

【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 2 部門第 1 区分

【発行日】平成 25 年 3 月 28 日 (2013.3.28)

【公表番号】特表 2012-520168 (P2012-520168A)

【公表日】平成 24 年 9 月 6 日 (2012.9.6)

【年通号数】公開・登録公報 2012-035

【出願番号】特願 2011-553454 (P2011-553454)

【国際特許分類】

B 0 1 D 61/44 (2006.01)

C 0 1 B 33/18 (2006.01)

C 2 5 B 1/00 (2006.01)

C 0 1 B 33/141 (2006.01)

【F I】

B 0 1 D 61/44 5 0 0

C 0 1 B 33/18 Z

C 2 5 B 1/00 Z

C 0 1 B 33/141

【手続補正書】

【提出日】平成 25 年 2 月 7 日 (2013.2.7)

【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

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

低い塩含量を有し且つ少なくとも 1 種の沈降シリカを含有する懸濁液の製造方法において、

a) 少なくとも 1 種の沈降シリカを含有する懸濁液を提供する工程、

b) 工程 a) からの懸濁液が未だ 0.5 ~ 5 の範囲の pH を有していない場合、該懸濁液の pH を前記範囲の値に調整する工程、

c) 電気透析によって懸濁液を精製する工程、その際、

i. 電気透析装置が 1 つ以上の電気透析セルを含み、該セルは、いずれの場合にも陽イオン交換膜と電極との間隔が 2 mm ~ 200 mm であることによって、生成物領域が陰極液領域から隔離されるように構成されている、

ii. 5 ~ 1000 ボルトの電位が印加される、

を含む、前記懸濁液の製造方法。

【請求項 2】

工程 a. の懸濁液がアルカリ金属ケイ酸塩及び / 又はアルカリ土類金属ケイ酸塩と、少なくとも 1 種の酸性化剤又は濾過ケーキの液化によって得られる懸濁液又は濾過ケーキの洗浄及び液化によって得られる懸濁液との反応によって直接得られる沈降懸濁液であることを特徴とする、請求項 1 記載の方法。

【請求項 3】

懸濁液が、分散媒体、有利には水及び / 又は蒸留水及び / 又は脱イオン水及び / 又は酸性化剤において、特に有利にはせん断力の作用下で、粉状、顆粒状又は微顆粒状の沈降シリカを懸濁することによって得られることを特徴とする、請求項 1 記載の方法。

【請求項 4】

電気透析を、電気透析セルに循環式でポンプ輸送される陽極液、陰極液及び懸濁液を用

いて実施し、その際、陽極液及び陰極液が、有利には沈降シリカ懸濁液に対して向流で移送されることを特徴とする、請求項 1 から 3 までのいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 5】

前記方法を、乱流が生成物領域及び / 又は陽極液領域及び / 又は陰極液領域で確立されるように実施することを特徴とする、請求項 4 記載の方法。

【請求項 6】

陽極液領域での圧力が生成物領域での圧力以下であることを特徴とする、請求項 1 から 5 までのいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 7】

生成物領域がいずれの場合にも陰イオン交換膜及び / 又は隔膜によって陽極液領域から隔離されることを特徴とする、請求項 1 から 6 までのいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 8】

隔膜が  $5 \text{ nm} \sim 10 \text{ }\mu\text{m}$  の細孔開口を有することを特徴とする、請求項 7 記載の方法。

【請求項 9】

懸濁液の pH を、電気透析の開始時の pH が  $\pm 0.3$  以内で変動するように及び / 又は電気透析の終了時に電気透析の開始時の初期値よりも  $25\%$  以内で下回るように、電気透析の間、一定に維持することを特徴とする、請求項 1 から 8 までのいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 10】

鉛、グラファイト又はステンレス鋼電極を陰極として使用し且つ白金電極、白金被覆金属電極、ダイヤモンド又は DSA (登録商標) を陽極として使用することを特徴とする、請求項 1 から 9 までのいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 11】

少なくとも 1 つの粉碎工程を、工程 a) の前に及び / 又は工程 a) と b) との間に及び / 又は工程 b) と c) との間に及び / 又は工程 c) の後に実施することを特徴とする、請求項 1 から 10 までのいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 12】

前記方法を、懸濁液中の沈降シリカ粒子が前記方法の最後に  $100 \text{ nm}$  から  $10 \text{ }\mu\text{m}$  までの平均粒度  $d_{50}$  を有するように制御することを特徴とする、請求項 1 から 11 までのいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 13】

沈降シリカ粒子を表面変性剤と接触させる工程を含むことを特徴とする、請求項 1 から 12 までのいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 14】

$1000 \text{ ppm}$  以下の硫酸ナトリウム含量を有することを特徴とする、少なくとも 1 種の沈降シリカを含有する懸濁液。

【請求項 15】

乾燥した沈降シリカを基準として、 $0.02 [\% \text{ g/g}]$  未満の硫黄含有化合物の含量を有することを特徴とする、懸濁液。

【請求項 16】

ICP - MS によって測定して  $400 \text{ ppm}$  未満のカルシウム、鉄及びマグネシウムの全含量を有することを特徴とする、請求項 14 又は 15 記載の懸濁液。

【請求項 17】

沈降シリカ粒子が  $100 \text{ nm}$  から  $10 \text{ }\mu\text{m}$  までの平均粒度  $d_{50}$  を有することを特徴とする、請求項 14 から 16 までのいずれか 1 項記載の少なくとも 1 種の沈降シリカを含有する懸濁液。

【請求項 18】

沈降シリカ粒子の表面の少なくとも 1 部が表面変性剤で被覆されていることを特徴とする、請求項 14 から 17 までのいずれか 1 項記載の少なくとも 1 種の沈降シリカを含有する懸濁液。

**【請求項 19】**

請求項 1 から 13 までのいずれか 1 項記載の方法によって得られる沈降シリカ懸濁液。

**【請求項 20】**

請求項 14 から 19 までのいずれか 1 項記載の少なくとも 1 種の沈降シリカを含有する懸濁液を、インクジェット記録媒体用の紙被膜の製造に及び / 又は化学機械的研磨の分野に又は乾燥した沈降シリカの製造に用いる使用。

**【請求項 21】**

陽極、隔膜及び / 又は陰イオン交換膜及び / 又は別の膜によって生成物領域から隔離されている陽極液領域、陰極液領域及び陰極を含む電気透析セルであって、

- 陽イオン交換膜が生成物領域と陰極液領域との間に存在し且つ
- 電極の間隔が 2 mm ~ 200 mm である、

ことを特徴とする、前記電気透析セル。

**【請求項 22】**

乱流プロモータが陽極液領域及び陰極液領域に存在することを特徴とする、請求項 21 記載の電気透析セル。

**【請求項 23】**

スルホン化陽イオン交換膜を含むことを特徴とする、請求項 21 又は 22 記載の電気透析セル。

**【請求項 24】**

請求項 21 から 23 までのいずれか 1 項記載の少なくとも 1 つの電気透析セルを含む電気透析装置。

**【請求項 25】**

陽極液及び陰極液が生成物流れに対して向流で前記装置に移送されるように構成されることを特徴とする、請求項 24 記載の電気透析セル。