(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2024年5月23日(23.05.2024)

WIPO | PCT

(10) 国際公開番号
WO 2024/106403 A1

(51) 国際特許分類:
C01B 21/064 (2006.01) *C08K 3/013* (2018.01)
C01B 33/18 (2006.01) *C08L 101/00* (2006.01)
C01F 7/023 (2022.01)

(21) 国際出願番号： PCT/JP2023/040831

(22) 国際出願日： 2023年11月13日(13.11.2023)

(25) 国際出願の言語： 日本語

(26) 国際公開の言語： 日本語

(30) 優先権データ：
特願 2022-181480 2022年11月14日(14.11.2022) JP

(71) 出願人: デンカ株式会社(**DENKA COMPANY LIMITED**) [JP/JP]; 〒1038338 東京都中央区日本橋室町二丁目１番１号 Tokyo (JP).

(72) 発明者: 金子 絵梨(**KANEKO, Eri**); 〒1038338 東京都中央区日本橋室町二丁目１番１号 デンカ株式会社内 Tokyo (JP). 宮田 建治(**MIYATA, Kenji**); 〒1038338 東京都中央区日本橋室町二丁目１番１号 デンカ株式会社内 Tokyo (JP). 中嶋 道治(**NAKASHIMA, Michiharu**); 〒1038338 東京都中央区日本橋室町二丁目１番１号 デンカ株式会社内 Tokyo (JP).

(74) 代理人: 園田・小林弁理士法人(**SONODA & KOBAYASHI INTELLECTUAL PROPERTY LAW**); 〒1630434 東京都新宿区西新宿二丁目１番１号 新宿三井ビル３４階 Tokyo (JP).

(81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CV, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IQ, IR, IS, IT, JM, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MU, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, WS, ZA, ZM, ZW.

(84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, CV, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SC, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, ME, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類：
一 国際調査報告（条約第21条(3)）

WO 2024/106403 A1

(54) **Title:** INORGANIC POWDER, RESIN FILLER, RESIN COMPOSITION, AND PRODUCTION METHOD FOR INORGANIC POWDER

(54) 発明の名称： 無機粉末、樹脂用充填剤、樹脂組成物及び無機粉末の製造方法

(57) **Abstract:** Provided are an inorganic powder that is capable of exhibiting excellent fluidity when added to a resin, a resin filler containing the inorganic powder, a resin composition containing the inorganic powder, and a production method for the inorganic powder. The inorganic powder has a Hausner ratio of 1.00-1.33. The resin composition contains the inorganic powder and at least one resin selected from the group consisting of thermoplastic resins and thermosetting resins. The production method for an inorganic powder involves dispersing a starting material powder in a liquid containing cavitation bubbles, recovering the starting material powder from the liquid, and then drying the starting material powder.

(57) 要約：樹脂に配合した際に優れた流動性を実現できる無機粉末、前記無機粉末を含む樹脂用充填剤、前記無機粉末を含む樹脂組成物及び前記無機粉末の製造方法を提供する。ハウスナー比が１．００～１．３３である、無機粉末。前記無機粉末と、熱可塑性樹脂及び熱硬化性樹脂からなる群より選択される少なくとも１つの樹脂とを含む、樹脂組成物とする。原料粉末を、キャビテーション気泡を含む液中に分散させることと、前記液中から前記原料粉末を回収したのち乾燥することを含む、無機粉末の製造方法とする。

明　細　書

発明の名称 ：

無機粉末、樹脂用充填剤、樹脂組成物及び無機粉末の製造方法

技術分野

[0001]　本発明は、無機粉末、樹脂用充填剤、樹脂組成物及び無機粉末の製造方法に関する。

背景技術

[0002]　シリカやアルミナ、窒化ホウ素等の無機金属化合物の粉末は、その熱伝導性や絶縁性等を生かして、樹脂用の無機充填剤として幅広く利用されている。一般に、無機充填剤を樹脂に配合すると、樹脂組成物の流動性は低下する傾向にある。

[0003]　流動性に優れる、無機充填剤を含む樹脂組成物として、例えば、特許文献１～２には、特定の粒度分布と平均円形度とを有する、樹脂組成物添加用無機粉末が提案されている。

[0004] 特許文献1：特開２００８－２４８００７号公報

特許文献2：特開２００８－２４８００４号公報

発明の概要

[0005]　しかしながら従来の無機粉末は、樹脂に充填した際の流動性改善が十分ではない。

そこで本発明は、樹脂に配合した際に優れた流動性を実現できる無機粉末、前記無機粉末を含む樹脂用充填剤、前記無機粉末を含む樹脂組成物及び前記無機粉末の製造方法を提供することを目的とする。

[0006]　本願発明者らは鋭意検討した結果、タップ密度と嵩密度の比として定義されるハウスナー比が一定の範囲にある無機粉末であれば、前記課題を解決できることを見出し、本発明を完成させるに至った。

すなわち、本発明は以下の態様を有する。

［１］ハウスナー比が１．００～１．３３である、無機粉末。

［２］平均粒子径（Ｄ５０）が３０μｍ以下である、［１］に記載の無機粉末。

［３］比表面積が０．３ｍ^2／ｇ以上である、［１］または［２］に記載の無機粉末。

［４］アルミナ粉末、窒化アルミニウム粉末、シリカ粉末、窒化ケイ素粉末、酸化マグネシウム粉末、酸化チタン粉末、ジルコニア粉末、酸化亜鉛粉末、凝集状窒化ホウ素粉末、鱗片状窒化ホウ素粉末、及び球状窒化ホウ素粉末から選択される少なくとも１つを含む、［１］から［３］のいずれかに記載の無機粉末。

［５］凝集状窒化ホウ素粉末、鱗片状窒化ホウ素粉末、及び球状窒化ホウ素粉末から選択される少なくとも１つである、［１］から［４］のいずれかに記載の無機粉末。

［６］Ｘ線光電子分光法により測定したO_{1s}ピーク強度から算出した半定量値が０．６以上である、［５］に記載の無機粉末。

［７］樹脂充填用である、［１］から［６］のいずれかに記載の無機粉末。

［８］［１］から［７］のいずれかに記載の無機粉末を含む、樹脂用充填剤。

［９］［１］から［８］のいずれかに記載の無機粉末と、熱可塑性樹脂及び熱硬化性樹脂からなる群より選択される少なくとも１つの樹脂とを含む、樹脂組成物。

［１０］［１］から［７］のいずれかに記載の無機粉末の製造方法であって、

原料粉末を、キャビテーション気泡を含む液中に分散させることと、

前記液中から前記原料粉末を回収したのち乾燥することを含む、製造方法。

［１１］前記分散させることが、前記原料粉末中の凝集粒子を前記キャビテーション気泡でほぐすことを含む、［１０］に記載の製造方法。

[0007] 本発明によれば、樹脂に配合した際に優れた流動性を実現できる無機粉末

、前記無機粉末を含む樹脂用充填剤、前記無機粉末を含む樹脂組成物及び前記無機粉末の製造方法を提供することができる。

発明を実施するための形態

[0008] 以下、本発明の一実施形態について詳細に説明する。本発明は、以下の実施形態に限定されるものではなく、本発明の効果を阻害しない範囲で適宜変更を加えて実施することができる。一実施形態について記載した特定の説明が他の実施形態についても当てはまる場合には、他の実施形態においてはその説明を省略している場合がある。本開示において数値範囲についての「Ｘ～Ｙ」との表現は、「Ｘ以上Ｙ以下」であることを意味している。

各実施形態における各構成及びそれらの組み合わせ等は、一例であって、本開示の主旨から逸脱しない範囲内で、適宜、構成の付加、省略、置換、及びその他の変更が可能である。本開示は、実施形態によって限定されることはない。本明細書に開示された各々の態様は、本明細書に開示された他のいかなる特徴とも組み合わせることができる。

また本開示における「無機粉末」とは、無機金属化合物の粉末を指す。また「粉末」とは粒子の集合体を意味する。

[0009] ［無機粉末］

本実施形態に係る無機粉末は、ハウスナー比が１．００～１．３３である。「ハウスナー比」とは、嵩密度に対するタップ密度の比であり、「タップ密度（ｇ／ｃｍ^3）／嵩密度（ｇ／ｃｍ^3）」で表される。ハウスナー比が１．００～１．３３であることにより、本実施形態に係る無機粉末は、樹脂に充填した際に、流動性に優れる樹脂組成物を与えることができる。なお、ハウスナー比を求めるためのタップ密度及び嵩密度は、以下の方法で測定できる。

（タップ密度及び嵩密度の測定方法）

まず、１２０℃で５時間、無機粉末を乾燥させる。その後、乾燥後の無機粉末５．００±０．０２ｇ（Ｍ１）を精密天秤（最小秤量値０．００１ｇの精密天秤）で測り取って、５０ｍＬのメスシリンダーに投入する。投入後、

目視によりメスシリンダー内の無機粉末の容積（Ｖ１）（小数点以下１桁まで）を測定する。次に、メスシリンダーを持ち上げて３．５ｃｍの高さから５００回落下させる。この時、メスシリンダーに加わる衝撃が毎回同一となるように、ゴム製のマット（厚み４０ｍｍ）の上にメスシリンダーを落下させる。５００回落下後、目視でメスシリンダー内の無機粉末の容積（Ｖ２）（小数点以下１桁まで）を測定する。以下の式（１）～（２）より、無機粉末の嵩密度及びタップ密度を算出する。嵩密度及びタップ密度は、小数点以下３桁目を四捨五入して、小数点以下２桁まで算出する。また、嵩密度及びタップ密度は、メスシリンダーの１ｍＬを１ｃｍ^{3}として、「ｇ／ｃｍ^3」で算出する。なお、上記のタップ密度及び嵩密度の測定は、温度２１～２５℃、湿度５０％±４％の条件下で測定する。

嵩密度（ｇ／ｃｍ^3）：無機粉末の質量（Ｍ１）／Ｖ１　・・・（１）

タップ密度（ｇ／ｃｍ^3）：無機粉末の質量（Ｍ１）／Ｖ２　・・・（２）

[0010] 前述の通り、本実施形態に係る無機粉末のハウスナー比は、１．００～１．３３である。一実施形態において、無機粉末のハウスナー比の好ましい範囲は、１．００～１．１１であってもよく、１．１２～１．１８であってもよく、１．１９～１．２５であってもよく、１．２６～１．３３であってもよい。

[0011] なお、無機粉末の種類等にもよるが、通常はタップ密度が低い方がハウスナー比が大きくなり、１．３３を超えやすい。つまり、タップ密度の小さな無機粉末は嵩が大きく、嵩密度も小さくなるため、ハウスナー比が１．３３超の粉末となりやすい。本実施形態に係る無機粉末は、タップ密度が低くともハウスナー比を１．００～１．３３の範囲とできる。一実施形態において、無機粉末のタップ密度は、例えば、２．３０ｇ／ｃｍ^{3}以下であってもよく、２．００ｇ／ｃｍ^{3}以下であってもよく、１．７０ｇ／ｃｍ^{3}以下であってもよく、１．５０ｇ／ｃｍ^{3}以下であってもよく、１．３０ｇ／ｃｍ^{3}以下であってもよく、又は１．００ｇ／ｃｍ^{3}以下であってもよい。このようなタップ密度を有していても、ハウスナー比が上記範囲となりやすいため、流動性

が改善されやすい。無機粉末のタップ密度の下限は特に限定されないが、例えば、０．１０ｇ／ｃｍ^{3}以上であってもよく、０．２０ｇ／ｃｍ^{3}以上であってもよく、０．３０ｇ／ｃｍ^{3}以上であってもよい。本実施形態に係る無機粉末のタップ密度は、ハウスナー比が１．００～１．３３となる範囲で、上述の好ましい上限と下限とを任意に組み合わせた範囲を採用することができる。

[0012] また、無機粉末の種類等にもよるが、前述の通り、通常は嵩密度が低い方がハウスナー比が大きくなり、１．３３を超えやすい。本実施形態に係る無機粉末は、嵩密度が低くともハウスナー比を１．００～１．３３の範囲とできる。一実施形態において、無機粉末の嵩密度は、１．６０ｇ／ｃｍ^{3}以下であってもよく、１．４０ｇ／ｃｍ^{3}以下であってもよく、１．２０ｇ／ｃｍ^{3}以下であってもよく、１．００ｇ／ｃｍ^{3}以下であってもよく、又は０．８０ｇ／ｃｍ^{3}以下であってもよい。このような嵩密度を有していても、ハウスナー比が上記範囲となりやすいため、流動性が改善されやすい。無機粉末の嵩密度の下限は特に限定されないが、例えば、０．０５ｇ／ｃｍ^{3}以上であってもよく、０．１０ｇ／ｃｍ^{3}以上であってもよく、０．２０ｇ／ｃｍ^{3}以上であってもよい。本実施形態に係る無機粉末の嵩密度は、ハウスナー比が１．００～１．３３となる範囲で、上述の好ましい上限と下限とを任意に組み合わせた範囲を採用することができる。本実施形態の無機粉末は、タップ密度１．００ｇ／ｃｍ^{3}以下、嵩密度１．００ｇ／ｃｍ^{3}以下が特に好ましい。

[0013] このように、タップ密度と嵩密度との差が小さな無機粉末は、例えば、無機粉末の原料粉末を、キャビテーション気泡を含む液中に分散させたのち回収して、乾燥することを含む製造方法によって調製されやすい。無機粉末の製造方法については後述する。本実施形態の無機粉末の製造方法は、タップ密度１．００ｇ／ｃｍ^{3}以下、嵩密度１．００ｇ／ｃｍ^{3}以下の無機粉末に特に好ましく適用できる。

[0014] ＜平均粒子径（Ｄ５０）＞

本実施形態に係る無機粉末の平均粒子径（Ｄ５０）は、３０μｍ以下が好

ましい。無機粉末の平均粒子径（Ｄ５０）は、特定の分散処理、例えばホモジナイザー処理を実施した後、レーザー回折散乱法にて評価した体積基準累積径（Ｄ５０）を指す。また、「体積基準累積径（Ｄ５０）」は、レーザー回折散乱法により測定される体積基準の累積粒度分布において、累積値が５０％に相当する粒子径のことを意味する。累積粒度分布は、横軸を粒子径（μｍ）、縦軸を累積値（％）とする分布曲線で表される。

[0015] 通常、無機粉末の平均粒子径（Ｄ５０）（以下、「Ｄ５０」と記載することもある）が小さい場合、ハウスナー比が本実施形態の範囲外となりやすいが、本実施形態によればＤ５０が小さくともハウスナー比が１．００～１．３３の範囲になりやすい。そのため、Ｄ５０が３０μｍ以下であっても流動性が改善されやすい。一実施形態において、無機粉末のＤ５０は、３０μｍ以下であってもよく、２７μｍ以下であってもよく、２５μｍ以下であってもよく、２２μｍ以下であってもよく、２０μｍ以下であってもよく、１７μｍ以下であってもよく、１５μｍ以下であってもよく、１２μｍ以下であってもよく、又は９μｍ以下であってもよい。Ｄ５０が前記上限以下であっても、ハウスナー比が１．００～１．３３となりやすいため、流動性に優れた無機粉末となりやすい。無機粉末のＤ５０の下限は特に限定されないが、例えば、０．０５μｍ以上であってもよく、０．０８μｍ以上であってもよく、０．１２μｍ以上であってもよく、０．１５μｍ以上であってもよく、０．１７μｍ以上であってもよく、０．２０μｍ以上であってもよく、０．２２μｍ以上であってもよく、又は０．２５μｍ以上であってもよい。本実施形態に係る無機粉末のＤ５０は、ハウスナー比が１．００～１．３３となる範囲で、上述の好ましい上限と下限とを任意に組み合わせた範囲を採用することができる。

[0016] ＜比表面積＞

通常、無機粉末の比表面積が大きい場合、ハウスナー比が本実施形態の範囲外となりやすいが、本実施形態によれば比表面積が大きくともハウスナー比が１．００～１．３３の範囲になりやすい。そのため、比表面積が大きく

とも、流動性が改善されやすい。一実施形態において、無機粉末の比表面積は、０．１ｍ^2／ｇ以上であってもよく、０．２ｍ^2／ｇ以上であってもよく、０．３ｍ^2／ｇ以上であってもよく、０．４ｍ^2／ｇ以上であってもよく、０．５ｍ^2／ｇ以上であってもよく、０．６ｍ^2／ｇ以上であってもよく、０．７ｍ^2／ｇ以上であってもよく、０．８ｍ^2／ｇ以上であってもよく、０．９ｍ^2／ｇ以上であってもよく、又は１．０ｍ^2／ｇ以上であってもよい。比表面積が前記下限以上であっても、流動性に優れた無機粉末となりやすい。無機粉末の比表面積の上限は特に限定されないが、例えば、３５ｍ^2／ｇ以下であってもよく、３２ｍ^2／ｇ以下であってもよく、３０ｍ^2／ｇ以下であってもよく、２７ｍ^2／ｇ以下であってもよく、２５ｍ^2／ｇ以下であってもよく、２２ｍ^2／ｇ以下であってもよく、２０ｍ^2／ｇ以下であってもよく、１７ｍ^2／ｇ以下であってもよく、又は１５ｍ^2／ｇ以下であってもよい。本実施形態に係る無機粉末の比表面積は、ハウスナー比が１．００～１．３３となる範囲で、上述の好ましい上限と下限とを任意に組み合わせた範囲を採用することができる。

なお、本開示において無機粉末の比表面積は、ＪＩＳ　Ｚ　８８３０：２０１３に準拠し、窒素ガスを使用してＢＥＴ多点法により測定することができる。

[0017] 本実施形態に係る無機粉末は、アルミナ粉末、窒化アルミニウム粉末、シリカ粉末、窒化ケイ素粉末、酸化マグネシウム粉末、酸化チタン粉末、ジルコニア粉末、酸化亜鉛粉末、凝集状窒化ホウ素粉末、鱗片状窒化ホウ素粉末、及び球状窒化ホウ素粉末から選択される少なくとも１つを含むことが好ましく、アルミナ粉末、窒化アルミニウム粉末、シリカ粉末、窒化ケイ素粉末、凝集状窒化ホウ素粉末、鱗片状窒化ホウ素粉末、及び球状窒化ホウ素粉末から選択される少なくとも１つを含むことがより好ましく、アルミナ粉末、シリカ粉末、凝集状窒化ホウ素粉末、鱗片状窒化ホウ素粉末、及び球状窒化ホウ素粉末から選択される少なくとも１つを含むことがさらに好ましい。一実施形態において、無機粉末は、前述の粉末を１種単独で含んでいてもよく

、２種以上を含む混合粉末であってもよい。なお、無機粉末が混合粉末である場合、各粉末の配合割合は任意に設定できる。

アルミナ粉末、窒化アルミニウム粉末、シリカ粉末、窒化ケイ素粉末、酸化マグネシウム粉末、酸化チタン粉末、ジルコニア粉末、及び酸化亜鉛粉末の形状は特に限定されず、球状であってもよく、不定形であってもよいが、充填時の流動性や低粘度化の観点からは、球状が好ましい。

[0018] 一実施形態において、無機粉末は、凝集状窒化ホウ素粉末、鱗片状窒化ホウ素粉末、及び球状窒化ホウ素粉末から選択される少なくとも１つの粉末であることが好ましく、鱗片状窒化ホウ素粉末又は球状窒化ホウ素粉末であることがより好ましい。

窒化ホウ素粉末は、潤滑性、高熱伝導性、及び絶縁性等を有しており、固体潤滑剤、溶融ガスやアルミニウムなどの離型剤、及び放熱材料用充填材等に幅広く利用されている。本実施形態に係る無機粉末が、前述の凝集状窒化ホウ素粉末、鱗片状窒化ホウ素粉末、及び球状窒化ホウ素粉末から選択される少なくとも１つの粉末であれば、従来よりも流動性に優れる固体潤滑剤、離型剤、及び放熱材料用充填材を提供しやすい。本開示において「凝集状窒化ホウ素粉末」とは、一次粒子が鱗片状の六方晶窒化ホウ素が凝集して塊状になったものを指す。

[0019] 本開示において「球状の粉末」とは、走査型電子顕微鏡を用いて１０，０００倍の倍率で粉末を観察したときに、円形状又は丸みを帯びた粒形状に観察されることを意味する。一実施形態において、球状窒化ホウ素粉末の平均円形度は０．７０以上であってもよく、０．７５以上であってもよく、０．８０以上であってもよく、０．８７以上であってもよい。なお、「平均円形度」は、以下の方法で算出できる。

（平均円形度の測定方法）

走査型電子顕微鏡（ＳＥＭ）を用いて撮影した粉末の像（倍率：１０，０００倍、画像解像度：１２８０×１０２４ピクセル）について、画像解析ソフト（例えば、マウンテック社製、商品名：ＭａｃＶｉｅｗ）を用いた画像

解析により、１個の粒子の投影面積（Ｓ）及び周囲長（Ｌ）を算出する。投影面積（Ｓ）及び周囲長（Ｌ）を以下の式（３）に代入して円形度を求める。任意の２００個の粒子について求めた円形度の平均値を平均円形度とする。

円形度＝４πＳ／Ｌ^2　・・・（３）

[0020] 一実施形態において、無機粉末の、Ｘ線光電子分光法により測定したO_{1s}ピーク強度から算出した半定量値（以下、「O_{1s}半定量値」と記載することもある）は、０．６以上であることが好ましく、０．６５以上であることがより好ましく、０．７以上であることがさらに好ましい。本開示において、「Ｘ線光電子分光法により測定したO_{1s}ピーク強度から算出した半定量値」とは、Ｘ線光電子分光装置（例えば、サーモ・フィッシャー社製、製品名：Ｋ－Ａｌｐｈａ型　Ｘ線光電子分光装置、モノクロメータ付きＡｌ－Ｘ線源、測定領域：４００×２００μｍ）を用いて無機粉末を測定して得られたスペクトルを、シャーリー法でバックグラウンドを取り、O_{1s}ピーク強度から算出した半定量値を指す。より具体的には、「O_{1s}半定量値」は、Ｘ線光電子分光装置のマニュアルに沿って測定した、無機粉末中のO_{1s}ピーク面積の値を採用できる。ここで「シャーリー法」とは、バックグラウンドの原因となる非弾性散乱電子に対し、エネルギー依存性は無いこと、また、非弾性散乱する電子数はピーク強度に比例するということを仮定して、差し引かれるバックグラウンドの形状を決定する方法を意味する。

[0021] （用途）

本実施形態に係る無機粉末は、流動性に優れた樹脂組成物を与えることができる。そのため、樹脂用充填剤として好ましく用いることができる。

[0022] ＜樹脂用充填剤＞

本実施形態に係る樹脂用充填剤は、前述の無機粉末を含む。より流動性に優れる樹脂組成物を得る観点からは、樹脂用充填剤は前述の無機粉末のみで構成されていてもよい。なお、本実施形態に係る樹脂用充填剤を配合できる樹脂は特に限定されず、従来公知の熱硬化性樹脂及び熱可塑性樹脂に配合で

きる。

[0023] ［無機粉末の製造方法］

本実施形態に係る無機粉末の製造方法は、原料粉末を、キャビテーション気泡を含む液中に分散させることと（工程（Ｉ））、前記液中から前記原料粉末を回収したのち乾燥すること（工程（ＩＩ））を含む。本実施形態に係る製造方法によれば、ハウスナー比が１．００～１．３３である無機粉末を効率よく製造することができる。

[0024] ＜工程（Ｉ）＞

本実施形態に係る製造方法は、原料粉末を、キャビテーション気泡を含む液中に分散させること（工程（Ｉ））を含む。本開示において「キャビテーション気泡」とは、液体が低圧状態になった時に気化して発生する気泡を意味する。

原料粉末を、キャビテーション気泡を含む液中に分散させる方法としては、例えば、キャビテーション気泡を含む液中に原料粉末を投入して機械的に撹拌する方法、キャビテーション気泡を利用して原料粉末を液中に分散させる方法等が挙げられる。

[0025] キャビテーション気泡を含む液中に原料粉末を分散させると、キャビテーションで発生した気泡がその圧力差で膨張収縮する力によって、原料粉末中の凝集粒子（二次粒子を含む）が解砕される。その結果、原料粉末中の一次粒子の割合が高くなりやすい。このような原料粉末を後述する方法で回収・乾燥することで、タップ密度と嵩密度の比が小さい、すなわち、ハウスナー比が１．００～１．３３の範囲の無機粉末が得られる。本実施形態に係る製造方法において、工程（Ｉ）は、原料粉末中の凝集粒子をキャビテーション気泡でほぐすこと（すなわち、凝集粒子を解砕すること）を含むことが好ましい。前記ほぐすことには、凝集粒子を一次粒子まで解砕することが含まれる。

なお、工程（Ｉ）により、粒子表面上の水酸基の存在割合が増加すること等により、粒子表面の状態が変化しやすくなる。このことも、ハウスナー比

の小さな無機粉末が得られる一因であると考えられる。

[0026]（原料粉末）

原料粉末としては特に限定されない。任意の方法で調製された無機粉末を原料粉末として採用することができる。工程（Ｉ）において、効率的に凝集粒子を解砕する観点からは、原料粉末の平均粒子径（Ｄ５０）は、０．０５～３０μｍが好ましく、０．５～２５μｍがより好ましい。また、原料粉末の比表面積は、１～３０ｍ^2／ｇであってもよく、１～１５ｍ^2／ｇであってもよい。

[0027] 原料粉末のハウスナー比は１．３５～３．００が好ましく、１．５０～２．５０がより好ましい。ハウスナー比が前記範囲内の原料粉末を用いることにより、本実施形態に係る無機粉末が得られやすくなる。

[0028]（キャビテーション気泡）

キャビテーション気泡を含む液の調製方法としては、例えば、液を減圧する方法や、超音波による方法、流体力学的方法などが挙げられる。市販の装置を用いてこれらの方法によりキャビテーション気泡を含む液を調製することができる。一実施形態においては、流体力学的方法を採用してもよい。例えば、市販の粉体吸引連続溶解分散装置を用いて、キャビテーション気泡を含む液を調製することが好ましく、液体を循環させながらキャビテーション気泡を発生させることが特に好ましい。

粉体吸引連続溶解分散装置は一般に撹拌翼により流速を生じさせる機構を有している。一実施形態において、撹拌翼の回転数は、２，０００～１０，０００ｒｐｍであることが好ましく、４，０００～９，０００ｒｐｍであることがより好ましく、４，５００～８，０００ｒｐｍであることがさらに好ましく、５，０００～８，０００ｒｐｍであることがさらよりに好ましく、６，０００～７，２００ｒｐｍであることが特に好ましい。

[0029] 一実施形態において、工程（Ｉ）は液中にキャビテーション気泡を発生させることを含むことが好ましい。すなわち、キャビテーション気泡を発生させながら原料粉末を液中に分散させることにより、原料粉末中の凝集粒子が

解砕されやすくなる。

一実施形態において、キャビテーション気泡を発生させる処理は、装置の撹拌翼の回転数（ｒｐｍ）及び吐出量から算出されたキャビテーション処理の回数として、５０回以上行うことが好ましく、１００回以上行うことがより好ましく、１５０回以上行うことがさらに好ましい。

[0030]（液）

本実施形態に係る製造方法において、原料粉末を分散させる液は本発明の効果を有する限り特に限定されない。処理後の乾燥しやすさの観点からは、エタノール等の有機溶媒のみからなる液体であってもよく、水と有機溶媒の混合溶液であってもよい。

水と有機溶媒の混合溶液の場合、混合溶液中の水の含有量は、８０質量％以上であることが好ましく、９０質量％以上であることがより好ましく、９５質量％以上であることがさらに好ましい。一実施形態において、前記液は、水のみからなる液体であることが特に好ましい。

工程（ｉ）における液温は、液中でキャビテーションを効果的に発生させる観点、液体の揮発を抑制する観点からは、１０～６０℃が好ましく、２０～４０℃がより好ましい。

[0031] 液中に分散させる原料粉末の割合は、液と原料粉末の合計（１００質量％）に対して、５～３０質量％が好ましく、５～２０質量％がより好ましく、５～１５質量％がさらに好ましい。一実施形態において、前記原料粉末の割合は、５～１０質量％であってもよく、８～１０質量％であってもよい。

[0032] 工程（ｉ）を実施する時間は、本発明の効果を有する限り特に限定されない。解砕された粉末の回収効率を高くしやすい点、または処理粉末中の解砕のバラツキを抑止しやすい観点からは、工程（ｉ）の時間を長くしてもよい。一実施形態において、工程（ｉ）は、５分以上２４時間以下であってもよく、５分以上２０時間以下であってもよく、５分以上１０時間以下であってもよい。

[0033]＜工程（ｉｉ）＞

工程（ＩＩ）は、工程（Ｉ）の後、液中から原料粉末を回収したのち乾燥する工程である。液中から原料粉末を回収する方法としては、例えば、ろ過処理（減圧ろ過、真空ろ過等）、遠心分離等が挙げられる。

回収後の原料粉末を乾燥する方法としては、例えば、高温送風乾燥、減圧乾燥等が挙げられる。

一実施形態において、原料粉末の乾燥温度は、８０～１５０℃が好ましく、１００～１２０℃がより好ましい。また、乾燥時間は、２～２４時間が好ましく、５～１２時間がより好ましい。

[0034] 本実施形態に係る製造方法は、前述の工程（Ｉ）、（ＩＩ）以外の工程（その他の工程）を含むことができる。その他の工程としては、例えば、無機粉末を解すこと等が挙げられる。

[0035] ［樹脂組成物］

本実施形態に係る樹脂組成物は、前述の無機粉末と、熱可塑性樹脂及び熱硬化性樹脂からなる群より選択される少なくとも１つの樹脂とを含む。

樹脂組成物中の無機粉末の割合は特に限定されず、目的に応じて適宜調整し得る。例えば、樹脂組成物の総質量に対して、１～９９質量％の範囲であってもよく、５～８０質量％の範囲であってもよい。

[0036] ＜樹脂＞

本実施形態に係る樹脂組成物は、熱可塑性樹脂及び熱硬化性樹脂から選択される少なくとも１つの樹脂を含む。より具体的には、例えば、ポリエチレン樹脂；ポリプロピレン樹脂；エポキシ樹脂；シリコーン樹脂；フェノール樹脂；メラミン樹脂；ユリア樹脂；不飽和ポリエステル樹脂；フッ素樹脂；ポリイミド樹脂、ポリアミドイミド樹脂、ポリエーテルイミド樹脂等のポリアミド系樹脂；ポリブチレンテレフタレート樹脂、ポリエチレンテレフタレート樹脂等のポリエステル系樹脂；ポリフェニレンスルフィド樹脂；全芳香族ポリエステル樹脂；ポリスルホン樹脂；液晶ポリマー樹脂；ポリエーテルスルホン樹脂；ポリカーボネート樹脂；マレイミド変性樹脂；ＡＢＳ樹脂；ＡＡＳ（アクリロニトリル－アクリルゴム－スチレン）樹脂；ＡＥＳ（アク

リロニトリル－エチレン－プロピレン－ジエンゴム－スチレン）樹脂；炭化水素系エラストマー樹脂；ポリフェニレンエーテル樹脂；芳香族ポリエン系樹脂等が挙げられる。これらは１種単独で用いられてもよく、２種以上を併用してもよい。

[0037] 樹脂組成物には、本発明の効果を阻害しない範囲で、その他の添加剤を配合することができる。その他の添加剤としては、シリコーンゴム、ポリサルファイドゴム、アクリル系ゴム、ブタジエン系ゴム、スチレン系ブロックコポリマーや飽和型エラストマー等のゴム状物質；シリコーン樹脂等の樹脂状物質；エポキシ樹脂又はフェノール樹脂の一部又は全部をアミノシリコーン、エポキシシリコーン、アルコキシシリコーン等で変性した樹脂；Sb_2O_3、Sb_2O_4、Sb_2O_5等の難燃助剤；ハロゲン化エポキシ樹脂やリン化合物等の難燃剤；カーボンブラック、酸化鉄、染料、顔料等の着色剤等が挙げられる。これらは１種単独で用いられてもよく、２種以上を併用してもよい。

[0038] ＜樹脂組成物の製造方法＞

樹脂組成物の製造方法は、特に限定されず、各材料の所定量を撹拌、溶解、混合、分散させることにより製造することができる。これらの混合物の混合、撹拌、分散等の装置は特に限定されないが、撹拌、加熱装置を備えたライカイ機、３本ロールミル、ボールミル、プラネタリーミキサー等を用いることができる。またこれらの装置を適宜組み合わせて使用してもよい。

実施例

[0039] 以下、実施例を示して本発明をさらに具体的に説明するが、これらの実施例により本発明の解釈が限定されるものではない。

[0040] （原料粉末）

原料粉末として下記の無機金属化合物の粉末を用いた。

[表1]

表１		原料粉末１	原料粉末2	原料粉末3	原料粉末4
種類	(-)	球状窒化ホウ素粉末	鱗片状窒化ホウ素粉末	球状アルミナ粉末	球状シリカ粉末
平均粒子径（D50）	(μm)	0.62	5.0	0.30	0.40
比表面積	(m^2/g)	13.0	9.0	10.8	11.2
嵩密度	(g/cm^3)	0.19	0.18	0.35	0.24
タップ密度	(g/cm^3)	0.28	0.45	0.71	0.54
ハウスナー比	(-)	1.47	1.63	2.05	2.22
樹脂組成物の粘度(ρ1)	(Pa・s) せん断速度0.1[1/s]	846	163	64	9

[0041] 表１中、原料粉末の平均粒子径（Ｄ５０）、比表面積、嵩密度及びタップ密度、及び樹脂組成物の粘度（ρ１）は、後述する無機粉末と同じ条件で測定した値である。

[0042] ［実施例１］

粉体吸引連続溶解分散装置（日本スピンドル製造（株）製、製品名：ジェットペースター（登録商標）、型番：ＪＰＳＳ）によりキャビテーション気泡を発生させたイオン交換水中で、原料粉末１（１０質量%）を分散処理した（工程（ｉ））。なお、イオン交換水中のキャビテーション気泡は、前記装置の撹拌翼を７，２００ｒｐｍで回転させながら発生させた。工程（ｉ）を６０分間実施したのち、ろ過処理して原料粉末を回収した。その後、１２０℃で５時間乾燥させて、実施例１の無機粉末（球状窒化ホウ素粉末）を得た。

得られた無機粉末について、下記の条件で平均粒子径（Ｄ５０）、比表面積（ＢＥＴ比表面積）、O_{1s}半定量値、嵩密度及びタップ密度を測定した。また、無機粉末を含む樹脂組成物の流動性の評価を下記条件で行った。結果を表２に示す。

[0043] （嵩密度及びタップ密度の測定）

下記に示す方法で無機粉末の嵩密度及びタップ密度を測定した。

まず、１２０℃で５時間、無機粉末を乾燥させた。その後、乾燥後の無機粉末５．００±０．０２ｇ（Ｍ１）を精密天秤（最小秤量値０．００１ｇの

精密天秤）で測り取って、５０ｍＬのメスシリンダーに投入した。投入後、目視によりメスシリンダー内の無機粉末の容積（Ｖ１）（小数点以下１桁まで）を測定した。次に、メスシリンダーを持ち上げて３．５ｃｍの高さから５００回落下させる。この時、メスシリンダーに加わる衝撃が毎回同一となるように、ゴム製のマット（厚み４０ｍｍ）の上にメスシリンダーを落下させた。５００回落下後、目視でメスシリンダー内の無機粉末の容積（Ｖ２）（小数点以下１桁まで）を測定した。以下の式（１）～（２）より、無機粉末の嵩密度及びタップ密度を算出した。嵩密度及びタップ密度は、小数点以下３桁目を四捨五入して、小数点以下２桁まで算出した。また、嵩密度及びタップ密度は、メスシリンダーの１ｍＬを１ｃｍ^{3}として、「ｇ／ｃｍ^3」で算出した。なお、上記のタップ密度及び嵩密度の測定は、温度２３℃、湿度５０％の条件下で測定した。

嵩密度（ｇ／ｃｍ^3）：無機粉末の質量（Ｍ１）／Ｖ１　・・・（１）

タップ密度（ｇ／ｃｍ^3）：無機粉末の質量（Ｍ１）／Ｖ２　・・・（２）

上記の結果をもとに、ハウスナー比（タップ密度／嵩密度）を算出した。

[0044]（平均粒子径（Ｄ５０）の測定）

０．０１ｇの無機粉末を８０ｍＬのエタノールに分散させたのち、ホモジナイザーによる分散処理を行い、レーザー回折散乱法粒度分布測定装置（ベックマンコールター社製、商品名：ＬＳ－１３　３２０）により体積基準の粒度分布を測定した。このときエタノールの屈折率には１．３５９を用いた。得られた頻度粒度分布から、平均粒子径（Ｄ５０）（μｍ）を求めた。

[0045]（比表面積の測定）

ＪＩＳ　Ｚ　８８３０：２０１３に準拠して、窒素ガスを使用してＢＥＴ多点法により無機粉末のＢＥＴ比表面積を測定した。

[0046]（O_{1s}半定量値の測定）

Ｘ線光電子分光装置（サーモ・フィッシャー社製、製品名：Ｋ－Ａｌｐｈａ型　Ｘ線光電子分光装置、モノクロメータ付きＡｌ－Ｘ線源、測定領域：４００×２００μｍ）を用いてマニュアルに沿って測定したスペクトルを、

シャーリー法でバックグラウンドを取り、O_{1s}ピーク強度から半定量値（すなわち、O_{1s}ピーク面積）を算出した。

[0047] 無機粉末を含む樹脂組成物の流動性を、原料粉末と無機粉末のせん断粘度の比（キャビテーション処理前後のせん断粘度の比）で評価した。具体的には、以下の方法で樹脂組成物を調製した後、得られた樹脂組成物のせん断０．１（１／ｓ）の時の粘度の比を評価した。

（樹脂組成物の調製）

エポキシ樹脂（日鉄ケミカル＆マテリアル社製、製品名「ＹＤＦ－８１７０Ｃ」）に、分散剤（ビックケミージャパン（株）製、製品名「ＤＩＳＰＥＲＢＹＫ－１１１」、０．３質量％）、ＳＣ材（東京化成工業（株）製、製品名「３－グリシジルオキシプロピルトリメトキシシラン」、１質量％）、原料粉末（１５質量％）を加え、ハイブリッドミキサー（（株）シンキー製、製品名「あわとり練太郎（登録商標）　ＡＲ－２５０」）を用いて、常温、公転速度２，０００ｒｐｍ、自転速度８００ｒｐｍで、３分間混練した。その後３本ロールミル（アイメックス（株）製、製品名「ＢＲ－１５０ＶＩＩ」、ギャップ：１０μｍ、仕上げロール回転数：６０ｒｐｍ）で２回混練して、評価用の樹脂組成物（原料粉末を含む樹脂組成物（キャビテーション処理前））を得た。得られた樹脂組成物について、レオメータ（アントンパール社製、製品名「ＭＣＲ９２」）を用いて、２５℃において、せん断速度を０．０１（１／ｓ）から１００（１／ｓ）まで変化させたあと、せん断速度を１００（１／ｓ）から０．０１（１／ｓ）まで変化させて測定した粘度における、せん断０．１（１／ｓ）の時の粘度（ρ１）を測定した。結果を表１に示す。次に、上記と同じ方法で、実施例及び比較例に係る無機粉末（１５質量％）を含む樹脂組成物を調製して、せん断０．１（１／ｓ）時の粘度を測定してρ１に対する比を算出したのち、以下の評価基準に沿って評価した。以下の評価基準のうち、Ｂ評価以上を合格（樹脂に充填した際の流動性が改善されている）とした。結果を表２に示す。

（評価基準）

Ａ：ρ１に対する比が０．０１以下。

Ｂ：ρ１に対する比が０．０１超０．２５以下。

Ｃ：ρ１に対する比が０．２５超０．５以下。

Ｄ：ρ１に対する比が０．５超。

[0048] ［実施例２～７及び比較例１～４］

原料粉末の種類及び製造条件を表２の通りとした以外は、実施例１と同じ方法で無機粉末を製造した。比較例１～４は、キャビテーション気泡を含まない液中で原料粉末を撹拌して分散処理した後、原料粉末をろ過回収して乾燥処理を行った。得られた各例の無機粉末について、実施例１と同じ方法で、平均粒子径（Ｄ５０）、比表面積、嵩密度及びタップ密度の測定、並びに無機粉末を含む樹脂組成物の流動性評価を行った。また実施例２～５及び比較例１～２は実施例１と同じ方法でO_{1s}半定量値を測定した。結果を表２に示す。

表１～２中、「－」の記載は、装置を使用しなかった、又はその測定を実施しなかったことを意味する。

[0049]

[表2]

表 2				実施例 1	実施例	実施例 2	実施例3	実施例4	実施例 5	実施例 6	実施例 7	比較例 1	比較例 2	比較例 3	比較例 4
製造条件	使用原料			原料粉末 1	原料粉末 1	原料粉末1	原料粉末1	原料粉末1	原料粉末2	原料粉末3	原料粉末4	原料粉末 1	原料粉末2	原料粉末3	原料粉末4
	分散液			イオン交換水	イオン交換水	イオン交換水	イオン交換水	イオン交換水	イオン交換水	イオン交換水	イオン交換水	イオン交換水	イオン交換水	イオン交換水	イオン交換水
	工程(I)	キャビテーション気泡の有無		有								無			
		装置	(-)	粉体吸引連続溶解分散装置								—	—	—	—
		回転数	(rpm)	7,200	7,200	7,200	7,200	6,000	7,200	7,200	7,200	—	—	—	—
		処理時間	(min)	60	60	30	10	60	30	60	60	—	—	—	—
	工程(II)	乾燥温度	(℃)	120	120	120	120	120	120	120	120	120	120	120	120
		乾燥時間	(hr)	5	12	12	12	12	5	5	5	5	5	5	5
無機粉末の物性	嵩密度		(g/cm^3)	0.56	0.53	0.56	0.53	0.59	0.37	0.65	0.56	0.19	0.18	0.35	0.24
	タップ密度		(g/cm^3)	0.59	0.57	0.63	0.63	0.63	0.45	0.79	0.67	0.28	0.29	0.71	0.54
	ハウスナー比		(-)	1.06	1.07	1.13	1.19	1.07	1.23	1.22	1.20	1.47	1.65	2.05	2.22
	平均粒子径（D50）		(μm)	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	8.4	0.30	0.40	0.62	10.0	0.30	0.40
	比表面積		(m^2/g)	14.0	14.0	14.0	13.0	13.0	9.0	10.8	11.2	13.0	9.0	10.8	11.2
	O_{1s} 半定量値		(-)	1.4	1.4	0.9	0.7	1.1	2.2	—	—	0.4	1.8	—	—
流動性評価			(-)	A	A	A	B	B	A	A	A	D	D	D	D

[0050] 表２に示すように、ハウスナー比が１．００～１．３３である、実施例１

～７の無機粉末は、流動性に優れていた。これら実施例の無機粉末は、原料粉末よりも流動性が改善されていることが分かる。一方で、本発明の構成を満たさない比較例１～４の無機粉末は、実施例のものよりも流動性評価が劣っていた。以上の結果より、本実施形態に係る無機粉末は、樹脂に配合した際に優れた流動性を実現できることが確認できた。

産業上の利用可能性

[0051] 本実施形態に係る無機粉末は、流動性に優れた樹脂組成物を与えることができる。そのため、樹脂用充填剤として好ましく用いることができる。

請求の範囲

[請求項1] ハウスナー比が１．００～１．３３である、無機粉末。

[請求項2] 平均粒子径（Ｄ５０）が３０μｍ以下である、請求項１に記載の無機粉末。

[請求項3] 比表面積が０．３ｍ^2／ｇ以上である、請求項１または２に記載の無機粉末。

[請求項4] アルミナ粉末、窒化アルミニウム粉末、シリカ粉末、窒化ケイ素粉末、酸化マグネシウム粉末、酸化チタン粉末、ジルコニア粉末、酸化亜鉛粉末、凝集状窒化ホウ素粉末、鱗片状窒化ホウ素粉末、及び球状窒化ホウ素粉末から選択される少なくとも１つを含む、請求項１または２に記載の無機粉末。

[請求項5] 凝集状窒化ホウ素粉末、鱗片状窒化ホウ素粉末、及び球状窒化ホウ素粉末から選択される少なくとも１つである、請求項１または２に記載の無機粉末。

[請求項6] Ｘ線光電子分光法により測定したO_{1s}ピーク強度から算出した半定量値が０．６以上である、請求項５に記載の無機粉末。

[請求項7] 樹脂充填用である、請求項１または２に記載の無機粉末。

[請求項8] 請求項１または２に記載の無機粉末を含む、樹脂用充填剤。

[請求項9] 請求項１または２に記載の無機粉末と、熱可塑性樹脂及び熱硬化性樹脂からなる群より選択される少なくとも１つの樹脂とを含む、樹脂組成物。

[請求項10] 請求項１または２に記載の無機粉末の製造方法であって、

原料粉末を、キャビテーション気泡を含む液中に分散させることと、

前記液中から前記原料粉末を回収したのち乾燥することを含む、製造方法。

[請求項11] 前記分散させることが、前記原料粉末中の凝集粒子を前記キャビテーション気泡でほぐすことを含む、請求項１０に記載の製造方法。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2023/040831

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C01B 21/064(2006.01)i; ***C01B 33/18***(2006.01)i; ***C01F 7/023***(2022.01)i; ***C08K 3/013***(2018.01)i; ***C08L 101/00***(2006.01)i
FI: C01B21/064 M; C08L101/00; C08K3/013; C01F7/023; C01B33/18 E

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C01B21/064; C01B33/18; C01F7/023; C08K3/013; C08L101/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Published examined utility model applications of Japan 1922-1996
Published unexamined utility model applications of Japan 1971-2024
Registered utility model specifications of Japan 1996-2024
Published registered utility model applications of Japan 1994-2024

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 2022-025568 A (FUJIMI INC) 10 February 2022 (2022-02-10) examples 1-3, tables 1, 3	1-2
A	examples 1-3, tables 1, 3	3-11
X	US 2017/0326641 A1 (INDUSTRY-UNIVERSITY COOPERATION FOUNDATION HANYANG UNIVERSITY ERICA CAMPUS) 16 November 2017 (2017-11-16) paragraph [0121], table 3	1
A	paragraph [0121], table 3	2-11
X	JP 2017-132653 A (SHINETSU CHEMICAL CO) 03 August 2017 (2017-08-03) table 2	1
Y	table 1	1-9
A	tables 1, 2	10-11

☑ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☑ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
"D" document cited by the applicant in the international application
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed
"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
05 January 2024	**30 January 2024**

Name and mailing address of the ISA/JP	Authorized officer
Japan Patent Office (ISA/JP) **3-4-3 Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915** **Japan**	Telephone No.

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 2004-505875 A (ATOFINA) 26 February 2004 (2004-02-26) table 2	1
A	table 2	2-11
X	JP 2022-047494 A (QUESTEK INNOVATIONS LLC) 24 March 2022 (2022-03-24) table 2	1
A	table 2	2-11
X	US 2022/0242732 A1 (DEEPAK NITRITE LIMITED) 04 August 2022 (2022-08-04) paragraph [0046], table 2	1
A	paragraph [0046], table 2	2-11
Y	JP 2013-040062 A (MITSUBISHI CHEMICALS CORP) 28 February 2013 (2013-02-28) paragraphs [0007], [0017], [0038]	1-9
A	paragraphs [0007], [0017], [0038]	10-11
Y	WO 2022/106923 A1 (BIOPHARMA SYNERGIES, S. L.) 27 May 2022 (2022-05-27) table 11	1-9
A	table 11	10-11

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.
PCT/JP2023/040831

Patent document cited in search report	Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)	Publication date (day/month/year)
JP 2022-025568 A	10 February 2022	(Family: none)	
US 2017/0326641 A1	16 November 2017	WO 2016/088947 A1 KR 10-2016-0069447 A KR 10-2017-0064520 A	
JP 2017-132653 A	03 August 2017	US 2017/0210672 A1 tables 1, 2 CA 2955627 A tables 1, 2 CN 107010954 A TW 201741268 A	
JP 2004-505875 A	26 February 2004	US 2003/0091491 A1 table 2 WO 2002/012119 A1 FR 2812626 A1 AU 8410101 A CN 1386110 A	
JP 2022-047494 A	24 March 2022	EP 3967423 A1 table 2	
US 2022/0242732 A1	04 August 2022	WO 2020/245669 A1 table 2	
JP 2013-040062 A	28 February 2013	(Family: none)	
WO 2022/106923 A1	27 May 2022	(Family: none)	

国際調査報告

国際出願番号
PCT/JP2023/040831

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（ＩＰＣ））

C01B 21/064(2006.01)i; C01B 33/18(2006.01)i; C01F 7/023(2022.01)i; C08K 3/013(2018.01)i; C08L 101/00(2006.01)i
FI: C01B21/064 M; C08L101/00; C08K3/013; C01F7/023; C01B33/18 E

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（ＩＰＣ））

C01B21/064; C01B33/18; C01F7/023; C08K3/013; C08L101/00

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	１９２２－１９９６年
日本国公開実用新案公報	１９７１－２０２４年
日本国実用新案登録公報	１９９６－２０２４年
日本国登録実用新案公報	１９９４－２０２４年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

C. 関連すると認められる文献

引用文献のカテゴリー*	引用文献名　及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する請求項の番号
X	JP 2022-025568 A (株式会社フジミインコーポレーテッド) 10.02.2022 (2022-02-10) 実施例1-3,表1,表3	1-2
A	実施例1-3,表1,表3	3-11
X	US 2017/0326641 A1 (INDUSTRY-UNIVERSITY COOPERATION FOUNDATION HANYANG UNIVERSITY ERICA CAMPUS) 16.11.2017 (2017-11-16) [0121],表3	1
A	[0121],表3	2-11
X	JP 2017-132653 A (信越化学工業株式会社) 03.08.2017 (2017-08-03) 表2	1
Y	表1	1-9
A	表1、表2	10-11

☑ Ｃ欄の続きにも文献が列挙されている。

☑ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー
"A" 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
"D" 国際出願で出願人が先行技術文献として記載した文献
"E" 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
"L" 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）
"O" 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
"P" 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日の後に公表された文献
"T" 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と抵触するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
"X" 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
"Y" 特に関連のある文献であって、当該文献と他の１以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
"&" 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日	国際調査報告の発送日
05.01.2024	30.01.2024

名称及びあて先
日本国特許庁(ISA/JP)
〒100-8915
日本国
東京都千代田区霞が関三丁目４番３号

権限のある職員（特許庁審査官）
若土　雅之 4G 2356

電話番号 03-3581-1101 内線 3416

C.　関連すると認められる文献

引用文献のカテゴリー*	引用文献名　及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する請求項の番号
X	JP 2004-505875 A (アトフィナ) 26.02.2004 (2004-02-26) 表2	1
A	表2	2-11
X	JP 2022-047494 A (クエステック イノベーションズ リミテッド ライアビリティ カンパニー) 24.03.2022 (2022-03-24) 表2	1
A	表2	2-11
X	US 2022/0242732 A1 (DEEPAK NITRITE LIMITED) 04.08.2022 (2022-08-04) [0046],表2	1
A	[0046],表2	2-11
Y	JP 2013-040062 A (三菱化学株式会社) 28.02.2013 (2013-02-28) [0007],[0017],[0038]	1-9
A	[0007],[0017],[0038]	10-11
Y	WO 2022/106923 A1 (BIOPHARMA SYNERGIES, S. L.) 27.05.2022 (2022-05-27) 表11	1-9
A	表11	10-11

国際調査報告
パテントファミリーに関する情報

国際出願番号
PCT/JP2023/040831

引用文献	公表日	パテントファミリー文献	公表日
JP 2022-025568 A	10.02.2022	（ファミリーなし）	
US 2017/0326641 A1	16.11.2017	WO 2016/088947 A1 KR 10-2016-0069447 A KR 10-2017-0064520 A	
JP 2017-132653 A	03.08.2017	US 2017/0210672 A1 表1,表2 CA 2955627 A 表1,表2 CN 107010954 A TW 201741268 A	
JP 2004-505875 A	26.02.2004	US 2003/0091491 A1 表2 WO 2002/012119 A1 FR 2812626 A1 AU 8410101 A CN 1386110 A	
JP 2022-047494 A	24.03.2022	EP 3967423 A1 表2	
US 2022/0242732 A1	04.08.2022	WO 2020/245669 A1 表2	
JP 2013-040062 A	28.02.2013	（ファミリーなし）	
WO 2022/106923 A1	27.05.2022	（ファミリーなし）	