_3	1.0	0.9
	物	回折強度比 : c/b	0.7

20

30

【 0 0 7 9 】

(実施例 3)

炭酸イオン型HT類化合物 $Mg_{0.667}Al_{0.333}(OH)_2(CO_3)_{0.165} \cdot 0.5H_2O$ の粉末 1100 g をバッチ式ニーダー (不二パウダル株式会社製、P E L L E T E R E X D F - 6 0) に供給し、攪拌しながらこれに、下記の表 3 に示す配合比となるように 5.3 mol / L の過塩素酸水溶液 840 mL を 19.8 質量% / 分の速度で約 5 分かけて投入した。続いて 30 分間混合を継続して反応させ、ペースト状の反応物を得た。得られたペースト状の反応物を乾燥機 (ヤマト科学株式会社製、D r y i n g O v e n D S 4 4) で蒸発乾固し、粉碎機 (不二パウダル株式会社製、サンプルミル K I I W - 1) で粉碎した後、100メッシュの金網で篩過し、実施例 3 の試験用試料を得た。

40

【 0 0 8 0 】

50

このようにして得られた実施例 3 の試験用試料について、P A N a l y t i c a l 社製の「E M P Y R I A N」を用いて X 線回折法により構造を確認したところ、過塩素酸イオン型 H T 類化合物と炭酸イオン型 H T 類化合物との混合物であることがわかった。イオン交換量は、過塩素酸イオン型 H T 類化合物の X 線による回折線強度（位置 $2\theta = 19.5^\circ$ 付近）を d とし、炭酸イオン型 H T 類化合物の回折線強度（位置 $2\theta = 11.6^\circ$ 付近）を b として、回折強度比 d/b により求めた。実施例 3 の試験用試料の分析結果を下記の表 3 に示す。

【0081】

さらに、実施例 3 の試験用試料について、次のようにして粒子径を測定した。まず、0.2 質量%のヘキサメタリン酸ナトリウム水溶液 70 mL を 100 mL のガラスビーカーに採り、これに乾燥後の試験用試料の粉末を 0.7 g 入れ、3 分間の超音波処理を行った。この水溶液について、レーザー回折散乱式粒度分布装置（MT3000、日機装社製）を使用して、体積基準の累積 50% 粒子径（ d_{50} ）と $5\mu\text{m}$ 以上の粒子径の体積頻度（ $>5\mu\text{m}$ ）を測定した。粒子径の測定結果を下記の表 3 に示す。

【0082】

（実施例 4）

下記の表 3 に示す配合比となるように 5.3mol/L の過塩素酸水溶液 840 mL を 9.9 質量%/分の速度で約 10 分かけて投入したこと以外は、実施例 3 と同様にして、実施例 4 の試験用試料を得た。なお、イオン交換量及び粒子径の測定は、実施例 3 と同様にして求めた。これらの結果を下記の表 3 に示す。

【0083】

（実施例 5）

下記の表 3 に示す配合比となるように 5.3mol/L の過塩素酸水溶液 840 mL を 5.0 質量%/分の速度で約 20 分かけて投入したこと以外は、実施例 3 と同様にして、実施例 5 の試験用試料を得た。なお、イオン交換量及び粒子径の測定は、実施例 3 と同様にして求めた。これらの結果を下記の表 3 に示す。

【0084】

（実施例 6）

水分量 48.2 質量%の炭酸イオン型 H T 類化合物 $\text{Mg}_{0.667}\text{Al}_{0.333}(\text{OH})_2(\text{CO}_3)_{0.165} \cdot 0.5\text{H}_2\text{O}$ のペースト 2283 g をバッチ式ニーダー（不二パウダル株式会社製、PELLETTER EXDF-60）に入れ、攪拌しながらこれに、下記の表 3 に示す配合比となるように 5.3mol/L の過塩素酸水溶液 840 mL を 19.8 質量%/分の速度で約 5 分かけて投入した。続いて 60 分間混合を継続して反応させ、ペースト状の反応物を得た。得られたペースト状の反応物を乾燥機（ヤマト科学株式会社製、Drying Oven DS44）で蒸発乾固し、粉碎機（不二パウダル株式会社製、サンプルミル KIIW-1）で粉碎した後、100 メッシュの金網で篩過し、実施例 6 の試験用試料を得た。なお、イオン交換量及び粒子径の測定は、実施例 3 と同様にして求めた。これらの結果を下記の表 3 に示す。

【0085】

（比較例 3）

炭酸イオン型 H T 類化合物 $\text{Mg}_{0.667}\text{Al}_{0.333}(\text{OH})_2(\text{CO}_3)_{0.165} \cdot 0.5\text{H}_2\text{O}$ の粉末 50 g を容積 1 L のビーカーに入れ、さらにイオン交換水を加えて 10 質量%の水性スラリーに調整した。この水性スラリーを 40°C に加熱し、攪拌を実施した。そしてこの水性スラリーに、下記の表 3 に示す配合比となるように 5.3mol/L の過塩素酸水溶液 38 mL を 2.5 質量%/分の速度で約 40 分かけて投入した。続いて 60 分間混合を継続して反応させ、スラリー状の反応物を得た。得られたスラリー状の反応物を吸引濾過器で脱水し、固形分に対して 20 倍量のイオン交換水で洗浄し、脱水を行った。得られた脱水物を乾燥機（ヤマト科学株式会社製、Drying Oven DS44）で蒸発乾固し、粉碎機（不二パウダル株式会社製、サンプルミル KIIW-1）で粉碎した後、100 メッシュの金網で篩過し、比較例 3 の試験用試料を得た。なお、イオン交

10

20

30

40

50

換量及び粒子径の測定は、実施例 3 と同様にして求めた。これらの結果を下記の表 3 に示す。

【 0 0 8 6 】

【表 3】

	実施例 3	実施例 4	実施例 5	実施例 6	比較例 3
原料HT (質量%)	Mg _{0.657} Al _{1.335} (OH) ₂ (CO ₃) _{0.165} ・0.5H ₂ O	Mg _{0.657} Al _{1.335} (OH) ₂ (CO ₃) _{0.165} ・0.5H ₂ O	Mg _{0.657} Al _{1.335} (OH) ₂ (CO ₃) _{0.165} ・0.5H ₂ O	Mg _{0.657} Al _{1.335} (OH) ₂ (CO ₃) _{0.165} ・0.5H ₂ O	Mg _{0.657} Al _{1.335} (OH) ₂ (CO ₃) _{0.165} ・0.5H ₂ O
(性状)	0 (粉末)	0 (粉末)	0 (粉末)	48 (ペースト)	90 (スラリー)
ガスト物質	HClO ₄	HClO ₄	HClO ₄	HClO ₄	HClO ₄
ガスト物質の水分量 (質量%)	40 (溶液)	40 (溶液)	40 (溶液)	40 (溶液)	40 (溶液)
混合後の水分量 (質量%)	32 (ペースト)	32 (ペースト)	32 (ペースト)	57 (ペースト)	91 (スラリー)
製造条件					
過剰薬液添加量 (eq)	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0
: OCl ₄ /Al ₂ O ₃	19.8	9.9	5.0	19.8	2.5
投入速度 (質量%/分)	5	10	20	5	40
投入時間 (分)	25	25	25	25	40
反応温度 (°C)	30	30	30	60	60
反応後の工程 (無工程後の工程)	乾燥・粉砕・分級	乾燥・粉砕・分級	乾燥・粉砕・分級	乾燥・粉砕・分級	脱水・洗浄 乾燥・粉砕・分級
反応物の過剰薬液含有量 (eq)	1.9	1.9	1.9	1.9	0.5
: OCl ₄ /Al ₂ O ₃	33.8	28.1	48.2	4.0	0.1
回折強度比: d/b	1.18	0.85	0.71	1.31	1.74
d50 (μm)	8.4	0.9	0.3	11.4	20.7
>5μm (wt%)					

【 0 0 8 7 】

(実施例 7)

炭酸イオン型HT類化合物 Mg_{0.502}Zn_{0.165}Al_{0.333}(OH)₂(CO₃)_{0.165}・0.5H₂O の粉末 50 g をライカイ機 (株式会社 石川工場社製、石川式 攪拌播潰機 20号) に供給し、攪拌しながらこれに、下記の表 4 に示す配合比となるように 4 mol / L の硝酸水溶液 53 mL を 26 質量% / 分の速度で約 1 分かけて投入した。

10

20

30

40

50

続いて10分間混合を継続して反応させ、ペースト状の反応物を得た。得られたペースト状の反応物を乾燥機（ヤマト科学株式会社製、Drying Oven DS44）で蒸発乾固し、粉碎機（不二パウダル株式会社製、サンプルミル KIIW-1）で粉碎した後、100メッシュの金網で篩過し、実施例7の試験用試料を得た。

【0088】

このようにして得られた実施例7の試験用試料について、実施例1と同様にしてX線回折法により構造を確認したところ、硝酸イオン型HT類化合物であることがわかった。イオン交換量は、実施例1と同様にして求めた。実施例7の試験用試料の分析結果を下記の表4に示す。

【0089】

（比較例4）

炭酸イオン型HT類化合物 $Mg_{0.502}Zn_{0.165}Al_{0.333}(OH)_2(CO_3)_{0.165} \cdot 0.5H_2O$ の粉末50gを容積1Lのビーカーに入れ、さらにイオン交換水を加えて6質量%の水性スラリーに調整した。この水性スラリーを80℃に加熱し、攪拌を実施した。そしてこの水性スラリーに、下記の表4に示す配合比となるように4mol/Lの硝酸水溶液53mLを26質量%/分の速度で約1分かけて投入した。続いて60分間混合を継続して反応させ、スラリー状の反応物を得た。得られたスラリー状の反応物を吸引濾過器で脱水し、固形分に対して20倍量のイオン交換水で洗浄し、脱水を行った。得られた脱水物を乾燥機（ヤマト科学株式会社製、Drying Oven DS44）で蒸発乾固し、粉碎機（不二パウダル株式会社製、サンプルミル KIIW-1）で粉碎した後、100メッシュの金網で篩過し、比較例4の試験用試料を得た。なお、イオン交換量は、実施例1と同様にして求めた。比較例4の試験用試料の分析結果を下記の表4に示す。

【0090】

（実施例8）

炭酸イオン型HT類化合物 $Zn_{0.667}Al_{0.333}(OH)_2(CO_3)_{0.165} \cdot 0.5H_2O$ の粉末50gをライカイ機（株式会社 石川工場社製、石川式攪拌播漬機20号）に供給し、攪拌しながらこれに、下記の表4に示す配合比となるように4mol/Lの硝酸水溶液53mLを26質量%/分の速度で約1分かけて投入した。続いて10分間混合を継続して反応させ、ペースト状の反応物を得た。得られたペースト状の反応物を乾燥機（ヤマト科学株式会社製、Drying Oven DS44）で蒸発乾固し、粉碎機（不二パウダル株式会社製、サンプルミル KIIW-1）で粉碎した後、100メッシュの金網で篩過し、実施例8の試験用試料を得た。

【0091】

このようにして得られた実施例8の試験用試料について、実施例1と同様にしてX線回折法により構造を確認したところ、硝酸イオン型HT類化合物であることがわかった。イオン交換量は、実施例1と同様にして求めた。実施例8の試験用試料の分析結果を下記の表4に示す。

【0092】

10

20

30

40

50

【表 4】

	実施例7	比較例4	実施例8
原料HT	$Mg_{0.202}Zn_{0.165}Al_{0.333}(OH)_2(CO_3)_{0.165} \cdot 0.5H_2O$	$Mg_{0.502}Zn_{0.165}Al_{0.333}(OH)_2(CO_3)_{0.165} \cdot 0.5H_2O$	$Zn_{0.667}Al_{0.333}(OH)_2(CO_3)_{0.165} \cdot 0.5H_2O$
原料HTの水分量 (質量%) (性状)	0 (粉末)	94 (スラリー)	0 (粉末)
ゲスト物質	HNO ₃	HNO ₃	HNO ₃
ゲスト物質の水分量 (質量%) (性状)	21.9 (溶液)	21.9 (溶液)	21.9 (溶液)
混合後の水分量 (質量%) (性状)	42 (ペースト)	94 (スラリー)	42 (ペースト)
硝酸添加量 (eq) : NO ₃ /Al ₂ O ₃	2.1	2.1	2.1
投入速度 (質量%/分)	26	26	26
投入時間 (分)	1	1	1
反応温度 (°C)	25	80	25
反応時間 (分)	10	60	10
反応後の工程 (第1工程後の工程)	乾燥・粉碎・分級	脱水・洗浄 乾燥・粉碎・分級	乾燥・粉碎・分級
反応物の硝酸含有量 (eq) : NO ₃ /Al ₂ O ₃	1.9	0.9	1.9
回折強度比 : a/b	b=0	1.4	b=0

10

20

30

40

【 0 0 9 3 】

表 1 ~ 表 4 に示すように、実施例 1 ~ 8 と比較例 1 ~ 4 の比較結果から、粉末状又はペースト状のハイドロタルサイトと酸水溶液とを、混合後の水分量が 10 ~ 60 質量%の範囲内となるように混合して反応させることで、焼成工程やろ過工程、反応後の洗浄工程等の煩雑な工程や大掛かりな設備を必要とせず、ハイドロタルサイトを、副生物等の生成を抑制しつつ、十分にイオン交換することができることがわかった。また、実施例 1 ~ 8 では、目的とするイオン交換量に対して等量のゲスト物質で十分にイオン交換することができることがわかった。

【産業上の利用可能性】

50

【 0 0 9 4 】

本発明の製造方法によって得られる、イオン交換されたハイドロタルサイトは、樹脂添加剤（例えば、熱安定剤、着色防止剤、難燃剤等）、吸着剤、医薬品（例えば、DDS等）などの、ハイドロタルサイトの多岐にわたる用途に利用することができる。

【符号の説明】

【 0 0 9 5 】

- 1 ハイドロタルサイト
- 2 酸
- 3 イオン交換されたハイドロタルサイト

10

20

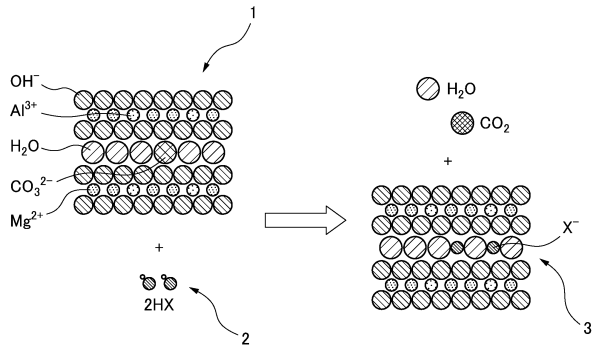
30

40

50

【 図面 】
【 図 1 】

図1



10

20

30

40

50

フロントページの続き

工業株式会社 坂出工場内

(72)発明者 西村 大

香川県坂出市林田町4285 協和化学工業株式会社 研究開発部内

審査官 玉井 一輝

(56)参考文献 特開2002-020121(JP,A)

特開2004-099391(JP,A)

特開平06-219732(JP,A)

特開2000-024658(JP,A)

特開2005-255441(JP,A)

(58)調査した分野 (Int.Cl., DB名)

C01F 7/785

C01G 9/00

JSTPlus/JST7580/JSTChina(JDreamIII)