

【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10月30日(2014.10.30)

【公開番号】特開2012-201511(P2012-201511A)
 【公開日】平成24年10月22日(2012.10.22)
 【年通号数】公開・登録公報2012-043
 【出願番号】特願2011-64481(P2011-64481)
 【国際特許分類】

C 0 1 F 5/16 (2006.01)

【F I】

C 0 1 F 5/16

【手続補正書】

【提出日】平成26年9月16日(2014.9.16)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0009

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0009】

すなわち、本発明は、鱗片状の一次粒子が凝集した球形状であり、細孔分布における、モード容積が 1.4 ml/g 以上であり、モード径が $0.4 \mu\text{m}$ 以上である、水酸化マグネシウム粒子に関する。

本発明は、レーザ回折散乱式粒度分布測定による体積累積の50%粒子径(D_{50})が $0.5 \sim 20 \mu\text{m}$ である、前記に記載の水酸化マグネシウム粒子に関する。

本発明は、吸油量が 30 ml/100 g 以上である、前記に記載の水酸化マグネシウム粒子に関する。

本発明は、さらに、Zn、Zr、Hf、及びTiよりなる群から選択される1以上の金属元素を、酸化物換算で $0.01 \sim 4.0$ 質量%含み、さらに、2価及び3価の金属元素からなる群より選択される1以上の金属元素（ただし、Zn、Zr、Hf、及びTiは除く）を、金属元素換算で $0.01 \sim 5.0$ 質量%含む、前記に記載の水酸化マグネシウム粒子に関する。

本発明は、鱗片状の一次粒子が凝集した球形状であり、細孔分布における、モード容積が 1.4 ml/g 以上であり、モード径が $0.4 \mu\text{m}$ 以上である、酸化マグネシウム粒子に関する。

本発明は、レーザ回折散乱式粒度分布測定による体積累積の50%粒子径(D_{50})が $0.5 \sim 20 \mu\text{m}$ である、前記に記載の酸化マグネシウム粒子に関する。

本発明は、吸油量が 30 ml/100 g 以上である、前記に記載の酸化マグネシウム粒子に関する。

本発明は、さらに、Zn、Zr、Hf、及びTiからなる群より選択される1以上の金属元素を、酸化物換算で $0.01 \sim 4.0$ 質量%含み、さらに、2価及び3価の金属元素からなる群より選択される1以上の更なる金属元素（ただし、Zn、Zr、Hf、及びTiは除く）を、金属元素換算で $0.01 \sim 5.0$ 質量%含む、前記に記載の酸化マグネシウム粒子に関する。

本発明は、水酸化マグネシウム粒子の製造方法であって、

(a) Zn、Zr、Hf、及びTiの化合物からなる群より選択される1以上の化合物を含む分散液に、2価及び3価の金属元素の塩化物、並びに2価及び3価の金属元素の硝酸塩からなる群より選択される1以上の化合物（ただし、Zn、Zr、Hf、及びTiの化合物は除く）を添加し、さらに、有機酸を添加して反応液を得る工程、

(b) 工程 (a) の反応液及び平均粒子径が $0.1 \sim 30 \mu\text{m}$ である酸化マグネシウム粒子を混合して、混合液を得る工程、

(ここで、

Zn、Zr、Hf、及びTiの化合物からなる群より選択される1以上の化合物は、酸化マグネシウム粒子に対して、酸化物換算で、 $0.1 \sim 5.0$ 質量%であり、

2価及び3価の金属元素の塩化物、並びに2価及び3価の金属元素の硝酸塩からなる群より選択される1以上の化合物は、酸化マグネシウム粒子に対して、金属元素換算で、 $0.1 \sim 5.0$ 質量%であり、

有機酸は、酸化マグネシウム粒子 100 g に対して、 $0.01 \sim 3.0 \text{ mol}$ である)

(c) 工程 (b) の混合液を、 $50 \sim 100^\circ\text{C}$ の温度で、周速が $7 \sim 20 \text{ m/s}$ である攪拌機を用いて混合する工程、

(d) $30 \sim 100^\circ\text{C}$ の温度で、長時間攪拌して水酸化マグネシウムスラリーを得る工程、及び

(e) 工程 (d) の水酸化マグネシウムスラリーをろ過、水洗、乾燥させて、水酸化マグネシウム粒子を得る工程

を含む、水酸化マグネシウム粒子の製造方法に関する。

本発明は、工程 (b) の混合液における、酸化マグネシウムの濃度が $20 \sim 200 \text{ g/L}$ である、前記に記載の水酸化マグネシウム粒子の製造方法に関する。

本発明は、酸化マグネシウム粒子の製造方法であって、前記に記載の水酸化マグネシウム粒子又は前記に記載の方法により得られた水酸化マグネシウム粒子を、大気雰囲気中で、 $500 \sim 1400^\circ\text{C}$ で焼成する工程を含む、酸化マグネシウム粒子の製造方法に関する。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0012

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0012】

本発明の水酸化マグネシウム粒子は、鱗片状の一次粒子が凝集した球形状であり、細孔分布のモード容積が 1.4 ml/g 以上であり、モード径が $0.4 \mu\text{m}$ 以上である。本発明において、一次粒子の形状は鱗片状であり、鱗片の厚み（短軸）が、例えば $0.01 \sim 0.1 \mu\text{m}$ であり、厚みに対する鱗片の最大長さの比率（アスペクト比）が、例えば $10 \sim 1000$ である。このような一次粒子が凝集した球形状の粒子は、均一な細孔が粒子表面に存在し、従来の製造方法により得られる六角板状の水酸化マグネシウム粒子に比べて、液体及び気体分子の吸着性が高く、形状が球状であることから樹脂等に対する分散性が高い。また、このようなモード径を有する水酸化マグネシウム粒子を用紙のコーティング剤として使用した場合、インクの定着性及び吸収性が良好である。さらに、このようなモード容積を有する水酸化マグネシウム粒子は、球状を構成している鱗片状の水酸化マグネシウムが密集しすぎないため、インクの吸着性が良好である。本発明の水酸化マグネシウム粒子の細孔分布のモード容積は、好ましくは $1.4 \sim 10 \text{ ml/g}$ であり、モード径は、好ましくは $0.4 \sim 3.0 \mu\text{m}$ であり、より好ましくは $0.5 \sim 2.0 \mu\text{m}$ である。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0019

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0019】

本発明の酸化マグネシウム粒子は、鱗片状の一次粒子が凝集した球形状であり、細孔分布のモード容積が 1.4 ml/g 以上であり、モード径が $0.4 \mu\text{m}$ 以上である。このよ

うな酸化マグネシウム粒子は、樹脂等への分散性が優れている。具体的には、このようなモード径を有する酸化マグネシウム粒子は、用紙のコーティング剤として使用した場合、インクの定着性及び吸収性が良好であり、またこのようなモード容積を有する酸化マグネシウム粒子は、球状を構成している鱗片状の酸化マグネシウムが密集しすぎず、インクの吸着性が良好である。細孔分布のモード容積は、好ましくは $1.4 \sim 10 \text{ ml/g}$ であり、モード径は、好ましくは $0.4 \sim 3.0 \mu\text{m}$ であり、より好ましくは $0.5 \sim 2.0 \mu\text{m}$ である。

【手続補正 4】

【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】

鱗片状の一次粒子が凝集した球形状であり、細孔分布における、モード容積が 1.4 ml/g 以上であり、モード径が $0.4 \mu\text{m}$ 以上である、水酸化マグネシウム粒子。

【請求項 2】

レーザ回折散乱式粒度分布測定による体積累積の 50% 粒子径 (D_{50}) が $0.5 \sim 2.0 \mu\text{m}$ である、請求項 1 記載の水酸化マグネシウム粒子。

【請求項 3】

吸油量が 30 ml/100 g 以上である、請求項 1 又は 2 記載の水酸化マグネシウム粒子。

【請求項 4】

さらに、Zn、Zr、Hf、及びTiからなる群より選択される金属元素を酸化物換算で $0.01 \sim 4.0$ 質量%含む、請求項 1～3 いずれか 1 項記載の水酸化マグネシウム粒子。

【請求項 5】

さらに、2 価及び 3 価の金属からなる群より選択される更なる金属元素（ただし、Zn、Zr、Hf、及びTiは除く）を金属元素換算で $0.01 \sim 5.0$ 質量%含む、請求項 1～4 いずれか 1 項記載の水酸化マグネシウム粒子。

【請求項 6】

鱗片状の一次粒子が凝集した球形状であり、細孔分布における、モード容積が 1.4 ml/g 以上であり、モード径が $0.4 \mu\text{m}$ 以上である、酸化マグネシウム粒子。

【請求項 7】

レーザ回折散乱式粒度分布測定による体積累積の 50% 粒子径 (D_{50}) が $0.5 \sim 2.0 \mu\text{m}$ である、請求項 6 記載の酸化マグネシウム粒子。

【請求項 8】

吸油量が 30 ml/100 g 以上である、請求項 6 又は 7 記載の酸化マグネシウム粒子。

【請求項 9】

さらに、Zn、Zr、Hf、及びTiからなる群より選択される金属元素を酸化物換算で $0.01 \sim 4.0$ 質量%含む、請求項 6～8 いずれか 1 項記載の酸化マグネシウム粒子。

【請求項 10】

さらに、2 価及び 3 価の金属からなる群より選択される更なる金属元素（ただし、Zn、Zr、Hf、及びTiは除く）を金属元素換算で $0.01 \sim 5.0$ 質量%含む、請求項 6～9 いずれか 1 項記載の酸化マグネシウム粒子。

【請求項 11】

水酸化マグネシウム粒子の製造方法であって、

(a) Zn、Zr、Hf、及びTiの化合物からなる群より選択される 1 以上の化合物を

含む分散液に、2価及び3価の金属元素の塩化物、並びに2価及び3価の金属元素の硝酸塩からなる群より選択される1以上の化合物（ただし、Zn、Zr、Hf、及びTiの化合物は除く）を添加し、さらに、有機酸を添加して反応液を得る工程、

(b) 工程(a)の反応液及び平均粒子径が $0.1 \sim 30 \mu\text{m}$ である酸化マグネシウム粒子を混合して、混合液を得る工程

(ここで、

Zn、Zr、Hf、及びTiの化合物からなる群より選択される1以上の化合物は、酸化マグネシウムに対して、酸化物換算で $0.1 \sim 5.0$ 質量%であり、

2価及び3価の金属元素の塩化物、並びに2価及び3価の金属元素硝酸塩からなる群より選択される1以上の化合物は、酸化マグネシウムに対して、金属元素換算で $0.1 \sim 5.0$ 質量%であり、

有機酸は、酸化マグネシウム 100 g に対し、 $0.01 \sim 3.0 \text{ mol}$ である)、

(c) 工程(b)の混合液を $50 \sim 100^\circ\text{C}$ の温度で、周速が $7 \sim 20 \text{ m/s}$ である攪拌機を用いて混合する工程、

(d) $30 \sim 100^\circ\text{C}$ の温度で、長時間攪拌して水酸化マグネシウムスラリーを得る工程、
及び

(e) 工程(d)の水酸化マグネシウムスラリーをろ過、水洗、乾燥させて、水酸化マグネシウム粒子を得る工程

を含む、水酸化マグネシウム粒子の製造方法。

【請求項12】

工程(b)の混合液における、酸化マグネシウムの濃度が $20 \sim 200 \text{ g/L}$ である、請求項11記載の方法。

【請求項13】

酸化マグネシウム粒子の製造方法であって、請求項1～5いずれか1項記載の水酸化マグネシウム粒子又は請求項11～12いずれか1項記載の方法により得られた水酸化マグネシウム粒子を、大気雰囲気中で、 $500 \sim 1400^\circ\text{C}$ で焼成する工程を含む、酸化マグネシウム粒子の製造方法。