

(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
2012年8月23日(23.08.2012)



(10) 国際公開番号
WO 2012/111692 A1

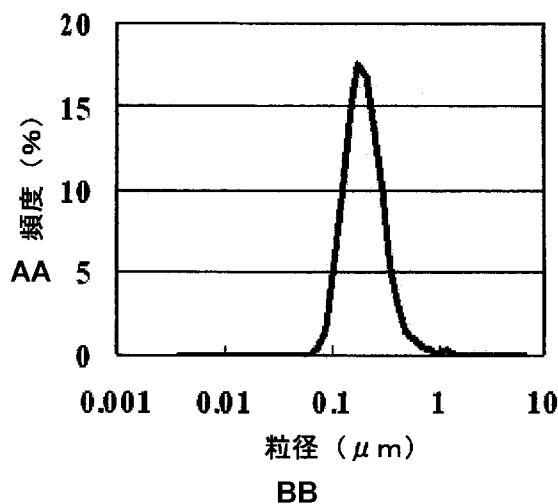
- (51) 国際特許分類:
C01F 11/18 (2006.01) *C09C 3/08* (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2012/053480
- (22) 国際出願日: 2012年2月15日(15.02.2012)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2011-029946 2011年2月15日(15.02.2011) JP
- (71) 出願人(米国を除く全ての指定国について): 宇部マテリアルズ株式会社(UBE MATERIAL INDUSTRIES, LTD.) [JP/JP]; 〒7558510 山口県宇部市大字小串1985番地 Yamaguchi (JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人(米国についてののみ): 岡田 文夫(OKADA, Fumio) [JP/JP]; 〒7558510 山口県宇部市大字小串1985番地 宇部マテリアルズ株式会社内 Yamaguchi (JP). 日元 武史(HIMOTO, Takeshi) [JP/JP]; 〒7558510 山口県宇部市大字小串1985番地 宇部マテリアルズ株式会社内 Yamaguchi (JP). 藤本 真之(FUJIMOTO, Masayuki) [JP/JP]; 〒7558510 山口県宇部市大字小串1985番地 宇部マテリアルズ株式会社内 Yamaguchi (JP).
- (74) 代理人: 柳川 泰男(YANAGAWA, Yasuo); 〒1600004 東京都新宿区四谷2-14 ミツヤ四谷ビル8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, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

[続葉有]

(54) Title: ALKALINE EARTH METAL CARBONATE MICROPOWDER

(54) 発明の名称: アルカリ土類金属炭酸塩微粉末

[図1]



AA Frequency (%)
BB Grain size (μm)

(57) Abstract: Dispersibility of an alkaline earth metal carbonate micropowder in a polymer resin or in an organic solvent is improved by treating the surface of the alkaline earth metal carbonate micropowder with a surfactant having hydrophilic groups and hydrophobic groups and groups that form anions in water.

(57) 要約: 親水性基と疎水性基とを有し、更に水中でアニオンを形成する基を有する界面活性剤でアルカリ土類金属炭酸塩微粉末の表面を処理することによって、アルカリ土類金属炭酸塩微粉末の高分子樹脂中及び有機溶媒中への分散性が向上する。



(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, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, 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, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK,

SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

明 細 書

発明の名称： アルカリ土類金属炭酸塩微粉末

技術分野

[0001] 本発明は、アルカリ土類金属炭酸塩微粉末に関する。本発明はまた、該アルカリ土類金属炭酸塩粉末が有機溶媒中に分散された分散液にも関する。

背景技術

[0002] アルカリ土類金属炭酸塩微粉末は、高分子樹脂の充填材として広く利用されている。

特許文献 1 には、粒子サイズがサブミクロンからナノサイズのアルカリ土類金属炭酸塩微粉末を樹脂フィルムの充填材として用いることによって、透明性をある程度維持したまま引張強度や巻き取り時のブロックキング防止といった取り扱い性が向上するなど高い効果が得られることが記載されている。この文献には、上記の粒子サイズがサブミクロンからナノサイズのアルカリ土類金属炭酸塩微粉末が有機溶媒中で凝集しないようにするための方法として、有機溶媒中に分散させた炭酸塩微粒子の表面をカルボン酸基を有する表面改質剤で湿式処理した後、ノニオン性活性剤などの分散剤で表面処理する方法が記載されている。

[0003] 特許文献 2 には、高分子樹脂中に長軸に沿った平均粒子サイズが 500 nm 以下の針状炭酸ストロンチウム粒子を、高分子樹脂の結合鎖の延伸方向（長手方向）と針状炭酸ストロンチウム粒子の長軸方向（長手方向）とが互いに平行あるいは直角になるように分散させることにより、高分子樹脂の結合鎖の配向により生じる複屈折性をストロンチウム粒子の配向により生じる複屈折性で相殺させて非複屈折性光学樹脂材料とすることが記載されている。この文献には、上記非複屈折性光学樹脂材料の製造方法として、針状炭酸ストロンチウム粉末を有機溶媒に分散させた分散液に高分子樹脂を加えて得たポリマー溶液をガラス板の上に塗布し、次いで溶媒を蒸発させてポリマーフィルムとした後延伸する方法と、針状炭酸ストロンチウム粉末と高分子樹脂

とを混練してペレットに成形し、次いで得られたペレットを射出成形機に入れて板状に成形する方法とが記載されている。

先行技術文献

特許文献

[0004] 特許文献1：特開2008-101051号公報

特許文献2：特開2004-35347号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0005] 特許文献1及び2に記載されているように、高分子樹脂用の充填材として粒子サイズがサブミクロンからナノサイズの粒状及び針状のアルカリ土類金属炭酸塩微粉末が検討されているが、微細な粉末は凝集し易いため、乾燥させたアルカリ土類金属炭酸塩微粉末を有機溶媒中に一次粒子もしくはそれに近い微粒子の状態で分散させることは難しい。特許文献1には、有機溶媒中に分散させた後の炭酸塩微粒子の凝集を抑えるための方法については記載があるが、乾燥させたアルカリ土類金属炭酸塩微粉末を有機溶媒中に一次粒子もしくはそれに近い微粒子の状態で容易に分散させることができるようにするための方法については記載はない。

従って、本発明の目的は、高分子樹脂中及び有機溶媒中に一次粒子もしくはそれに近い微粒子の状態で容易に分散させることができるアルカリ土類金属炭酸塩微粉末(乾燥粉末)を提供することにある。本発明の目的はまた、容易に製造することができる、アルカリ土類金属炭酸塩微粉末が有機溶媒中に一次粒子もしくはそれに近い微粒子の状態で分散している分散液を提供することにもある。

課題を解決するための手段

[0006] 本発明者は、親水性基と疎水性基とを含み、更に水中でアニオンを形成する基を有する界面活性剤でアルカリ土類金属炭酸塩微粉末の表面を処理することによって、アルカリ土類金属炭酸塩微粉末の高分子樹脂中及び有機溶媒

中への分散性が向上すること、特に是有機溶媒中への分散性が向上することを見出して、本発明を完成させた。

[0007] 従って、本発明は、親水性基と疎水性基とを含み、更に水中でアニオンを形成する基を有する界面活性剤で表面が処理されているアルカリ土類金属炭酸塩微粉末にある。

[0008] 本発明のアルカリ土類金属炭酸塩微粉末の好ましい態様は、次の通りである。

(1) 上記界面活性剤のアニオンを形成する基が、カルボン酸基、硫酸基又はリン酸基である。

(2) 上記界面活性剤の親水性基が、炭素原子数が1～4の範囲にあるオキシアルキレン基である。

(3) 上記界面活性剤の疎水性基が、炭素原子数が3～30の範囲にあるアルキル基、フェニル基又は炭素原子数が7～30の範囲にあるアルキルフェニル基である。

(4) アルカリ土類金属炭酸塩微粉末が、平均粒子径が10～200nmの範囲にある粒子の粉末である。

(5) アルカリ土類金属炭酸塩微粉末が、長径の平均長さが10～500nmの範囲にあり、平均アスペクト比が2～10の範囲にある針状粒子の粉末である。

(6) アルカリ土類金属炭酸塩微粉末が炭酸ストロンチウム微粉末である。

[0009] 本発明はまた、有機溶媒中に上記本発明のアルカリ土類金属炭酸塩微粉末を分散させることによって得られたアルカリ土類金属炭酸塩粉末分散液にもある。

[0010] 本発明はさらに、平均粒子径が10～200nmの範囲にあるアルカリ土類金属炭酸塩微粉末を、その水性懸濁液中で、親水性基と疎水性基とを含み、更に水中でアニオンを形成する基を有する界面活性剤と接触させた後、乾燥することを特徴とする、有機溶媒中での分散性が向上したアルカリ土類金属炭酸塩微粉末の製造方法にもある。

[0011] 本発明はさらにまた、長径の平均長さが10～500nmの範囲にあり、平均アスペクト比が2～10の範囲にある針状アルカリ土類金属炭酸塩微粉末を、その水性懸濁液中で、親水性基と疎水性基とを含み、更に水中でアニオンを形成する基を有する界面活性剤と接触させた後、乾燥することを特徴とする、有機溶媒中での分散性が向上したアルカリ土類金属炭酸塩微粉末の製造方法にもある。

発明の効果

[0012] 本発明のアルカリ土類金属炭酸塩微粉末は高分子樹脂中及び有機溶媒中への分散性が高いことから、本発明のアルカリ土類金属炭酸塩微粉末を高分子樹脂材料の充填材として用いることによって、アルカリ土類金属炭酸塩微粉末が一次粒子もしくはそれに近い微粒子の状態で分散した高分子樹脂組成物を得ることができる。特に、本発明の分散液に高分子樹脂を溶解させて、塗布し、乾燥することによって、アルカリ土類金属炭酸塩微粉末が一次粒子もしくはそれに近い微粒子の状態で分散した高分子樹脂フィルムを得ることができる。

図面の簡単な説明

[0013] [図1]実施例1で調製した分散液に分散している針状炭酸ストロンチウム粒子の粒子径の頻度分布を示すグラフである。

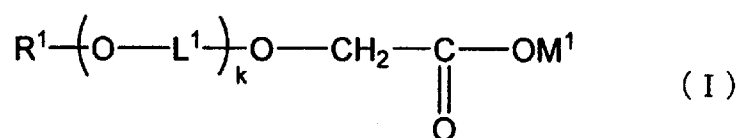
発明を実施するための形態

[0014] 本発明のアルカリ土類金属炭酸塩微粉末の表面は、親水性基と疎水性基とを含み、さらに該親水性基とは別に、水中でアニオンを形成する基を有する界面活性剤で処理されている。

[0015] 本発明で用いる界面活性剤は、親水性基と疎水性基とが結合し、親水性基と水中でアニオンを形成する基とが結合していることが好ましい。アニオンを形成する基はカルボン酸基($-\text{CO}_2\text{H}$)、硫酸基($-\text{OSO}_3\text{H}$)又はリン酸基($-\text{PO}_3\text{H}_2$)であることが好ましい。これらの酸基の水素原子は、ナトリウムやカリウムなどのアルカリ金属又はアンモニウムで置換されていてもよい。親水性基は炭素原子数が1～4の範囲にあるオキシアルキレン基で

あることが好ましい。疎水性基は炭素原子数が3～30の範囲にあるアルキル基、フェニル基又は炭素原子数が7～30の範囲にあるアルキルフェニル基であることが好ましい。アニオンを形成する基がカルボン酸基である界面活性剤は、下記の式（I）で表される化合物であることが好ましい。

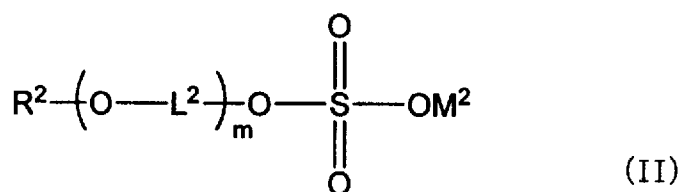
[0016] [化1]



[0017] 式（I）において、 R^1 は炭素原子数が3～30の範囲にあるアルキル基、フェニル基又は炭素原子数が7～30の範囲にあるアルキルフェニル基を意味し、 L^1 は炭素原子数が1～4の範囲にあるアルキレン基を意味し、 M^1 は水素、アルカリ金属又はアンモニウムを意味し、 k は2～10の範囲の数を意味する。 R^1 は炭素原子が10～18の範囲にあるアルキル基又はアルキルフェニル基であることが好ましい。 L^1 はエチレン基であることが好ましい。

[0018] アニオンを形成する基が硫酸基である界面活性剤は、下記の式（II）で表される化合物であることが好ましい。

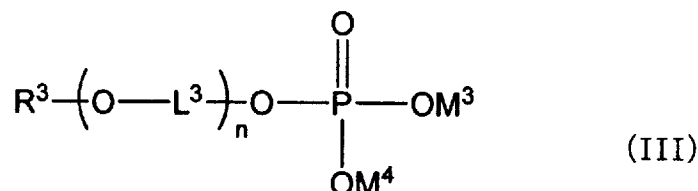
[0019] [化2]



[0020] 式（II）において、 R^2 は炭素原子数が3～30の範囲にあるアルキル基、フェニル基又は炭素原子数が7～30の範囲にあるアルキルフェニル基を意味し、 L^2 は炭素原子数が1～4の範囲にあるアルキレン基を意味し、 M^2 は水素、アルカリ金属又はアンモニウムを意味し、 m は2～10の範囲の数を意味する。 R^2 は炭素原子が12～18の範囲にあるアルキル基又はアルキルフェニル基であることが好ましい。

[0021] アニオンを形成する基がリン酸基である界面活性剤は、下記の式 (III) で表される化合物であることが好ましい。

[0022] [化3]



[0023] 式 (III) において、 R^3 は炭素原子数が3～30の範囲にあるアルキル基、フェニル基又は炭素原子数が7～30の範囲にあるアルキルフェニル基を意味し、 L^3 は炭素原子数が1～4の範囲にあるアルキレン基を意味し、 M^3 及び M^4 はそれぞれ独立して水素、アルカリ金属又はアンモニウムを意味し、 n は2～10の範囲の数を意味する。 R^3 は炭素原子が12～18の範囲にあるアルキル基又はアルキルフェニル基であることが好ましい。

[0024] 上記の界面活性剤を用いてアルカリ土類金属炭酸塩微粉末の表面を処理する方法としては、その水性懸濁液中で界面活性剤とアルカリ土類金属炭酸塩微粉末とを接触させた後、アルカリ土類金属炭酸塩微粉末を乾燥する方法を用いることができる。界面活性剤は、水性懸濁液中で形成されたアニオンを介してアルカリ土類金属炭酸塩微粉末の表面に付着する。水性懸濁液中で界面活性剤とアルカリ土類金属炭酸塩微粉末とを接触させる方法としては、アルカリ土類金属炭酸塩微粉末が分散している水性懸濁液中に界面活性剤を加える方法、界面活性剤が溶解している水溶液中にアルカリ土類金属炭酸塩微粉末を加える方法及び水中に界面活性剤とアルカリ土類金属炭酸塩微粉末とを同時に加える方法のいずれかの方法を用いることができる。界面活性剤の使用量は、アルカリ土類金属炭酸塩微粉末100質量部に対して、一般に1～30質量部の範囲、好ましくは5～20質量部の範囲である。アルカリ土類金属炭酸塩微粉末を乾燥する方法としては、噴霧乾燥法を用いることができる。

[0025] アルカリ土類金属炭酸塩微粉末の例としては、炭酸マグネシウム微粉末、

炭酸カルシウム微粉末、炭酸ストロンチウム微粉末及び炭酸バリウム微粉末が挙げられる。炭酸ストロンチウム微粉末が好ましい。

[0026] 本発明で用いるアルカリ土類金属炭酸塩微粉末は、粒子形状については特には制限はなく平均アスペクト比（長径／短径）が2未満（特に1.5以下）の粒状粒子であってもよいし、平均アスペクト比が2以上（特に2.5以上）の針状粒子であってもよい。粒状粒子は、平均粒子径が10～200 nmの範囲にあることが好ましい。針状粒子は、長径の平均長さが10～500 nmの範囲にあることが好ましく、10～200 nmの範囲にあることがより好ましい。針状粒子の平均アスペクト比は2～10の範囲にあることが好ましく、2.5～10の範囲にあることがより好ましい。

[0027] 炭酸ストロンチウムの粒状粒子は、例えば、水酸化ストロンチウムの水溶液もしくは水性懸濁液を攪拌しながら、該水溶液もしくは水性懸濁液に二酸化炭素ガスを導入して、水酸化ストロンチウムを炭酸化させて炭酸ストロンチウム粒子を生成させ、次いで炭酸ストロンチウム粒子を粉砕することによって製造することができる。水酸化ストロンチウムの水溶液もしくは水性懸濁液の濃度は、一般に1～20質量%の範囲、好ましくは2～15質量%の範囲、より好ましくは3～8質量%の範囲である。二酸化炭素ガスの導入量は、水酸化ストロンチウムの水溶液もしくは水性懸濁液中の水酸化ストロンチウム1 gに対して一般に0.5～200 mL／分の範囲、好ましくは0.5～100 mL／分の範囲、より好ましくは1～50 mL／分の範囲である。水酸化ストロンチウムを炭酸化させる際には、生成する炭酸ストロンチウム粒子の粒子成長調整剤として、水酸基を有するカルボン酸を、水酸化ストロンチウムの水溶液もしくは水性懸濁液に溶解させることが好ましい。水酸基を有するカルボン酸の例としては、クエン酸、酒石酸、リンゴ酸及びグルコン酸を挙げることができる。水酸基を有するカルボン酸の使用量は、水酸化ストロンチウム100質量部に対して一般に0.1～20質量部の範囲、好ましくは1～10質量部の範囲である。

[0028] 炭酸ストロンチウムの針状粒子は、例えば、水酸化ストロンチウムの水溶

液もしくは水性懸濁液を攪拌しながら、下記の式 (IV) で表されるジカルボン酸の存在下にて、該水溶液もしくは水性懸濁液に二酸化炭素ガスを導入して、水酸化ストロンチウムを炭酸化させることによって製造することができる。

[0029] $\text{HOOC-L-COOH} \cdots (\text{IV})$

[0030] 但し、Lは、炭素原子数が1～4の範囲にある二価の鎖状炭化水素基である。鎖状炭化水素基は二重結合を有していてもよい。鎖状炭化水素基の炭素原子数は、1～3の範囲にあることが好ましく、1または2であることが好ましい。鎖状炭化水素基は、水酸基と結合していないことが好ましい。鎖状炭化水素基は、水素原子の全部もしくは一部が炭素原子数が1～6の範囲にあるアルキル基、特にメチル基もしくはエチル基で置換されていることが好ましい。針状炭酸ストロンチウム粒子の製造に有利に用いることができるジカルボン酸の例としては、メチルマロン酸、ジメチルマロン酸、エチルマロン酸、ジエチルマロン酸、メチルコハク酸、2, 2-ジメチルコハク酸、2, 3-ジメチルコハク酸、メチルマレイン酸（シトラコン酸）及びジメチルマレイン酸を挙げることができる。これらのジカルボン酸は、水酸化ストロンチウムの水溶液もしくは水性懸濁液中に、水酸化ストロンチウム100質量部に対して1～20質量部の範囲にて溶解していることが好ましく、2～15質量部の範囲にて溶解していることがより好ましい。水酸化ストロンチウムの水溶液もしくは水性懸濁液の濃度及び二酸化炭素ガスの導入量は、上記粒状粒子の製造条件と同じである。

[0031] 本発明のアルカリ土類金属炭酸塩微粉末は有機溶媒への分散性が高い。本発明のアルカリ土類金属炭酸塩微粉末は、有機溶媒に投入して攪拌処理あるいは超音波処理などの通常の分散処理を行なうことによって、一次粒子もしくはそれに近い微粒子として有機溶媒中に分散させることができる。アルカリ土類金属炭酸塩微粉末を分散させる有機溶媒は極性有機溶媒であることが好ましい。アルカリ土類金属炭酸塩微粉末を好適に分散させることができる極性有機溶媒の例としては、アルコール（例えば、エタノール、1-プロパ

ノール、2-プロパノール、1-ブタノール、エチレングルコール）、塩化メチレン及びテトラヒドロフランを挙げることができる。これらの有機溶媒の中で好ましい溶媒は、塩化メチレン及びテトラヒドロフランである。

実施例

[0032] [実施例 1]

(1) 炭酸ストロンチウム粒子水性懸濁液の調製

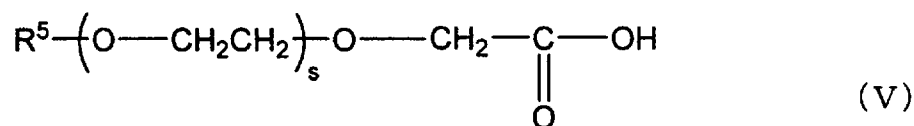
水温 40℃ の純水 3 L に水酸化ストロンチウム八水和物 366 g を投入し、攪拌して濃度 5.6 質量% の水酸化ストロンチウム水性懸濁液を調製した。この水酸化ストロンチウム水性懸濁液にジメチルマロン酸 8.6 g（水酸化ストロンチウム 100 質量部に対して 5.1 質量部）を加えて攪拌して溶解させた。次いで、水酸化ストロンチウム水性懸濁液の液温を 40℃ に維持しつつ、攪拌を続けながら、該水性懸濁液に二酸化炭素ガスを 0.5 L/分の流量（水酸化ストロンチウム 1 g に対して 3.0 mL/分の流量）にて、該水性懸濁液の pH が 7 になるまで吹き込んで、炭酸ストロンチウム粒子を生成させた後、さらに 30 分間攪拌を続けて、炭酸ストロンチウム粒子水性懸濁液を得た。

[0033] (2) 親水性基と疎水性基とカルボン酸基を有する界面活性剤で表面処理された炭酸ストロンチウム微粉末の製造

上記 (1) で製造した炭酸ストロンチウム粒子水性懸濁液に、下記の式 (V) で表される界面活性剤を 20 g（炭酸ストロンチウム 100 質量部に対して 10 質量部）を添加した後、ホモキサー（プライミクス（株）製、T.K. ホモキサー Mark II）を用いて、攪拌羽根を 7.85 m/秒の周速で回転させて 1 時間攪拌混合した。攪拌混合終了後、炭酸ストロンチウム水性懸濁液を、ドラムドライヤーを用いて乾燥して炭酸ストロンチウム微粉末を得た。

[0034]

[化4]



[0035] 但し、 R^5 は炭素原子数が10～15の範囲にあるアルキル基、 s は2～7の範囲の数である。

[0036] 得られた炭酸ストロンチウム微粉末を走査型電子顕微鏡（SEM）を用いて観察したところ、粒子形状は針状であることが確認された。またSEMの拡大写真から画像解析により300個の針状炭酸ストロンチウム粒子についてアスペクト比と長径を測定し、その平均値を求めた。その結果、平均アスペクト比は2.70で、長径の平均長さは110nmであった。また、得られた炭酸ストロンチウム微粉末のBET比表面積は48.7m²/gであった。

[0037] (3) 炭酸ストロンチウム微粉末の分散性の評価

上記(2)で得られた、界面活性剤で表面処理された炭酸ストロンチウム微粉末0.2gを塩化メチレン20mLに投入して、超音波ホモジナイザーを用いて5分間超音波分散処理を行なって炭酸ストロンチウム粒子分散液を調製した。次いで、調製した分散液中の炭酸ストロンチウム粒子の平均粒子径を動的光散乱法粒度分布測定装置（ナノトラックUPA、日機装（株）製）により測定した。その結果、分散液に分散している針状炭酸ストロンチウム粒子の平均粒子径は0.170μm（170nm）であり、SEMの拡大写真から求めた長径の平均長さ（110nm）とほぼ同等であった。また、図1に分散液に分散している針状炭酸ストロンチウム粒子の粒子径の頻度分布を示す。図1の結果から粒子径の分布範囲は狭く、針状炭酸ストロンチウム粒子が一次粒子もしくはそれに近い微細な凝集粒子として分散液中に分散していることが分かる。

[0038] [実施例2]

実施例 1 の (1) 炭酸ストロンチウム粒子水性懸濁液の調製において、ジメチルマロン酸の代わりにメチルマレイン酸を 8.6 g (水酸化ストロンチウム 100 質量部に対して 5.1 質量部) 加えたこと以外は、実施例 1 と同様にして、親水性基と疎水性基とカルボン酸基を有する界面活性剤で表面処理された炭酸ストロンチウム微粉末を製造した。得られた炭酸ストロンチウム微粉末は、画像解析による平均アスペクト比が 2.78 で、長径の平均長さが 103 nm の針状粒子からなる粉末であり、BET 比表面積は 57.0 m²/g であった。得られた炭酸ストロンチウム微粉末 0.2 g を塩化メチレン 20 mL に投入して、超音波ホモジナイザーを用いて超音波分散処理を 5 分間行なって、炭酸ストロンチウム粒子分散液を調製した。得られた分散液の針状炭酸ストロンチウム粒子の平均粒子径は 0.3 μm (300 nm) であり、針状炭酸ストロンチウム粒子は均一に分散していた。

[0039] [比較例 1]

実施例 1 の (1) で調製した炭酸ストロンチウム粒子水性懸濁液をドラムドライヤーを用いて乾燥して炭酸ストロンチウム微粉末を得た。得られた炭酸ストロンチウム微粉末 0.2 g を塩化メチレン 20 mL に投入し、超音波ホモジナイザーを用いて超音波分散処理を 5 分間行なって、炭酸ストロンチウム粒子分散液を調製した。得られた分散液の針状炭酸ストロンチウム粒子の平均粒子径は 1.4 μm (1400 nm) であり、実施例 1 で得られた分散液と比較して、針状炭酸ストロンチウム粒子の分散性は低かった。

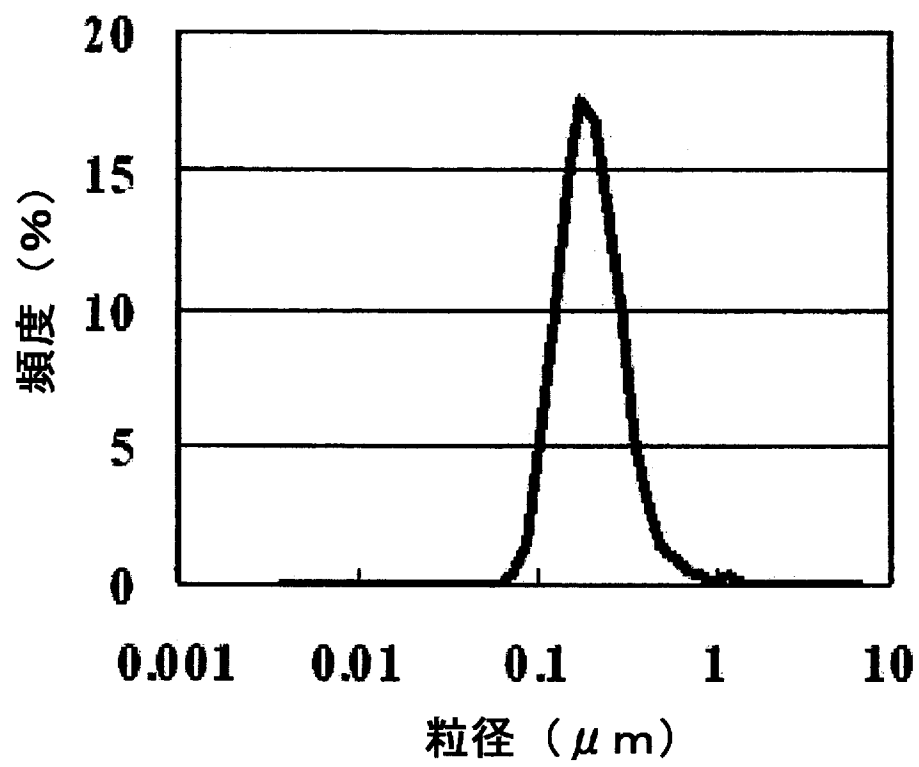
請求の範囲

- [請求項1] 親水性基と疎水性基とを含み、更に水中でアニオンを形成する基を有する界面活性剤で表面が処理されているアルカリ土類金属炭酸塩微粉末。
- [請求項2] 上記界面活性剤のアニオンを形成する基が、カルボン酸基、硫酸基又はリン酸基である請求項1に記載のアルカリ土類金属炭酸塩微粉末。
- [請求項3] 上記界面活性剤の親水性基が、炭素原子数が1～4の範囲にあるオキシアルキレン基である請求項1に記載のアルカリ土類金属炭酸塩微粉末。
- [請求項4] 上記界面活性剤の疎水性基が、炭素原子数が3～30の範囲にあるアルキル基、フェニル基又は炭素原子数が7～30の範囲にあるアルキルフェニル基である請求項1に記載のアルカリ土類金属炭酸塩微粉末。
- [請求項5] アルカリ土類金属炭酸塩微粉末が、平均粒子径が10～200nmの範囲にある粒子の粉末である請求項1に記載のアルカリ土類金属炭酸塩微粉末。
- [請求項6] アルカリ土類金属炭酸塩微粉末が、長径の平均長さが10～500nmの範囲にあり、平均アスペクト比が2～10の範囲にある針状粒子の粉末である請求項1に記載のアルカリ土類金属炭酸塩微粉末。
- [請求項7] アルカリ土類金属炭酸塩微粉末が炭酸ストロンチウム微粉末である請求項1に記載のアルカリ土類金属炭酸塩微粉末。
- [請求項8] 有機溶媒中に、請求項1に記載のアルカリ土類金属炭酸塩微粉末を分散させることによって得られたアルカリ土類金属炭酸塩粉末分散液。
- [請求項9] 平均粒子径が10～200nmの範囲にあるアルカリ土類金属炭酸塩微粉末を、その水性懸濁液中で、親水性基と疎水性基とを含み、更に水中でアニオンを形成する基を有する界面活性剤と接触させた後、

乾燥することを特徴とする、有機溶媒中での分散性が向上したアルカリ土類金属炭酸塩微粉末の製造方法。

[請求項10] 長径の平均長さが10～500nmの範囲にあり、平均アスペクト比が2～10の範囲にある針状アルカリ土類金属炭酸塩微粉末を、その水性懸濁液中で、親水性基と疎水性基とを含み、更に水中でアニオンを形成する基を有する界面活性剤と接触させた後、乾燥することを特徴とする、有機溶媒中での分散性が向上したアルカリ土類金属炭酸塩微粉末の製造方法。

[図1]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2012/053480

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C01F11/18 (2006.01) i, C09C3/08 (2006.01) i

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)

C01F11/18, C09C3/08

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

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2012
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2012	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2012

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 2008-015118 A (Konica Minolta Opto, Inc.), 24 January 2008 (24.01.2008), paragraphs [0108] to [0112], [0116], [0235] to [0243]; fig. 6 (Family: none)	1-10
X	JP 2002-220547 A (Maruo Calcium Co., Ltd.), 09 August 2002 (09.08.2002), claims; paragraph [0010] (Family: none)	1-5

☒ 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

“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
27 April, 2012 (27.04.12)

Date of mailing of the international search report
22 May, 2012 (22.05.12)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2012/053480

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2008-222496 A (Ube Material Industries, Ltd.), 25 September 2008 (25.09.2008), entire text & US 2010/0055460 A1 & WO 2008/111611 A1 & KR 10-2009-0125166 A & CN 101679061 A & TW 200900355 A	1-10

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2012/053480

Box No. II Observations where certain claims were found unsearchable (Continuation of item 2 of first sheet)

This international search report has not been established in respect of certain claims under Article 17(2)(a) for the following reasons:

1. ☐ Claims Nos.:
because they relate to subject matter not required to be searched by this Authority, namely:

2. ☐ Claims Nos.:
because they relate to parts of the international application that do not comply with the prescribed requirements to such an extent that no meaningful international search can be carried out, specifically:

3. ☐ Claims Nos.:
because they are dependent claims and are not drafted in accordance with the second and third sentences of Rule 6.4(a).

Box No. III Observations where unity of invention is lacking (Continuation of item 3 of first sheet)

This International Searching Authority found multiple inventions in this international application, as follows:

The technical feature of the invention of claim 1 is publicly known as disclosed in the documents 1 and 2.

Consequently, claims 1-10 involve two or more inventions, since claims 1-10 are classified into main invention of claims 1 and 2 and the inventions of other claims.

Document 1: JP 2008-015118 A (Konica Minolta Opto, Inc.)

Document 2: JP 2002-220547 A (Maruo Calcium Co., Ltd.)

1. ☐ As all required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers all searchable claims.
2. ☒ As all searchable claims could be searched without effort justifying additional fees, this Authority did not invite payment of additional fees.
3. ☐ As only some of the required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers only those claims for which fees were paid, specifically claims Nos.:

4. ☐ No required additional search fees were timely paid by the applicant. Consequently, this international search report is restricted to the invention first mentioned in the claims; it is covered by claims Nos.:

Remark on Protest

- ☐ The additional search fees were accompanied by the applicant's protest and, where applicable, the payment of a protest fee.
- ☐ The additional search fees were accompanied by the applicant's protest but the applicable protest fee was not paid within the time limit specified in the invitation.
- ☐ No protest accompanied the payment of additional search fees.

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（I P C））

Int.Cl. C01F11/18(2006.01)i, C09C3/08(2006.01)i

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（I P C））

Int.Cl. C01F11/18, C09C3/08

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	1 9 2 2 - 1 9 9 6 年
日本国公開実用新案公報	1 9 7 1 - 2 0 1 2 年
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 - 2 0 1 2 年
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 - 2 0 1 2 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 2008-015118 A（コニカミノルタオプト株式会社） 2008.01.24, 【0108】－【0112】, 【0116】, 【0235】－【0243】, 【図6】（ファミリーなし）	1-10
X	JP 2002-220547 A（丸尾カルシウム株式会社） 2002.08.09, 【特許請求の範囲】, 【0010】（ファミリーなし）	1-5

☒ 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
「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矛盾するものではなく、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

2 7 . 0 4 . 2 0 1 2

国際調査報告の発送日

2 2 . 0 5 . 2 0 1 2

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁（I S A / J P）

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官（権限のある職員）

佐藤 哲

4 G

3 9 4 7

電話番号 03-3581-1101 内線 3416

C (続き) . 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
A	JP 2008-222496 A (宇部マテリアルズ株式会社) 2008.09.25, 全文 & US 2010/0055460 A1 & WO 2008/111611 A1 & KR 10-2009-0125166 A & CN 101679061 A & TW 200900355 A	1-10

第Ⅱ欄 請求の範囲の一部の調査ができないときの意見（第1ページの2の続き）

法第8条第3項（PCT17条(2)(a)）の規定により、この国際調査報告は次の理由により請求の範囲の一部について作成しなかった。

1. ☐ 請求項 _____ は、この国際調査機関が調査をすることを要しない対象に係るものである。
つまり、
2. ☐ 請求項 _____ は、有意義な国際調査をすることができる程度まで所定の要件を満たしていない国際出願の部分に係るものである。つまり、
3. ☐ 請求項 _____ は、従属請求の範囲であってPCT規則6.4(a)の第2文及び第3文の規定に従って記載されていない。

第Ⅲ欄 発明の単一性が欠如しているときの意見（第1ページの3の続き）

次に述べるようにこの国際出願に二以上の発明があるところの国際調査機関は認めた。

請求項1に係る発明の技術的特徴は、文献1、2に記載されているように公知である。
そうすると、請求項1-10は、請求項1、2の主発明と、それ以外の請求項の発明とに区分されるから、請求項1-10は二以上の発明を含むものである。

文献1：JP 2008-015118 A (ユニカミノルタオプト株式会社)

文献2：JP 2002-220547 A (丸尾カルシウム株式会社)

1. ☐ 出願人が必要な追加調査手数料をすべて期間内に納付したので、この国際調査報告は、すべての調査可能な請求項について作成した。
2. ☒ 追加調査手数料を要求するまでもなく、すべての調査可能な請求項について調査することができたので、追加調査手数料の納付を求めなかった。
3. ☐ 出願人が必要な追加調査手数料を一部のみしか期間内に納付しなかったため、この国際調査報告は、手数料の納付のあった次の請求項のみについて作成した。
4. ☐ 出願人が必要な追加調査手数料を期間内に納付しなかったため、この国際調査報告は、請求の範囲の最初に記載されている発明に係る次の請求項について作成した。

追加調査手数料の異議の申立てに関する注意

- ☐ 追加調査手数料及び、該当する場合には、異議申立手数料の納付と共に、出願人から異議申立てがあった。
- ☐ 追加調査手数料の納付と共に出願人から異議申立てがあったが、異議申立手数料が納付命令書に示した期間内に支払われなかった。
- ☐ 追加調査手数料の納付はあったが、異議申立てはなかった。