

【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】令和6年8月13日(2024.8.13)

【国際公開番号】WO2023/100676
 【出願番号】特願2023-564875(P2023-564875)

【国際特許分類】

C 0 1 B 33/18(2006.01)

C 0 8 L 101/00(2006.01)

C 0 8 K 7/26(2006.01)

10

【F I】

C 0 1 B 33/18 C

C 0 8 L 101/00

C 0 8 K 7/26

【手続補正書】

【提出日】令和6年5月15日(2024.5.15)

【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

20

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】

シリカを含むシェル層を備え、前記シェル層の内部に空間部を有する中空シリカ粒子であって、

アルゴンガスを用いた乾式ピクノメーターによる密度測定により求めた粒子の密度をA (g/cm^3)、BET比表面積をB (m^2/g)とすると、前記密度と前記BET比表面積との積($A \times B$)が $1 \sim 120 \text{m}^2/\text{cm}^3$ である中空シリカ粒子。

【請求項2】

30

前記アルゴンガスを用いた乾式ピクノメーターによる密度測定により求めた粒子の密度が $0.35 \sim 2.00 \text{g}/\text{cm}^3$ である、請求項1に記載の中空シリカ粒子。

【請求項3】

ヘリウムガスを用いた乾式ピクノメーターによる密度測定により求めた粒子の密度が $2.00 \sim 2.35 \text{g}/\text{cm}^3$ である、請求項1に記載の中空シリカ粒子。

【請求項4】

平均一次粒子径が $50 \text{nm} \sim 10 \mu\text{m}$ である、請求項1に記載の中空シリカ粒子。

【請求項5】

一次粒子のうち、粒子全体の35%以上が平均一次粒子径 $\pm 40\%$ 以内の粒子径である、請求項1に記載の中空シリカ粒子。

40

【請求項6】

前記BET比表面積が $1 \sim 100 \text{m}^2/\text{g}$ である、請求項1に記載の中空シリカ粒子。

【請求項7】

真球度が $0.75 \sim 1.0$ である、請求項1に記載の中空シリカ粒子。

【請求項8】

二次粒子のメジアン径(D_{50})が $0.1 \sim 10 \mu\text{m}$ である、請求項1に記載の中空シリカ粒子。

【請求項9】

二次粒子の粗大粒径(D_{90})が $1 \sim 30 \mu\text{m}$ である、請求項1に記載の中空シリカ粒子。

50

【請求項 10】

前記中空シリカ粒子に含まれる Li、Na、K、Rb、Cs、Mg、Ca、Sr 及び Ba からなる群から選択される 1 種以上の金属 M の濃度の総和が 50 質量 ppm 以上 1 質量 % 以下である、請求項 1 に記載の中空シリカ粒子。

【請求項 11】

前記中空シリカ粒子を含む混練物の、下記測定方法により測定される粘度が 10000 mPa・s 以下である、請求項 1 に記載の中空シリカ粒子。

(測定方法)

アルゴンガスを用いた乾式ピクノメーターによる密度測定により求めた粒子の密度を A (g/cm^3) として、煮アマニ油 6 質量部と前記中空シリカ粒子 ($6 \times A / 2.2$) 質量部を混合し、2000 rpm で 3 分間混練して得た混練物を、回転式レオメータを用いてせん断速度 $1 s^{-1}$ で 30 秒測定し、30 秒時点での粘度を求める。

10

【請求項 12】

固体 ^{29}Si -DD/MAS-NMR により測定した、シラノール基由来の OH 基を持たない Q4 構造に対するシラノール基由来の OH 基を 1 つ有する Q3 構造のモル比率 ($Q3/Q4$) が、2 ~ 40 % である、請求項 1 に記載の中空シリカ粒子。

【請求項 13】

請求項 1 ~ 12 のいずれか 1 項に記載の中空シリカ粒子の製造方法であって、

水相、油相及び界面活性剤を含む水中油型エマルションを作製し、前記水中油型エマルションを 0.5 ~ 240 時間静置し、前記水中油型エマルション中でコアの外周にシリカを含むシェル層が形成された中空シリカ前駆体を得て、前記中空シリカ前駆体から前記コアを除去し、熱処理する中空シリカ粒子の製造方法。

20

【請求項 14】

熱処理後の粒子に対してシランカップリング剤で表面処理する、請求項 13 に記載の中空シリカ粒子の製造方法。

【請求項 15】

前記水中油型エマルションに、シリカ原料を添加する、請求項 13 に記載の中空シリカ粒子の製造方法。

【請求項 16】

シリカ源としてケイ酸ナトリウムを用いる、請求項 15 に記載の中空シリカ粒子の製造方法。

30

【請求項 17】

請求項 1 ~ 12 のいずれか 1 項に記載の中空シリカ粒子を、5 ~ 70 質量% 含む樹脂組成物。

【請求項 18】

請求項 1 ~ 12 のいずれか 1 項に記載の中空シリカ粒子を、1 ~ 40 質量% 含むスラリー組成物。

40

50