(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
2018年6月28日(28.06.2018)

WIPO | PCT

(10) 国際公開番号
WO 2018/117114 A1

(51) 国際特許分類:
C01F 7/00 (2006.01) *C08L 101/00* (2006.01)
C08K 3/22 (2006.01)

(21) 国際出願番号： PCT/JP2017/045583

(22) 国際出願日： 2017年12月19日(19.12.2017)

(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 2016-250094 2016年12月22日(22.12.2016) JP

(71) 出願人: 協和化学工業株式会社 (KYOWA CHEMICAL INDUSTRY CO., LTD.) [JP/JP]; 〒7610113 香川県高松市屋島西町３０５ Kagawa (JP).

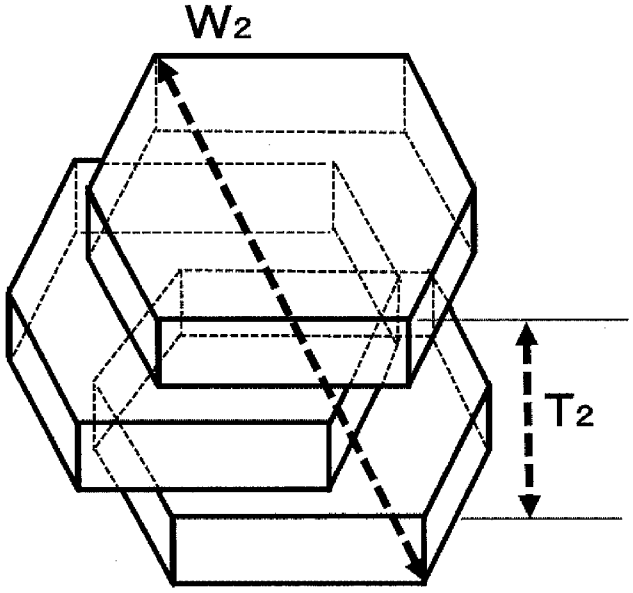
(72) 発明者: 川人 研太 (KAWAHITO Kenta); 〒7620012 香川県坂出市林田町４２８５ 協和化学工業株式会社研究開発部内 Kagawa (JP). 宮田 茂男 (MIYATA Shigeo); 〒7620012 香川県坂出市林田町４２８５ 協和化学工業株式会社研究開発部内 Kagawa (JP).

(74) 代理人: 石渡英房 (ISHIWATARI, Hidefusa); 〒1600017 東京都新宿区左門町９－６ 玉盛ビル１０２ 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,

(54) **Title:** PLATE-SHAPED HYDROTALCITE WITH HIGH ASPECT RATIO, METHOD FOR MANUFACTURING SAME AND RESIN COMPOSITION

(54) 発明の名称： 高アスペクト比板状ハイドロタルサイト、その製造方法及びその樹脂組成物



(57) **Abstract:** Plate-shaped hydrotalcite having an enlarged average width of primary particles, wherein: (1) the average thickness is relatively reduced to thereby suppress aggregation of the primary particles and increase the aspect ratio of secondary particles; and (2) the formation of a by-product damaging the transparency of a resin is prevented. Plate-shaped hydrotalcite represented by formula (1) that satisfies the following requirements (A) to (D):$(M^{2+})_{1-x}(M^{3+})_x(OH)_2(A^{n-})_{x/n}\cdot mH_2O$ (1) [in formula (1): M^{2+} represents at least one kind of divalent metal; M^{3+} represents at least one kind of trivalent metal; A^{n-} represents an n-valent anion; n is an integer of 1-6; and x and m respectively fall within the ranges $0.1 \leq x \leq 0.33$ and $0 \leq m \leq 10$]: (A) the average width of the primary particles measured by the SEM method is 1 μm or more; (B) the average thickness of the primary particles

WO 2018/117114 A1

［続葉有］

BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, 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, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, 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, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, 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, 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)）

measured by the SEM method is 80 nm or less; (C) the monodispersion degree of the width is 50% or more; and (D) the monodispersion degree of the thickness is 50% or more.

(57) 要約：１次粒子の平均横幅を大きくした板状ハイドロタルサイトについて、（１）平均厚みを相対的に小さくし、１次粒子の凝集を抑制して２次粒子のアスペクト比を高くするとともに、２）樹脂の透明性を損なう副生物の生成を抑制する。以下の（Ａ）～（Ｄ）を満たす下記式（１）で表される板状ハイドロタルサイト；$(M^{2+})_{1-X}(M^{3+})_{X}(OH)_{2}(A^{n-})_{X/n}\cdot mH_2O$ （１）（ただし、式中M^{2+}は２価金属の少なくとも１種以上、M^{3+}は３価金属の少なくとも１種以上、A^{n-}はｎ価のアニオン、ｎは１～６の整数をそれぞれ示し、ｘおよびｍはそれぞれ、０．１≦ｘ≦０．３３、０≦ｍ≦１０の範囲にある。）、（Ａ）ＳＥＭ法による１次粒子の平均横幅が１μｍ以上、（Ｂ）ＳＥＭ法による１次粒子の平均厚みが８０ｎｍ以下、（Ｃ）横幅の単分散度が５０％以上、（Ｄ）厚みの単分散度が５０％以上。

明　細　書

発明の名称 ：

高アスペクト比板状ハイドロタルサイト、その製造方法及びその樹脂組成物

技術分野

[0001] 本発明は、１次粒子の平均横幅が大きく、平均厚みが薄く、単分散度が高く、かつアスペクト比の高い板状ハイドロタルサイト、その製造方法及びその樹脂組成物に関する。

背景技術

[0002] 板状ハイドロタルサイトは共沈法で合成できる。しかし、この方法で合成した板状ハイドロタルサイトの１次粒子は、平均横幅が数１０ｎｍの微細な結晶しか得ることができない。加えて、これらの１次粒子は強く凝集して多くの２次粒子（数μｍ～数１０μｍ）を形成するため、樹脂添加剤として用いるには、改善を要する問題があった。

[0003] このため、本発明者らは、共沈反応後に、１５０～１８０℃で水熱処理する方法を開発した。この方法では、１次粒子がよく成長し、かつ１次粒子間の凝集が少ない、単分散の粒子を製造できるようになった。この板状ハイドロタルサイトの１次粒子の平均横幅は０．４～０．５μｍ、平均厚みは０．１～０．２μｍで、アスペクト比４～５である。（特許文献１）

[0004] その結果、板状ハイドロタルサイトの樹脂中での分散性が改善され、樹脂添加剤として新規用途が開かれた。用途としては、例えば塩ビの熱安定剤、ポリオレフィン重合触媒残渣の分解及び中和剤、農業用フィルムの保温剤（赤外線吸収剤）、ハロゲン含有ゴムの受酸剤等がある。

[0005] このような流れに沿って、１次粒子の平均横幅がさらに大きい１μｍ以上の板状ハイドロタルサイトを合成する試みも種々行われてきた。しかし、いずれの方法も、樹脂に添加した場合にその透明性を悪化させるベーマイトが不純物として副生するか、あるいは１次粒子が強く凝集するため、樹脂添加

剤としては改善を要するものであった。例えば、非特許文献１では、水熱処理を高温の２２０℃で行い１次粒子の成長を促して、平均横幅１～２μｍで、かつ平均厚み０．１μｍの大きな１次粒子が得られているが、ベーマイトが副生し、かつ１次粒子が凝集している。（非特許文献１）

[0006] また、非特許文献２では、水熱処理をさらに高温の３００℃で行うことにより、１次粒子の平均横幅１５μｍで、平均厚み０．１μｍの粗大な結晶が得られているが、ベーマイトが副生し、かつ１次粒子が凝集している。（非特許文献２）

[0007] ハイドロタルサイトは樹脂と近い屈折率を持つため、樹脂に配合することで透明性の高いフィルムを得ることができる。しかし、非特許文献１及び２のように水熱処理時の処理温度を上げて平均横幅の大きい１次粒子を得ようとすると、不純物としてベーマイトが生成し、屈折率の違いからフィルムの透明性が低下する。そこで、ベーマイトなどの透明性を低下させる不純物を含まないようにしながら、１次粒子の平均横幅を大きくするという要望があった。

[0008] 一方、特許文献２では、高いアスペクト比を有するハイドロタルサイトについて、反応系に炭素数２～６のカルボン酸と、低級アルコールを共存させ１００～２００℃で反応させることにより、１次粒子の平均横幅が０．３～１０μｍであり、かつアスペクト比が４５以上である板状ハイドロタルサイトが得られたとされている。

[0009] しかし、この方法で製造された微細化前の板状ハイドロタルサイトの平均２次粒子径（D_{50}）は２２μｍであり（実施例５）、微細化前の板状ハイドロタルサイトの１次粒子の平均横幅は１μｍであることから（実施例１、表１）、この方法で製造された板状ハイドロタルサイト（微細化前）は、激しく凝集しているとみることができる。その横幅及び厚みの単分散度は５０％以上であることは窺われない。（特許文献２）

[0010] また、特許文献３では、２価金属イオンと３価金属イオンを含む水溶液に重炭酸塩を添加して反応させる、板状ハイドロタルサイトの製造方法が提案

されている。この方法では、２価金属と３価金属のモル比を調整することで、１次粒子の平均横幅が０．９～１０μｍ、かつアスペクト比（板面を六角板状としたときの粒子の長径と厚さの比）が４０以上である板状ハイドロタルサイトが得られたとされている。

[0011] しかし、その反応温度は７０～１００℃と低く、また、得られた板状ハイドロタルサイトの平均板面径は０．８２～１．３μｍであり（表１）、２μｍに達していない。また、その厚みについては不明である。従って、その横幅及び厚みの単分散度も５０％以上であることは窺われない。（特許文献３）

[0012] また、特許文献４では、液晶滴下工法用シール剤に用いるアスペクト比が５０を超える板状ハイドロタルサイトについて記載があるが、これをどのように製造するかについては開示がない。パーカライト社の商品名パーカライトＡ１００、パーカライトＬＤを用いるとするのみで（表１）、そのアスペクト比は２００～３００とされている。

[0013] なお、特許文献４では、板状ハイドロタルサイトの粒子径の変動係数（ＣＶ値）についても述べられている。計算式は、粒子径のＣＶ値（％）＝（粒子径の標準偏差／平均粒子径）×１００であること、ＣＶ値は５０％以下が望ましいとされている。ただし、ＣＶ値の計算に使用する粒子径の標準偏差と平均粒子径は、ともに１次粒子のものであり、本願で規定する横幅及び厚みの単分散度の定義とは異なる。（特許文献４）

[0014] 樹脂の剛性、ガスバリア性等の機能向上を目的として樹脂添加剤として配合する場合、重要になるのは２次粒子のアスペクト比である。１次粒子のアスペクト比が高くても、凝集して多くの２次粒子を形成するような場合（横幅及び厚みの単分散度が低い場合）は、粒子全体のアスペクト比は１次粒子だけのアスペクト比と比較して大きく低下するため、十分にフィラーの性能が発揮されない。従って、「アスペクト比の高い１次粒子」に加えて、「横幅及び厚みの単分散度を高くさせること」が課題となる。このような課題については、先行技術において見つけることができない。

[0015] すなわち、１次粒子の平均横幅が大きく、平均厚みが薄く、その結果アスペクト比が大きい板状ハイドロタルサイトであって、１次粒子の凝集が少なく（横幅及び厚みの単分散度が高く）、かつ、樹脂の透明性を阻害する副生物が生成されない製造方法が要望されていた。

先行技術文献

特許文献

[0016] 特許文献1：特開昭５５－８０４４７

特許文献2：特開２０１３－２１２９３７

特許文献3：特開２０１４－１２９２０２

特許文献4：特開２０１５－２２２８９

非特許文献

[0017] 非特許文献1：A.SCHUTZ and P.BILOEN, J.Solid State Chemistry, 68, 360, 1987

非特許文献2：W.T.REICHLE, Solid State Ionics, 22, 135, 1986

非特許文献3：M.Ogawa and H.Kaiho, Langmuir, 18, 4240, 2002

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0018] 本発明の課題は、１次粒子の平均横幅を大きくしたときに生じる従来技術の問題を解決することである。すなわち、板状ハイドロタルサイトについて、（１）平均厚みを相対的に小さくし、１次粒子の凝集を抑制して２次粒子のアスペクト比を高くすること（例えば１０以上）、及び（２）樹脂の透明性を損なう副生物の生成を抑制することである。

[0019] 換言すれば、ベーマイトの副生を抑えながら、１次粒子の横幅が１μｍ以上と大きく、１次粒子の厚みが８０ｎｍより薄く、アスペクト比の高い板状ハイドロタルサイトであって、横幅と厚みの単分散度を高くすることで、２次粒子のアスペクト比を高めた板状ハイドロタルサイトと、その製造方法を提供することである。

[0020] 本発明の別の課題は、２次粒子のアスペクト比を高めた板状ハイドロタルサイトを樹脂に配合することで、樹脂機能を改善した樹脂組成物及びその成形品を提供することである。

課題を解決するための手段

[0021] 本発明は、上記課題を克服した、以下の（Ａ）～（Ｄ）を満たす下記式（１）で表される板状ハイドロタルサイトを提供する。

$(M^{2+})_{1-x}(M^{3+})_{x}(OH)_{2}(A^{n-})_{x/n}\cdot mH_2O$ （１）

（ただし、式中M^{2+}は２価金属の少なくとも１種以上、M^{3+}は３価金属の少なくとも１種以上、A^{n-}はｎ価のアニオン、ｎは１～６の整数をそれぞれ示し、ｘ及びｍはそれぞれ、０．１≦ｘ≦０．３３、０≦ｍ≦１０の範囲にある。）

（Ａ）ＳＥＭ法による１次粒子の平均横幅が１μｍ以上、

（Ｂ）ＳＥＭ法による１次粒子の平均厚みが８０ｎｍ以下、

（Ｃ）下記式で表わされる横幅の単分散度が５０％以上；

横幅の単分散度（％）＝（ＳＥＭ法よる１次粒子の平均横幅／レーザー回折法による２次粒子の平均横幅）×１００、

（Ｄ）下記式で表される厚みの単分散度が５０％以上；

厚みの単分散度（％）＝（ＳＥＭ法による１次粒子の平均厚み／ＳＥＭ法による２次粒子の平均厚み）×１００。

[0022] 本発明の高アスペクト比板状ハイドロタルサイトは、以下の方法で得られる。

[0023] 共沈反応で得られた下記式（２）で表される、１価のアニオンを層間に含む板状ハイドロタルサイトを、２００～３００℃で１０～２４時間水熱処理をする。なお、１価のカルボン酸は必須ではないが、共存させた方が結晶成長には好ましい。

$(M^{2+})_{1-x}(M^{3+})_{x}(OH)_{2}(A^{n-})_{x/n}\cdot mH_2O$ （２）

（ただし、式中M^{2+}は２価金属の少なくとも１種以上、M^{3+}は３価金属の少なくとも１種以上、A^{n-}はF^-、Cl^-、Br^-、I^-、NO_3^-、CH_3COO^-等の１価

のアニオンをそれぞれ示し、ｘ及びｍはそれぞれ、０．１≦ｘ≦０．３３、０≦ｍ≦１０の範囲にある。）

[0024] 水熱処理後に２価以上のアニオンでイオン交換することで、式（１）で表される層間アニオンが２価以上のアニオンを含むいかなる種類のアニオンを含む、本発明の板状ハイドロタルサイトに変換できる。

発明の効果

[0025] 本発明の板状ハイドロタルサイトは、樹脂に配合することで剛性、難燃性、光沢性、ガスバリア性を付与することができる。加えて、塗料に配合することで防錆効果を付与することができ、パール顔料の下地としても利用可能である。

図面の簡単な説明

[0026] [図1]１次粒子についての横幅と厚みを説明する模式図である。

[図2]２次粒子についての横幅と厚みを説明する模式図である。

[図3]実施例１のサンプル１の板状ハイドロタルサイトの１０，０００倍のＳＥＭ写真である。

[図4]実施例１のサンプル１の板状ハイドロタルサイトの１２０，０００倍のＳＥＭ写真である。

[図5]比較例２のサンプル９の板状ハイドロタルサイトの１０，０００倍のＳＥＭ写真である。

[図6]比較例２のサンプル９の板状ハイドロタルサイトの５０，０００倍のＳＥＭ写真である。

[図7]比較例３のサンプル１０の板状ハイドロタルサイトの１０，０００倍のＳＥＭ写真である。

[図8]実施例３のサンプル１０の板状ハイドロタルサイトの１００，０００倍のＳＥＭ写真である。

発明を実施するための形態

[0027] 以下、本発明について具体的に説明する。

＜板状ハイドロタルサイト＞

本発明の板状ハイドロタルサイトの、金属の種類、ｘの範囲（２価金属と３価金属の存在比）、ｍの範囲、層間アニオンの種類、１次粒子の平均横幅、１次粒子の平均厚み、横幅の単分散度、厚みの単分散度、ＢＥＴ比表面積、ベーマイトの含有量及び表面処理は以下の通りである。

[0028]（金属の種類）

式（１）及び（２）で表される板状ハイドロタルサイトにおいて、M^{2+}は２価金属の少なくとも１種以上、M^{3+}は３価金属の少なくとも１種以上である。好ましい２価金属としてはＭｇ及びＺｎからなる群より選ばれる１種類以上であり、好ましい３価金属としてはＡｌである。これは、生体への安全性が高く、かつ粒子が白色で用途が広いためである。

[0029]（ｘの範囲）

式（１）及び（２）で表される板状ハイドロタルサイトにおいて、ｘの範囲は０．１≦ｘ≦０．３３であり、好ましくは０．１５≦ｘ≦０．２５である。ｘが０．３３を超えるとベーマイトが副生し、逆に０．１より小さくなると水酸化マグネシウムが副生し、いずれも透明性低下の原因となる。

[0030]（ｍの範囲）

式（１）及び（２）で表される板状ハイドロタルサイトにおいて、ｍの範囲は０≦ｍ≦１０であり、好ましくは０≦ｍ≦６である。

[0031] 板状ハイドロタルサイトは昇温していくと約１８０～２３０℃付近で結晶水の脱離を起こす。従って、混錬（又は架橋等の処理）温度が比較的高い、例えば２００℃以上の合成樹脂に使用する場合、ｍの範囲が０≦ｍ≦０．０５であることが好ましい。結晶水の脱離による樹脂の発泡、シルバーストリークなどの問題を防ぐことができる。

[0032]（層間アニオンの種類）

式（１）で表される板状ハイドロタルサイトにおいて、A^{n-}はｎ価のアニオン、ｎは１～６の整数をそれぞれ示し、好ましいA^{n-}はCO_3^{2-}である。

[0033] 式（２）で表される板状ハイドロタルサイトにおいて、A^{n-}はF^-、Cl^-、Br^-、I^-、NO_3^-、CH_3COO^-等の１価のアニオンをそれぞれ示し、より好ま

しいA^{n-}はF^-、Cl^-、Br^-、I^-である。ハロゲン化物イオンを用いることにより、板状ハイドロタルサイトの層間に働く結合力を弱め、より厚みの薄い１次粒子を製造することができる。

[0034]（１次粒子の定義）

１次粒子とは、幾何学的にこれ以上分割できない明確な境界を持った粒子である。図１は、１次粒子についての横幅と厚みを説明する模式図である。図１に示すように、１次粒子の横幅W_1、１次粒子の厚みT_1を規定する。すなわち、１次粒子が六角形状の板面としたときの粒子の長径が「１次粒子の横幅W_1」であり、板面の厚さが「１次粒子の厚みT_1」である。

[0035]（２次粒子の定義）

２次粒子とは、１次粒子が複数個集まり、凝集体となった粒子である。図２は、２次粒子についての横幅と厚みを説明する模式図である。図２に示すように、２次粒子の横幅W_2、２次粒子の厚みT_2を規定する。すなわち、１次粒子は六角形状の板面とされるので、この１次粒子が板面の厚み方向に積み重なって２次粒子となったときの、積み重なった１次粒子の板面方向の全体の厚さが「２次粒子の厚みT_2」であり、積み重なった１次粒子の最大対角線の長さ、すなわち、２次粒子が球体に包まれると考えたときの球体の直径が「２次粒子の横幅W_2」である。

[0036]（１次粒子の平均横幅）

式（１）で表される板状ハイドロタルサイトにおいて、（Ａ）ＳＥＭ法による１次粒子の平均横幅は１μｍ以上であり、好ましくは２μｍ以上、さらに好ましくは３μｍ以上である。１次粒子の平均横幅は、ＳＥＭ法によりＳＥＭ写真中の任意の１００個の結晶の横幅の測定値の算術平均から求める。１次粒子の横幅は、原理上レーザー回折法では測定することができない。したがって、ＳＥＭ法により目視で確認する。図１において、１次粒子の横幅は、W_1である。

[0037]（１次粒子の平均厚み）

式（１）で表される板状ハイドロタルサイトにおいて、（Ｂ）ＳＥＭ法に

よる１次粒子の平均厚みは８０ｎｍ以下であり、好ましくは６０ｎｍ以下、さらに好ましくは４０ｎｍ以下である。１次粒子の平均厚みは、ＳＥＭ法によりＳＥＭ写真中の任意の１００個の結晶の厚みの測定値の算術平均から求める。１次粒子の厚みは、原理上レーザー回折法では測定することができない。したがって、ＳＥＭ法により目視で確認する。図１において、１次粒子の厚みは、T_1である。

[0038]（横幅の単分散度）

式（１）で表される板状ハイドロタルサイトにおいて、（Ｃ）下記式で表わされる横幅の単分散度が５０％以上であり、好ましくは８０％以上である。２次粒子の横幅は、レーザー回折法により測定する。ＳＥＭ法では、２次粒子横幅を正確に測定することが困難なためである。図２は、２次粒子についての横幅と厚みを説明する模式図である。図２において、２次粒子の横幅はW_2である。

横幅の単分散度（％）＝（ＳＥＭ法よる１次粒子の平均横幅／レーザー回折法による２次粒子の平均横幅）×１００

[0039]（厚みの単分散度）

式（１）で表される板状ハイドロタルサイトにおいて、（Ｄ）下記式で表される厚みの単分散度が５０％以上であり、好ましくは８０％以上である。２次粒子の厚みは、原理上レーザー回折法では測定することができない。したがって、ＳＥＭ法により目視で確認する。図２において、２次粒子の厚みはT_2である。

厚みの単分散度（％）＝（ＳＥＭ法による１次粒子の平均厚み／ＳＥＭ法による２次粒子の平均厚み）×１００

[0040]（２次粒子のアスペクト比）

式（１）で表される板状ハイドロタルサイトにおいて、２次粒子のアスペクト比（レーザー回折法による２次粒子の平均横幅／ＳＥＭ法による２次粒子の平均厚み）は１０以上であり、好ましくは２０以上、さらに好ましくは３０以上である。２次粒子のアスペクト比が１０未満では、樹脂に対する補

強効果が十分ではない。

[0041] （ＢＥＴ比表面積）

式（１）で表される板状ハイドロタルサイトにおいて、ＢＥＴ比表面積は１～５０m^2／ｇであり、好ましくは３～４０m^2／ｇ、さらに好ましくは５～３０m^2／ｇである。

[0042] （ベーマイトの含有量）

式（１）で表される板状ハイドロタルサイトにおいて、ベーマイトの含有量は板状ハイドロタルサイトに対して０．１重量％以下であり、好ましくは０．０５重量％以下、さらに好ましくは０．０１重量％以下である。ベーマイトの含有量が０．１重量％より多いと、板状ハイドロタルサイトをフィルムに配合した際の透明性が低下するため好ましくない。

[0043] （表面処理）

式（１）で表される板状ハイドロタルサイトにおいて、樹脂中での分散性を改善するため、粒子の表面に表面処理をすることが望ましい。表面処理剤としては、アニオン系界面活性剤、リン酸エステル類、シランカップリング剤、チタネートカップリング剤、アルミニウムカップリング剤、シリコーン系処理剤、水ガラス、シリカ、カチオン系界面活性剤等を例示することができるが、この限りではない。表面処理剤の量は、式（１）で表される板状ハイドロタルサイトの重量に対して、０．０１～２０重量％、好ましくは０．５～５重量％である。

[0044] ＜樹脂組成物＞

本発明の樹脂組成物は、１００重量部の樹脂に対して、０．１～２５０重量部の本発明の板状ハイドロタルサイトを含有する。板状ハイドロタルサイトの配合量は、より好ましくは１～２００重量部である。

[0045] 樹脂と本発明の板状ハイドロタルサイトとの混合、混練方法には特別の制約はないが、両者を均一に混合できる方法が好ましい。例えば、１軸又は２軸押出機、ロール、バンバリーミキサー等により混合、混練される。

成形方法にも特別の制約はなく、樹脂及びゴムの種類、所望成形品の種類

等に応じて、公知の成形手段を任意に採用できる。例えば射出成形、押出成形、ブロー成形、プレス成形、回転成形カレンダー成形、シートフォーミング成形、トランスファー成形、積層成形、真空成形等である。

[0046] 本発明で用いる樹脂とは、樹脂及び/又はゴムを意味し、例えば、ポリエチレン、エチレンと他のα－オレフィンとの共重合体、エチレンと酢酸ビニルとの共重合体、エチレンとアクリル酸エーテルとの共重合体、エチレンとアクリル酸メチルとの共重合体、ポリプロピレン、プロピレンと他のα－オレフィンとの共重合体、ポリブテン－１、ポリ４－メチルペンテン－１、ポリスチレン、スチレンとアクリロニトリルとの共重合体、エチレンとプロピレンジエンゴムとの共重合体、エチレンとブタジエンとの共重合体、ポリ酢酸ビニル、ポリ乳酸、ポリビニルアルコール、ポリアクリレート、ポリメタクリレート、ポリウレタン、ポリエステル、ポリエーテル、ポリアミド、ＡＢＳ、ポリカーボネート、ポリフェニレンサルファイド等の熱可塑性樹脂が挙げられる。

また、フェノール樹脂、メラミン樹脂、エポキシ樹脂、不飽和ポリエステル樹脂、アルキッド樹脂等の熱硬化性樹脂が挙げられる。また、ＥＰＤＭ、ＳＢＲ、ＮＢＲ、ブチルゴム、クロロプレンゴム、イソプレンゴム、クロロスルホン化ポリエチレンゴム、シリコンゴム、フッ素ゴム、塩素化ブチルゴム、臭素化ブチルゴム、エピクロルヒドリンゴム、塩素化ポリエチレン等が挙げられる。

[0047] 本発明の樹脂組成物は、板状ハイドロタルサイト以外に、他の添加剤、例えば酸化防止剤、タルク等の補強剤、紫外線吸収剤、滑剤、微粒シリカ等の艶消し剤、カーボンブラック等の顔料、臭素系難燃剤やリン酸エステル系難燃剤等の難燃剤を適宜選択して配合することができる。また、スズ酸亜鉛、スズ酸アルカリ金属塩、炭素粉末等の難燃助剤、炭酸カルシウム等の充填剤を適宜選択して配合することができる。

これら添加剤の好ましい配合量は、樹脂１００重量部に対し、０．０１～５重量部の酸化防止剤、０．１～５０重量部の補強剤、０．０１～５重量部

の紫外線吸収剤、０．１～５重量部の滑剤、０．０１～５重量部の艶消し剤、０．０１～５重量部の顔料、０．１～５０重量部の難燃剤、０．０１～１０重量部の難燃助剤、１～５０重量部の充填剤である。

[0048] 本発明は、上記樹脂組成物よりなる成形体を包含する。

[0049] ＜板状ハイドロタルサイトの製造方法＞

（ｉ）共沈反応で得られた式（２）で表される、１価のアニオンを層間に含む板状ハイドロタルサイトを、水に分散させ、スラリーを作製し、

（ｉｉ）該スラリーを、２００～３００℃で１０～２４時間水熱処理をする。水熱処理の際、１価のカルボン酸イオンは共存させなくてもよいが、存在させた方が結晶成長には好ましい。

[0050] （スラリーの製造）

式（２）で表される板状ハイドロタルサイトの原料は、２価の金属塩、３価の金属塩およびアルカリである。金属塩には、１価のアニオンを含む２価の金属塩及び１価のアニオンを含む３価の金属塩が用いることができる。１価のアニオンを含む２価の金属塩としては、例えば塩化マグネシウム、臭化マグネシウム、硝酸マグネシウム、酢酸マグネシウム、塩化亜鉛、臭化亜鉛、硝酸亜鉛、酢酸亜鉛等が挙げられるが、この限りではない。好ましくは、塩化マグネシウム及び／又は塩化亜鉛が用いられる。 ２種以上の２価の金属塩を組み合わせることもできる。１価のアニオンを含む３価の金属塩としては、例えば塩化アルミニウム、臭化アルミニウム、硝酸アルミニウム、酢酸アルミニウムが挙げられるが、この限りではない。２種以上の３価の金属塩を組み合わせることもできる。好ましくは塩化アルミニウムが用いられる。アルカリには、１価のアニオンを含むアルカリを用いることができる。例えばアルカリ金属水酸化物、アンモニアが挙げられるが、この限りではない。好ましいアルカリは、水酸化ナトリウム又はアンモニアである。２価以上のアニオンを含むアルカリを用いた場合、反応後の板状ハイドロタルサイトの層間に２価以上のアニオンが入ってしまうため好ましくない。

[0051] ２価金属塩及び３価金属塩の混合水溶液を作製し、アルカリと反応させる

ことで、式（２）の板状ハイドロタルサイトを含んだスラリーを作製することができる。反応方法としては、例えばバッチ反応、連続反応が挙げられるが、この限りではない。生産性を考慮した場合、好ましくは連続反応が好適に用いられる。反応時の濃度は、板状ハイドロタルサイト換算で１～２００ｇ／Ｌであり、好ましくは５～１７０ｇ／Ｌ、さらに好ましくは１０～１４０ｇ／Ｌである。反応時の濃度が１ｇ／Ｌより低い場合は生産性が低く、２００ｇ／Ｌより高い場合は１次粒子が凝集するため好ましくない。反応時の温度は、０～１００℃であり、好ましくは１０～８０℃、さらに好ましくは２０～６０℃である。

[0052]（水熱処理）

上記式（２）で表される板状ハイドロタルサイトを含むスラリーを、オートクレーブに入れる。該スラリーを、２００～３００℃で１０～２４時間の水熱処理を行う。水熱処理の際、１価のカルボン酸イオンは共存させなくてもよいが、存在させた方が結晶成長には好ましい。１価のカルボン酸としては、例えば酢酸、プロピオン酸、酪酸等が挙げられるが、この限りではない。好ましくは、酢酸が用いられる。１価のカルボン酸の使用量は、好ましくは２価金属と３価金属の合計ｍｏｌ数に対し、０．１～１ｍｏｌ、より好ましくは０．１５～０．８ｍｏｌである。１価のカルボン酸の使用量が０．１ｍｏｌ未満だと、結晶の横軸方向の成長促進効果及び厚みの成長抑制効果が十分発揮されない。１ｍｏｌより多いと、１次粒子の凝集が強くなり、単分散度が下がるため好ましくない。また、水熱処理温度のより好ましい範囲は２１０～２８０℃、さらに好ましくは２２０～２６０℃である。水熱処理時間のより好ましい範囲は１１～２０時間、さらに好ましくは１２～１８時間である。水熱処理時の濃度は板状ハイドロタルサイト換算で１～２００ｇ／Ｌ、より好ましくは５～１７０ｇ／Ｌ、さらに好ましくは１０～１４０ｇ／Ｌである。

[0053]（イオン交換）

水熱処理後のスラリーを脱水し、固形分に対して２０倍の脱イオン水で水

洗浄した後に、２価以上のアニオンでイオン交換することで、式（１）で表される層間アニオンが２価以上のアニオンを含むいかなる種類のアニオンを含む、本発明の板状ハイドロタルサイトに変換できる。イオン交換の方法は２つある。

[0054] 第１は、水洗浄後の板状ハイドロタルサイトを水及び／又はアルコールに分散させ、アニオン含有水溶液を添加し、撹拌保持する方法である。このとき、アニオンの当量は、板状ハイドロタルサイトに対して１～５当量、より好ましくは１．５～３当量である。撹拌保持の温度は、好ましくは３０～９０℃、より好ましくは５０～８０℃である。板状ハイドロタルサイトスラリーの濃度は、板状ハイドロタルサイト換算で、好ましくは１～２００ｇ／Ｌ、より好ましくは５～１００ｇ／Ｌである。

第２は、前述した水洗浄後の板状ハイドロタルサイトのケーキに対して、アニオン含有水溶液を直接添加する方法である。このとき、アニオンの当量は、板状ハイドロタルサイトに対して１～５当量、より好ましくは１．５～３当量である。

[0055] （表面処理）

イオン交換後、板状ハイドロタルサイトに対して表面処理を行うことで、樹脂に添加、混練、分散する場合の、樹脂中での分散性を改善できる。表面処理は、湿式法、及び乾式法を用いる。湿式法では、イオン交換後の板状ハイドロタルサイトを、水及び／又はアルコールに分散させ、撹拌下に溶解させた表面処理剤を添加する。板状ハイドロタルサイトスラリー及び表面処理剤は、表面処理剤の種類によって適宜調整する。乾式法では、撹拌下の板状ハイドロタルサイトに対し、加熱溶融させた表面処理剤を噴霧する。湿式法の方が粒子に対して均一に処理ができるという点で好ましい。

[0056] 表面処理剤としては、アニオン系界面活性剤、リン酸エステル類、シランカップリング剤、チタネートカップリング剤、アルミニウムカップリング剤、シリコーン系処理剤、水ガラス、シリカ、カチオン系界面活性剤等を例示することができるが、この限りではない。表面処理剤の添加量は、式（１）

で表される板状ハイドロタルサイトの重量に対して、好ましくは０．０１～２０重量％、より好ましくは０．５～５重量％である。

[0057]（造粒・粉砕・分級・乾燥）

イオン交換後又は表面処理後、造粒、粉砕、分級、乾燥等を適宜行う。造粒は、樹脂混錬時の作業性向上に有効である。

[0058] 乾燥時の温度は１００～３５０℃で、保持時間は１～２４時間が好ましい。乾燥温度が１００℃未満では乾燥が十分ではなく、３５０℃より高ければ板状ハイドロタルサイトの形状が崩れ、２次粒子のアスペクト比が低下するため、好ましくない。乾燥時間が１時間未満では乾燥が十分ではなく、２４時間より長く乾燥させても変化はなく経済上不利である。

[0059]（脱結晶水）

式（１）で表される板状ハイドロタルサイトにおいて、結晶水を取り除く場合、乾燥時の温度は１２０～３５０℃の温度で、保持時間は１～２４時間が好ましい。この処理により、板状ハイドロタルサイトのｍの範囲を０≦ｍ≦０．０５とすることができる。脱結晶水タイプの板状ハイドロタルサイトは、１次粒子の平均横幅、１次粒子の平均厚み、横幅の単分散度、厚みの単分散度、ＢＥＴ比表面積などの物理的性質は脱結晶水前とほぼ同様であり、樹脂に混錬した際の性能は変わらない。

また、さらに好ましい乾燥温度は１３０～３４０℃、より好ましくは１４０～３３０℃である。そして、さらに好ましい乾燥時間は１．５～２２時間であり、より好ましくは２～２０時間である。

[0060] 以下実施例により本発明を詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例のみに限定されるものではない。実施例において、各物性は以下の（ａ）から（ｋ）の方法で測定した。

[0061]（ａ）１次粒子の平均横幅、平均厚み

試料をアルコールに加え、超音波処理を５分間行った後、走査型電子顕微鏡（ＳＥＭ）（日本電子製、ＪＳＭ－７６００Ｆ）を用い、任意の１００個の結晶の１次粒子の横幅、厚みを測定し、その算術平均をもって１次粒子の

平均横幅、平均厚みとした。

[0062] （ｂ）２次粒子の平均横幅

試料をアルコールに加え、超音波処理を５分間行った後、レーザー回折法粒度測定機（日機装製、マイクロトラック）を用いて粒度分布を測定し、その個数平均径をもって、２次粒子の平均横幅とした。

[0063] （ｃ）２次粒子の平均厚み

試料をアルコールに加え、超音波処理を５分間行った後、走査型電子顕微鏡（ＳＥＭ）を用い、任意の１００個の結晶の２次粒子の厚みを測定し、その算術平均をもって２次粒子の平均厚みとした。

[0064] （ｄ）横幅の単分散度

以下の式に基づいて、上記の（ａ）及び（ｂ）の値から算出した。

横幅の単分散度（％）＝（１次粒子の平均横幅／２次粒子の平均横幅）×１００

[0065] （ｅ）厚みの単分散度

以下の式に基づいて、上記の（ａ）及び（ｃ）の値から算出した。

厚みの単分散度（％）＝（１次粒子の平均厚み／２次粒子の平均厚み）×１００

[0066] （ｆ）２次粒子のアスペクト比

以下の式に基づいて、上記の（ｂ）及び（ｃ）の値から算出した。

２次粒子のアスペクト比＝（２次粒子の平均横幅／２次粒子の平均厚み）

[0067] （ｇ）ＢＥＴ比表面積

比表面積の測定装置（ユアサアイオニクス製、ＮＯＶＡ２０００）を使用して、ガス吸着法により比表面積を測定した。

[0068] （ｈ）ベーマイトの有無

Ｘ線回折装置（ＰＡＮａｌｙｔｉｃａｌ製、Ｅｍｐｙｒｅａｎ）を使用して、Ｘ線回折パターンの存在から判断した。

[0069] （ｉ）化学組成の定量

サンプルを硝酸に加熱・溶解させた後、Ｍｇ、Ｚｎ、ＡｌはキレートＳ滴定

にて、Ｃｌはフォルハルト法滴定にて、Ｂｒは酸化還元滴定にて、Ｎはケルダール法にて定量した。CO_3はＪＩＳ．Ｒ．９１０１に基づき、ＡＧＫ式CO_2簡易精密定量装置にて定量した。層間水は、ＴＧ－ＤＴＡを用い重量減少から算出した。

[0070] （ｊ）表面処理量の定量

サンプルのステアリン酸処理量は、エーテル抽出法にて定量した。

[0071] （ｋ）樹脂組成物の曲げ弾性率の測定法

ポリプロピレン１００重量部、試験粉末サンプル６重量部及び、タルク１２重量部を混合し、二軸押出機を用い、約１８０℃で溶融混練し、ペレットを作製した。得られたペレットを使用し、射出成型機により、約２００℃で縦１５ｃｍ、横５ｃｍ、厚さ３ｍｍの試験片を作製した。作製した試験片を用い、樹脂組成物の曲げ弾性率をＪＩＳ．Ｋ．７１７１に基づいて測定した。

実施例 1

[0072] （式（２）で表される板状ハイドロタルサイトを含むスラリーの製造）

原料として、試薬１級の塩化マグネシウムと試薬１級の試薬１級の塩化アルミニウムを脱イオン水に溶解させ、Ｍｇ＝０．８ｍｏｌ／Ｌ、Ａｌ＝０．２ｍｏｌ／Ｌの混合水溶液を作製した。一方、試薬１級の水酸化ナトリウムを脱イオン水に溶解させ、Ｎａ＝２ｍｏｌ／Ｌのアルカリ溶液を作製した。それぞれの溶液を、計量ポンプを用いて２０ｍＬ／ｍｉｎで連続的に反応槽に供給し、共沈反応をさせた。反応槽はステンレス製、容量５００ｍＬでオーバーフローする構造となっており、この反応槽にあらかじめ３００ｍＬの脱イオン水を入れ、３０℃に温度調整し、攪拌機で撹拌をしておく。同じく３０℃に温度調整した原料を反応槽に供給し、それぞれが２０ｍＬ／Ｌになるように流量を調整した。

[0073] 得られた反応生成物を濾過、脱イオン水洗した後、ケーキを脱イオン水に分散させ、式（２）で表される板状ハイドロタルサイトを含むスラリーを得た。

[0074]（水熱処理）

式（２）で表される板状ハイドロタルサイトを含むスラリーをオートクレーブに入れ、２５０℃で１５時間撹拌保持し、水熱処理を行った。水熱処理後のスラリーを取り出し、濾過、固形分に対して２０倍の脱イオン水で洗浄した後、脱イオン水に分散させ、スラリーを作製した。

[0075]（表面処理）

表面処理剤として板状ハイドロタルサイトに対して２重量％のステアリン酸ナトリウムを用い、８０℃に熱した５０ｍＬの脱イオン水に溶解させ、ステアリン酸含有処理液を作製した。同じく８０℃に昇温した水熱処理後の洗浄済みスラリーにステアリン酸含有処理液を加え、８０℃で２０分間撹拌保持した。表面処理後のスラリーを３０℃まで冷却した後、濾過、脱イオン洗浄を行った。その後、ケーキを熱風乾燥器に入れ、１１０℃で１２時間乾燥させた後、粉砕し、本発明の板状ハイドロタルサイトサンプル１を得た。サンプル１の実験条件を表１に、化学組成、１次粒子の平均横幅・平均厚み、２次粒子の平均横幅・平均厚み、横幅の単分散度、厚みの単分散度、２次粒子のアスペクト比、ＢＥＴ比表面積、ベーマイトの含有量、表面処理量を、表２に示す。図３に、サンプル１の１０，０００倍のＳＥＭ写真を、図４に、１２０，０００倍のＳＥＭ写真を示す。

実施例 2

[0076] 実施例１において、水熱処理前のスラリーに、ＭｇとＡｌの合計ｍｏｌ数に対し、０．２５当量の酢酸を加えること以外は同様にして板状ハイドロタルサイトを作製し、本発明の板状ハイドロタルサイトサンプル２を得た。サンプル１と同様に、実験条件を表１に、化学組成、１次粒子の平均横幅・平均厚み、２次粒子の平均横幅・平均厚み、横幅の単分散度、厚みの単分散度、２次粒子のアスペクト比、ＢＥＴ比表面積、ベーマイトの含有量、表面処理量を、表２に示す。

実施例 3

[0077] 原料として試薬１級の臭化マグネシウム、試薬１級の臭化アルミニウムを

水に溶解させ、Ｍｇ＝０．８ｍｏｌ／Ｌ、ＡｌＩ＝０．２ｍｏｌ／Ｌの混合水溶液を作製した。１価のアニオンを含むそれぞれの溶液を、計量ポンプを用いて２０ｍＬ／ｍｉｎで連続的に反応槽に供給し、共沈反応をさせた。反応槽はステンレス製、容量５００ｍＬでオーバーフローする構造となっており、この反応槽にあらかじめ３００ｍＬの脱イオン水を入れ、３０℃に温度調整し、攪拌機で撹拌をしておく。同じく３０℃に温度調整した原料を反応槽に供給し、それぞれが２０ｍＬ／Ｌになるように流量を調整した。

[0078] 得られた反応生成物を濾過、脱イオン水洗した後、ケーキを脱イオン水に分散させ、式（２）で表される板状ハイドロタルサイトを含むスラリーを得た。水熱処理以降の工程は実施例１と同様にして板状ハイドロタルサイトを作製し、本発明の板状ハイドロタルサイトサンプル３を得た。サンプル１、２と同様に、実験条件を表１に、化学組成、１次粒子の平均横幅・平均厚み、２次粒子の平均横幅・平均厚み、横幅の単分散度、厚みの単分散度、２次粒子のアスペクト比、ＢＥＴ比表面積、ベーマイトの含有量、表面処理量を、表２に示す（以下に示す実施例のサンプル４～７、比較例のサンプル８～１４においても同様である。）。

実施例 4

[0079] 原料として試薬１級の硝酸マグネシウム、試薬１級の硝酸アルミニウムを水に溶解させ、Ｍｇ＝０．８ｍｏｌ／Ｌ、ＡｌＩ＝０．２ｍｏｌ／Ｌの混合水溶液を作製した。１価のアニオンを含むそれぞれの溶液を、計量ポンプを用いて２０ｍＬ／ｍｉｎで連続的に反応槽に供給し、共沈反応をさせた。反応槽はステンレス製、容量５００ｍＬでオーバーフローする構造となっており、この反応槽にあらかじめ３００ｍＬの脱イオン水を入れ、３０℃に温度調整し、攪拌機で撹拌をしておく。同じく３０℃に温度調整した原料を反応槽に供給し、それぞれが２０ｍＬ／Ｌになるように流量を調整した。

[0080] 得られた反応生成物を濾過、脱イオン水洗した後、ケーキを脱イオン水に分散させ、式（２）で表される板状ハイドロタルサイトを含むスラリーを得た。水熱処理以降の工程は実施例１と同様にして板状ハイドロタルサイトを

作製し、本発明の板状ハイドロタルサイトサンプル４を得た。

実施例 5

[0081] 試薬１級の塩化マグネシウム、試薬１級の塩化亜鉛及び試薬１級の塩化アルミニウムを脱イオン水に溶解させ、Ｍｇ＝０．６ｍｏｌ／Ｌ、Ｚｎ＝０．２ｍｏｌ／Ｌ、ＡＩ＝０．２ｍｏｌ／Ｌの混合水溶液を作製した。一方、試薬１級の水酸化ナトリウムを脱イオン水に溶解させ、Ｎａ＝２ｍｏｌ／Ｌのアルカリ溶液を作製した。それぞれの溶液を、計量ポンプを用いて２０ｍＬ／ｍｉｎで連続的に反応槽に供給し、共沈反応をさせた。反応槽はステンレス製、容量５００ｍＬでオーバーフローする構造となっており、この反応槽にあらかじめ３００ｍＬの脱イオン水を入れ、３０℃に温度調整し、攪拌機で撹拌をしておく。同じく３０℃に温度調整した原料を反応槽に供給し、それぞれが２０ｍＬ／Ｌになるように流量を調整した。

[0082] 得られた反応生成物を濾過、脱イオン水洗した後、ケーキを脱イオン水に分散させ、式（２）で表される板状ハイドロタルサイトを含むスラリーを得た。水熱処理以降の工程は実施例１と同様に作製し、本発明の板状ハイドロタルサイトサンプル５を得た。

実施例 6

[0083] 実施例１において、水熱処理後のスラリーを洗浄した後、板状ハイドロタルサイトに対して１．６当量の炭酸ナトリウム水溶液を、板状ハイドロタルサイトのケーキに直接添加し、イオン交換を行った。炭酸ナトリウム水溶液の添加後、脱イオン水にて洗浄を行い、洗浄後のケーキを脱イオン水にて再分散させた。表面処理以降は、実施例１と同様に作製し、本発明の板状ハイドロタルサイトサンプル６を得た。

実施例 7

[0084] 実施例１において、表面処理後のスラリーを３０℃まで冷却した後、濾過、脱イオン洗浄を行った。その後、ケーキを熱風乾燥器に入れ、２００℃で１２時間乾燥させた後、粉砕し、本発明の板状ハイドロタルサイトサンプル７を得た。

[0085] （比較例１）

実施例１において、Ｍｇ原料を試薬１級の硫酸マグネシウム、ＡＩ原料を試薬１級の硫酸アルミニウムとしたこと以外は同様に板状ハイドロタルサイトを作製し、サンプル８を得た。

[0086] （比較例２）

実施例１において、Ｍｇ、ＡＩ混液の濃度を、Ｍｇ＝０．６６ｍｏＩ／Ｌ、ＡＩ＝０．３４ｍｏＩ／Ｌとしたこと以外は同様に板状ハイドロタルサイトを作製し、サンプル９を得た。

[0087] （比較例３）

実施例１において、水熱処理時の保持温度を１７０℃としたこと以外は同様に板状ハイドロタルサイトを作製し、サンプル１０を得た。

[0088] （比較例４）

実施例１において、水熱処理時の保持時間を５時間としたこと以外は同様に板状ハイドロタルサイトを作製し、サンプル１１を得た。

[0089] （比較例５）

実施例１において、水熱処理前のスラリーに、ＭｇとＡＩの合計ｍｏＩ数に対し、０．２５当量の酢酸を加え、水熱処理時間を５時間としたこと以外は同様にして板状ハイドロタルサイトを作製し、サンプル１２を得た。

[0090] （比較例６）

実施例１において、水熱処理前のスラリーに、ＭｇとＡＩの合計ｍｏＩ数に対し、０．２５当量の酢酸を加え、水熱処理時の保持温度を１７０℃、保持時間を５時間としたこと以外は同様に板状ハイドロタルサイトを作製し、サンプル１３を得た。

[0091] （比較例７）

実施例１において、原料として試薬１級の水酸化ナトリウムと試薬１級の炭酸ナトリウムを脱イオン水に溶解させ、ＮａＯＨ＝１．８ｍｏＩ／Ｌ、Na_2CO_3＝０．２ｍｏＩ／Ｌのアルカリ溶液を作製したこと以外は同様に板状ハイドロタルサイトを作製し、サンプル１４を得た。

[0092] [表1-1]

		実施例1	実施例2	実施例3	実施例4
2価金属原料	物質名	塩化マグネシウム	←	臭化マグネシウム	硝酸マグネシウム
	濃度(mol/L)	0.8	←	←	←
3価金属原料	物質名	塩化アルミニウム	←	臭化アルミニウム	硝酸アルミニウム
	濃度(mol/L)	0.2	←	←	←
アルカリ原料	物質名	水酸化ナトリウム	←	←	←
	濃度(mol/L)	2	←	←	←
水熱処理	保持温度(℃)	250	←	←	←
	保持時間(hr)	15	←	←	←
	1価カルボン酸添加	なし	あり(酢酸)	なし	←
炭酸ナトリウム洗浄		なし	←	←	←
表面処理	種類	ステアリン酸	←	←	←
	添加量(重量%、ハイドロタルサイトに対して)	2	←	←	←
乾燥処理	保持温度(℃)	110	←	←	←
	保持時間(hr)	12	←	←	←

[0093] [表1-2]

		実施例5		実施例6	実施例7
2価金属原料	物質名	塩化マグネシウム	塩化亜鉛	塩化マグネシウム	←
	濃度(mol/L)	0.6	0.2	0.8	←
3価金属原料	物質名	塩化アルミニウム		←	←
	濃度(mol/L)	0.2		←	←
アルカリ原料	物質名	水酸化ナトリウム		←	←
	濃度(mol/L)	2		←	←
水熱処理	保持温度(℃)	250		←	←
	保持時間(hr)	15		←	←
	1価カルボン酸添加	なし		←	←
炭酸ナトリウム洗浄		なし		あり	なし
表面処理	種類	ステアリン酸		←	←
	添加量(重量%、ハイドロタルサイトに対して)	2		←	←
乾燥処理	保持温度(℃)	110		←	200
	保持時間(hr)	12		←	←

[0094]

[表1-3]

		比較例1	比較例2	比較例3
2価金属原料	物質名	硫酸マグネシウム	塩化マグネシウム	←
	濃度(mol/L)	0.8	0.66	0.8
3価金属原料	物質名	硫酸アルミニウム	塩化アルミニウム	←
	濃度(mol/L)	0.2	0.34	0.2
アルカリ原料	物質名	水酸化ナトリウム	←	←
	濃度(mol/L)	2	←	←
水熱処理	保持温度(℃)	250	←	170
	保持時間(hr)	15	←	←
	1価カルボン酸添加	なし	←	←
炭酸ナトリウム洗浄		なし	←	←
表面処理	種類	ステアリン酸	←	←
	添加量(重量%、ハイドロタルサイトに対して)	2	←	←
乾燥処理	保持温度(℃)	110	←	←
	保持時間(hr)	12	←	←

[0095] [表1-4]

		比較例4	比較例5	比較例6	比較例7	
2価金属原料	物質名	塩化マグネシウム	←	←	←	
	濃度(mol/L)	0.8	←	←	←	
3価金属原料	物質名	塩化アルミニウム	←	←	←	
	濃度(mol/L)	0.2	←	←	←	
アルカリ原料	物質名	水酸化ナトリウム	←	←	水酸化ナトリウム	炭酸ナトリウム
	濃度(mol/L)	2	←	←	1.8	0.2
水熱処理	保持温度(℃)	250	←	170	250	
	保持時間(hr)	5	←	←	15	
	1価カルボン酸添加	なし	あり(酢酸)	←	なし	
炭酸ナトリウム洗浄		なし	←	←	←	
表面処理	種類	ステアリン酸	←	←	←	
	添加量(重量%、ハイドロタルサイトに対して)	2	←	←	←	
乾燥処理	保持温度(℃)	110	←	←	←	
	保持時間(hr)	12	←	←	←	

[0096]

[表2-1]

		実施例1	実施例2	実施例3	実施例4
サンプル番号		1	2	3	4
化学組成	水熱処理前	$Mg_{0.78}Al_{0.22}(OH)_2Cl_{0.22}\cdot 7.8H_2O$	←	$Mg_{0.78}Al_{0.22}(OH)_2Br_{0.22}\cdot 7.8H_2O$	$Mg_{0.78}Al_{0.22}(OH)_2(NO_3)_{0.22}\cdot 7.8H_2O$
	水熱処理後	$Mg_{0.78}Al_{0.22}(OH)_2Cl_{0.22}\cdot 7.8H_2O$	←	$Mg_{0.78}Al_{0.22}(OH)_2Br_{0.22}\cdot 7.8H_2O$	$Mg_{0.78}Al_{0.22}(OH)_2(NO_3)_{0.22}\cdot 7.8H_2O$
	乾燥後	$Mg_{0.78}Al_{0.22}(OH)_2Cl_{0.22}\cdot 7.8H_2O$	←	$Mg_{0.78}Al_{0.22}(OH)_2Br_{0.22}\cdot 7.8H_2O$	$Mg_{0.78}Al_{0.22}(OH)_2(NO_3)_{0.22}\cdot 7.8H_2O$
1次粒子	平均横幅(μm)	2.8	3.3	2.6	1.4
	平均厚み(nm)	57	53	42	45
2次粒子	平均横幅(μm)	3.2	3.9	3.1	1.8
	平均厚み(nm)	65	63	59	56
	アスペクト比	49	62	53	32
単分散度	横幅(%)	88	85	84	78
	厚み(%)	88	84	71	80
BET比表面積(㎡／g)		13	15	14	23
ステアリン酸	処理量(重量%、ハイドロタルサイトに対して)	1.9	1.8	1.7	1.8
ベーマイト	含有量(重量%、ハイドロタルサイトに対して)	0.002	0.005	0.008	0.006

[0097] [表2-2]

		実施例5	実施例6	実施例7
サンプル番号		5	6	7
化学組成	水熱処理前	$Mg_{0.59}Zn_{0.19}Al_{0.22}(OH)_2Cl_{0.22}\cdot 7.9H_2O$	$Mg_{0.78}Al_{0.22}(OH)_2Cl_{0.22}\cdot 7.8H_2O$	$Mg_{0.78}Al_{0.22}(OH)_2Cl_{0.22}\cdot 7.8H_2O$
	水熱処理後	$Mg_{0.59}Zn_{0.19}Al_{0.22}(OH)_2Cl_{0.22}\cdot 7.9H_2O$	$Mg_{0.78}Al_{0.22}(OH)_2Cl_{0.22}\cdot 7.8H_2O$	$Mg_{0.78}Al_{0.22}(OH)_2Cl_{0.22}\cdot 7.8H_2O$
	イオン交換後	—	$Mg_{0.78}Al_{0.22}(OH)_2(CO_3)_{0.11}\cdot 7.8H_2O$	—
	乾燥後	$Mg_{0.59}Zn_{0.19}Al_{0.22}(OH)_2Cl_{0.22}\cdot 7.9H_2O$	$Mg_{0.78}Al_{0.22}(OH)_2(CO_3)_{0.11}\cdot 7.8H_2O$	$Mg_{0.78}Al_{0.22}(OH)_2Cl_{0.22}$
1次粒子	平均横幅(μm)	2.6	2.7	2.8
	平均厚み(nm)	53	55	52
2次粒子	平均横幅(μm)	3.2	3.3	3.2
	平均厚み(nm)	63	67	58
	アスペクト比	51	49	55
単分散度	横幅(%)	81	82	88
	厚み(%)	84	82	90
BET比表面積(㎡／g)		16	11	20
ステアリン酸	処理量(重量%、ハイドロタルサイトに対して)	1.8	1.9	1.9
ベーマイト	含有量(重量%、ハイドロタルサイトに対して)	0.005	0.002	0.002

[0098]

[表2-3]

		比較例1	比較例2	比較例3
サンプル番号		8	9	10
化学組成	水熱処理前	$Mg_{0.78}Al_{0.22}(OH)_2(SO_4)_{0.11}\cdot 7.8H_2O$	$Mg_{0.66}Al_{0.34}(OH)_2Cl_{0.34}\cdot 7.9H_2O$	$Mg_{0.78}Al_{0.22}(OH)_2Cl_{0.22}\cdot 7.8H_2O$
	水熱処理後	$Mg_{0.78}Al_{0.22}(OH)_2(SO_4)_{0.11}\cdot 7.8H_2O$	$Mg_{0.64}Al_{0.36}(OH)_2Cl_{0.36}\cdot 7.9H_2O$	$Mg_{0.78}Al_{0.22}(OH)_2Cl_{0.22}\cdot 7.8H_2O$
1次粒子	平均横幅(μm)	1.1	2.3	0.3
	平均厚み(nm)	62	90	38
2次粒子	平均横幅(μm)	3.3	2.6	1.8
	平均厚み(nm)	180	100	143
	アスペクト比	18	26	13
単分散度	横幅(%)	33	88	17
	厚み(%)	34	90	27
BET比表面積(㎡/g)		25	8	25
ステアリン	処理量(重量%、	1.8	1.8	1.7
ベーマイト	含有量(重量%、ハイドロタルサイトに対して)	0.002	1.552	0.013

[0099] [表2-4]

		比較例4	比較例5	比較例6	比較例7
サンプル番号		11	12	13	14
化学組成	水熱処理前	$Mg_{0.78}Al_{0.22}(OH)_2Cl_{0.22}\cdot 7.8H_2O$	←	←	$Mg_{0.78}Al_{0.22}(OH)_2(CO_3)_{0.11}\cdot 7.8H_2O$
	水熱処理後	$Mg_{0.78}Al_{0.22}(OH)_2Cl_{0.22}\cdot 7.8H_2O$	←	←	$Mg_{0.78}Al_{0.22}(OH)_2(CO_3)_{0.11}\cdot 7.8H_2O$
1次粒子	平均横幅(μm)	0.9	0.9	0.7	1.8
	平均厚み(nm)	55	36	60	113
2次粒子	平均横幅(μm)	1.9	1.5	1.9	2.3
	平均厚み(nm)	87	70	149	163
	アスペクト比	22	21	13	14
単分散度	横幅(%)	47	60	37	78
	厚み(%)	63	51	40	69
BET比表面積(㎡/g)		23	26	31	14
ステアリン酸	処理量(重量%、ハイドロタルサイトに対して)	1.6	1.7	1.7	1.8
ベーマイト	含有量(重量%、ハイドロタルサイトに対して)	0.032	0.012	0.014	0.018

[0100] 表１及び２より、実施例１～７の板状ハイドロタルサイトは、１次粒子の横幅が１μｍ以上であり、かつ平均厚みが６０ｎｍ以下である。また単分散度は横幅、厚み共に５０以上であり、高い分散性を示している。さらに、水熱処理温度が２５０℃と高いにも関わらず、ベーマイトの含有量が板状ハイドロタルサイトに対して０．０１重量%以下である。

[0101] 表２より、比較例１では、１次粒子の平均横幅が１．１μｍで、平均厚みが６２ｎｍである粒子が得られている。しかし、２価アニオンである硫酸イ

オンの効果により、１次粒子が強く凝集し、単分散度が低く、２次粒子のアスペクト比が小さくなっている。

[0102] 表２より、比較例２では、２価金属の３価金属に対する割合が小さく、ベーマイトの含有量が板状ハイドロタルサイトに対して１．５５２重量％と多い。

[0103] 表２より、比較例３～６では、水熱処理時の保持温度及び保持時間が変更されているが、いずれも１次粒子の平均横幅が小さい。

[0104] 表２より、比較例７では、反応時のアルカリ原料として水酸化ナトリウムと炭酸ナトリウムの混液が用いられている。炭酸ナトリウムの効果により、水熱処理前の板状ハイドロタルサイトの層間アニオンは２価の炭酸イオンとなっており、水熱処理後の１次粒子の厚みは１１３ｎｍと大きい。

実施例 8

[0105] 実施例１で作製した粉末サンプル１を１２重量部、ポリプロピレン１００重量部及び酸化防止剤０．２重量部を混合し、二軸押出機を用い、約１８０℃で溶融混練し、ペレットを作製した。得られたペレットを使用し、射出成形機により、約２００℃で縦１５ｃｍ、横５ｃｍ、厚さ３ｍｍの試験片を作製し、樹脂サンプル１とした。樹脂サンプル１の曲げ弾性率を表３に示す。

実施例 9

[0106] 実施例２で作製した粉末サンプル２を用い、実施例８と同様の方法で樹脂組成物を作製し、樹脂サンプル２とした。樹脂サンプル２の曲げ弾性率を表３に示す。

実施例 10

[0107] 実施例３で作製した粉末サンプル３を用い、実施例８と同様の方法で樹脂組成物を作製し、樹脂サンプル３とした。樹脂サンプル３の曲げ弾性率を表３に示す。

実施例 11

[0108] 実施例４で作製した粉末サンプル４を用い、実施例８と同様の方法で樹脂

組成物を作製し、樹脂サンプル４とした。樹脂サンプル４の曲げ弾性率を表３に示す。

実施例 12

[0109] 実施例５で作製した粉末サンプル５を用い、実施例８と同様の方法で樹脂組成物を作製し、樹脂サンプル５とした。樹脂サンプル５の曲げ弾性率を表３に示す。

実施例 13

[0110] 実施例６で作製した粉末サンプル６を用い、実施例８と同様の方法で樹脂組成物を作製し、樹脂サンプル６とした。樹脂サンプル６の曲げ弾性率を表３に示す。

実施例 14

[0111] 実施例７で作製した粉末サンプル７を用い、実施例８と同様の方法で樹脂組成物を作製し、樹脂サンプル７とした。樹脂サンプル６の曲げ弾性率を表３に示す。

[0112] （比較例８）

比較例１で作製した粉末サンプル８を用い、実施例８と同様の方法で樹脂組成物を作製し、樹脂サンプル８とした。樹脂サンプル８の曲げ弾性率を表３に示す。

[0113] （比較例９）

比較例２で作製した粉末サンプル９を用い、実施例８と同様の方法で樹脂組成物を作製し、樹脂サンプル９とした。樹脂サンプル９の曲げ弾性率を表３に示す。

[0114] （比較例１０）

比較例３で作製した粉末サンプル１０を用い、実施例８と同様の方法で樹脂組成物を作製し、樹脂サンプル１０とした。樹脂サンプル１０の曲げ弾性率を表３に示す。

[0115] （比較例１１）

比較例４で作製した粉末サンプル１１を用い、実施例８と同様の方法で樹

脂組成物を作製し、樹脂サンプル１１とした。樹脂サンプル１１の曲げ弾性率を表３に示す。

[0116] （比較例１２）

比較例５で作製した粉末サンプル１２を用い、実施例８と同様の方法で樹脂組成物を作製し、樹脂サンプル１２とした。樹脂サンプル１２の曲げ弾性率を表３に示す。

[0117] （比較例１３）

比較例６で作製した粉末サンプル１３を用い、実施例８と同様の方法で樹脂組成物を作製し、樹脂サンプル１３とした。樹脂サンプル１３の曲げ弾性率を表３に示す。

[0118] （比較例１４）

比較例７で作製した粉末サンプル１４を用い、実施例８と同様の方法で樹脂組成物を作製し、樹脂サンプル１４とした。樹脂サンプル１４の曲げ弾性率を表３に示す。

[0119] [表3-1]

	実施例8	実施例9	実施例10	実施例11
粉末サンプル1(重量部)	12	—	—	—
粉末サンプル2(重量部)	—	12	—	—
粉末サンプル3(重量部)	—	—	12	—
粉末サンプル4(重量部)	—	—	—	12
ポリプロピレン(重量部)	100	←	←	←
酸化防止剤(重量部)	0.2	←	←	←
曲げ弾性率(MPa)	1608	1752	1621	1485
樹脂サンプル番号	樹脂サンプル1	樹脂サンプル2	樹脂サンプル3	樹脂サンプル4

[0120] [表3-2]

	実施例12	実施例13	実施例14
粉末サンプル5(重量部)	12	—	—
粉末サンプル6(重量部)	—	12	—
粉末サンプル7(重量部)	—	—	12
ポリプロピレン(重量部)	100	←	←
酸化防止剤(重量部)	0.2	←	←
曲げ弾性率(MPa)	1589	1596	1678
樹脂サンプル番号	樹脂サンプル5	樹脂サンプル6	樹脂サンプル7

[0121] [表3-3]

	比較例8	比較例9	比較例10
粉末サンプル8(重量部)	12	—	—
粉末サンプル9(重量部)	—	12	—
粉末サンプル10(重量部)	—	—	12
ポリプロピレン(重量部)	100	100	100
酸化防止剤(重量部)	0.2	←	←
曲げ弾性率(MPa)	1352	1402	1289
樹脂サンプル番号	樹脂サンプル8	樹脂サンプル9	樹脂サンプル10

[0122] [表3-4]

	比較例11	比較例12	比較例13	比較例14
粉末サンプル11(重量部)	12	—	—	—
粉末サンプル12(重量部)	—	12	—	—
粉末サンプル13(重量部)	—	—	12	—
粉末サンプル14(重量部)	—	—	—	12
ポリプロピレン(重量部)	100	←	←	←
酸化防止剤(重量部)	0.2	←	←	←
曲げ弾性率(MPa)	1385	1374	1250	1302
樹脂サンプル番号	樹脂サンプル11	樹脂サンプル12	樹脂サンプル13	樹脂サンプル14

[0123] 表３より、実施例８～１４の樹脂サンプル１～７は、比較例８～１４の樹脂サンプル８～１４に比べ、高い曲げ弾性率を有していることが分かる。表２及び表３より、板状ハイドロタルサイトの２次粒子のアスペクト比が大きくなると、樹脂の曲げ弾性率が向上していることが分かる。

産業上の利用可能性

[0124] 本発明の板状ハイドロタルサイトは、樹脂に配合することで剛性、難燃性、光沢性、ガスバリア性を付与することができる。加えて、塗料に配合することで防錆効果を付与することができ、パール顔料の下地としても利用可能である。

符号の説明

[0125] W_1…１次粒子の横幅

W_2…２次粒子の横幅

T_1…１次粒子の厚み

T_2…２次粒子の厚み

請求の範囲

[請求項1] 以下の（Ａ）～（Ｄ）を満たす下記式（１）で表される板状ハイドロタルサイト；

$(M^{2+})_{1-X}(M^{3+})_{X}(OH)_{2}(A^{n-})_{X/n}\cdot mH_2O$ （１）

（ただし、式中M^{2+}は２価金属の少なくとも１種以上、M^{3+}は３価金属の少なくとも１種以上、A^{n-}はｎ価のアニオン、ｎは１～６の整数をそれぞれ示し、ｘおよびｍはそれぞれ、０．１≦ｘ≦０．３３、０≦ｍ≦１０の範囲にある。）、

（Ａ）ＳＥＭ法による１次粒子の平均横幅が１μｍ以上、

（Ｂ）ＳＥＭ法による１次粒子の平均厚みが８０ｎｍ以下、

（Ｃ）下記式で表わされる横幅の単分散度が５０％以上；

横幅の単分散度（％）＝（ＳＥＭ法よる１次粒子の平均横幅／レーザー回折法による２次粒子の平均横幅）×１００、

（Ｄ）下記式で表される厚みの単分散度が５０％以上；

厚みの単分散度（％）＝（ＳＥＭ法による１次粒子の平均厚み／ＳＥＭ法による２次粒子の平均厚み）×１００。

[請求項2] 請求項１において、（Ａ）１次粒子の平均横幅が２μｍ以上である、請求項１記載の板状ハイドロタルサイト。

[請求項3] 請求項１において、（Ｂ）１次粒子の平均厚みが６０ｎｍ以下である、請求項１記載の板状ハイドロタルサイト。

[請求項4] 請求項１において、（Ｃ）横幅の単分散度が８０％以上である、請求項１記載の板状ハイドロタルサイト。

[請求項5] 請求項１において、（Ｄ）厚みの単分散度が８０％以上である、請求項１記載の板状ハイドロタルサイト。

[請求項6] 請求項１の式（１）において、M^{2+}がＭｇ，Ｚｎからなる群より選ばれる１種以上であり、M^{3+}がＡｌである、請求項１記載の板状ハイドロタルサイト。

[請求項7] 請求項１の式（１）において、ｘの範囲が０．１５≦ｘ≦０．２５で

ある、請求項１記載の板状ハイドロタルサイト。

[請求項8] ベーマイトの含有量が板状ハイドロタルサイトに対して０．１重量％以下である、請求項１記載の板状ハイドロタルサイト。

[請求項9] 板状ハイドロタルサイト類粒子の表面が、アニオン系界面活性剤、リン酸エステル類、シランカップリング剤、チタネートカップリング剤、アルミニウムカップリング剤、シリコーン系処理剤、水ガラス、シリカ、カチオン系界面活性剤からなる群より選ばれる１種以上で表面処理されている、請求項１記載の板状ハイドロタルサイト。

[請求項10] 以下の（Ａ）～（Ｅ）を満たす下記式（１）で表される板状ハイドロタルサイト；

$(M^{2+})_{1-x}(M^{3+})_{x}(OH)_{2}(A^{n-})_{x/n}\cdot mH_{2}O$ （１）

（ただし、式中M^{2+}は２価金属の少なくとも１種以上、M^{3+}は３価金属の少なくとも１種以上、A^{n-}はｎ価のアニオン、ｎは１～６の整数をそれぞれ示し、ｘおよびｍはそれぞれ、０．１≦ｘ≦０．３３、０≦ｍ≦１０の範囲にある。）、

（Ａ）ＳＥＭ法による１次粒子の平均横幅が１μｍ以上、

（Ｂ）ＳＥＭ法による１次粒子の平均厚みが８０ｎｍ以下、

（Ｃ）下記式で表わされる横幅の単分散度が５０％以上；

横幅の単分散度（％）＝（ＳＥＭ法よる１次粒子の平均横幅／レーザー回折法による２次粒子の平均横幅）×１００、

（Ｄ）下記式で表される厚みの単分散度が５０％以上；

厚みの単分散度（％）＝（ＳＥＭ法による１次粒子の平均厚み／ＳＥＭ法による２次粒子の平均厚み）×１００、

（Ｅ）２次粒子のアスペクト比（レーザー回折法による２次粒子の平均横幅／ＳＥＭ法による２次粒子の平均厚み）が１０以上。

[請求項11] １００重量部の樹脂に対して、０．１～２５０重量部の請求項１記載の板状ハイドロタルサイトを含有する樹脂組成物。

[請求項12] 請求項１１に記載の樹脂組成物よりなる成形体。

[請求項13] （ｉ）下記式（２）で表される板状ハイドロタルサイトを、水に分散させ、スラリーを作製し、（ｉｉ）スラリーを２００～３００℃で１０～２４時間水熱処理する、

各工程を含む板状ハイドロタルサイトの製造方法；

$(M^{2+})_{1-X}(M^{3+})_{X}(OH)_{2}(A^{n-})_{X/n}\cdot mH_2O$ （２）

（ただし、式中M^{2+}は２価金属の少なくとも１種以上、M^{3+}は３価金属の少なくとも１種以上、A^{n-}はF^-、Cl^-、Br^-、I^-、NO_3^-、H_3COO^-等の１価のアニオンをそれぞれ示し、ｘおよびｍはそれぞれ、０．１≦ｘ≦０．３３、０≦ｍ≦１０の範囲にある。）。

[請求項14] 請求項１３記載の板状ハイドロタルサイトの製造方法であって、

式（２）で表される板状ハイドロタルサイトのA^{n-}がF^-、Cl^-、Br^-、I^-からなる群より選ばれる１種である、板状ハイドロタルサイトの製造方法。

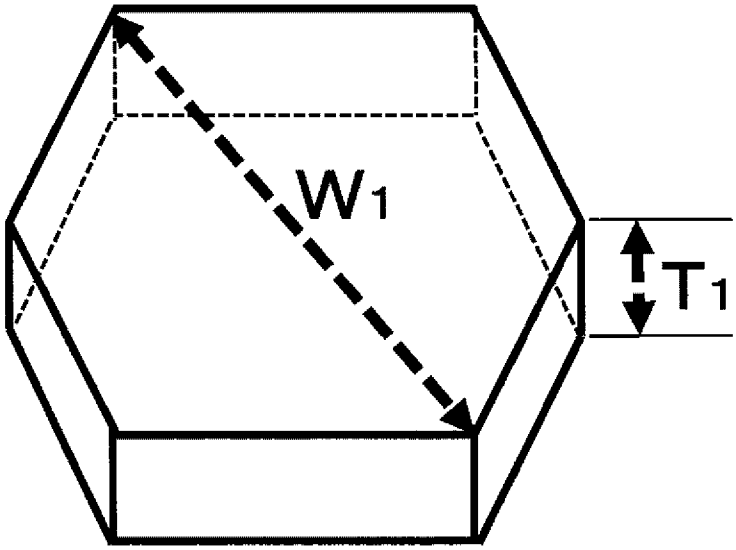
[請求項15] 請求項１記載の板状ハイドロタルサイトであって、

式（１）において、ｍの範囲が０≦ｍ≦０．０５である、板状ハイドロタルサイト。

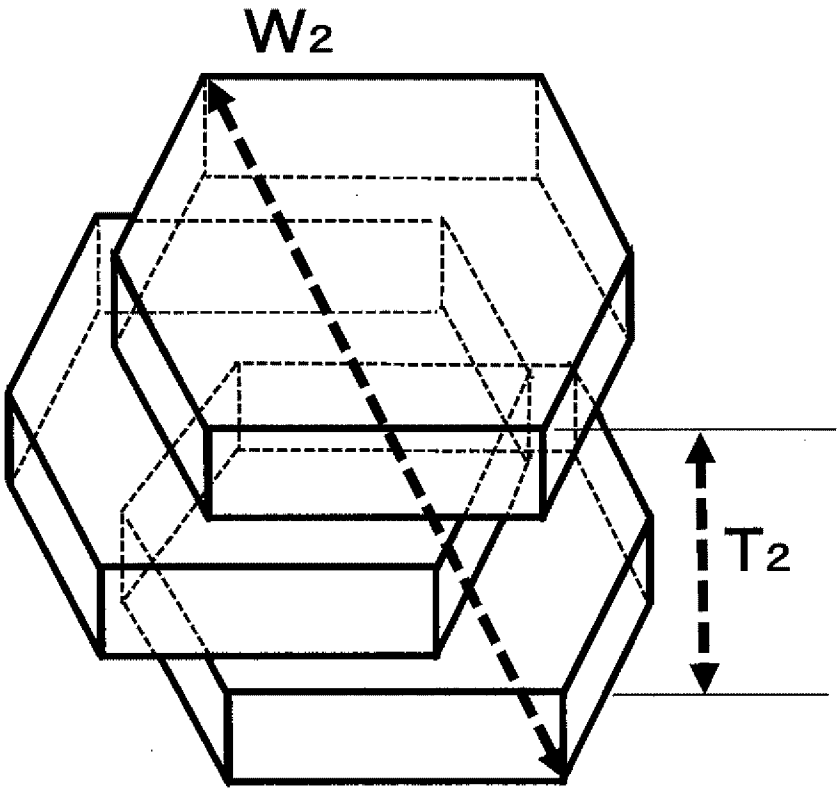
[請求項16] 請求項１５記載の板状ハイドロタルサイトの製造方法であって、

請求項１記載の板状ハイドロタルサイトを、さらに１２０℃～３５０℃で１～２４時間乾燥して得ることを特徴とする、板状ハイドロタルサイトの製造方法。

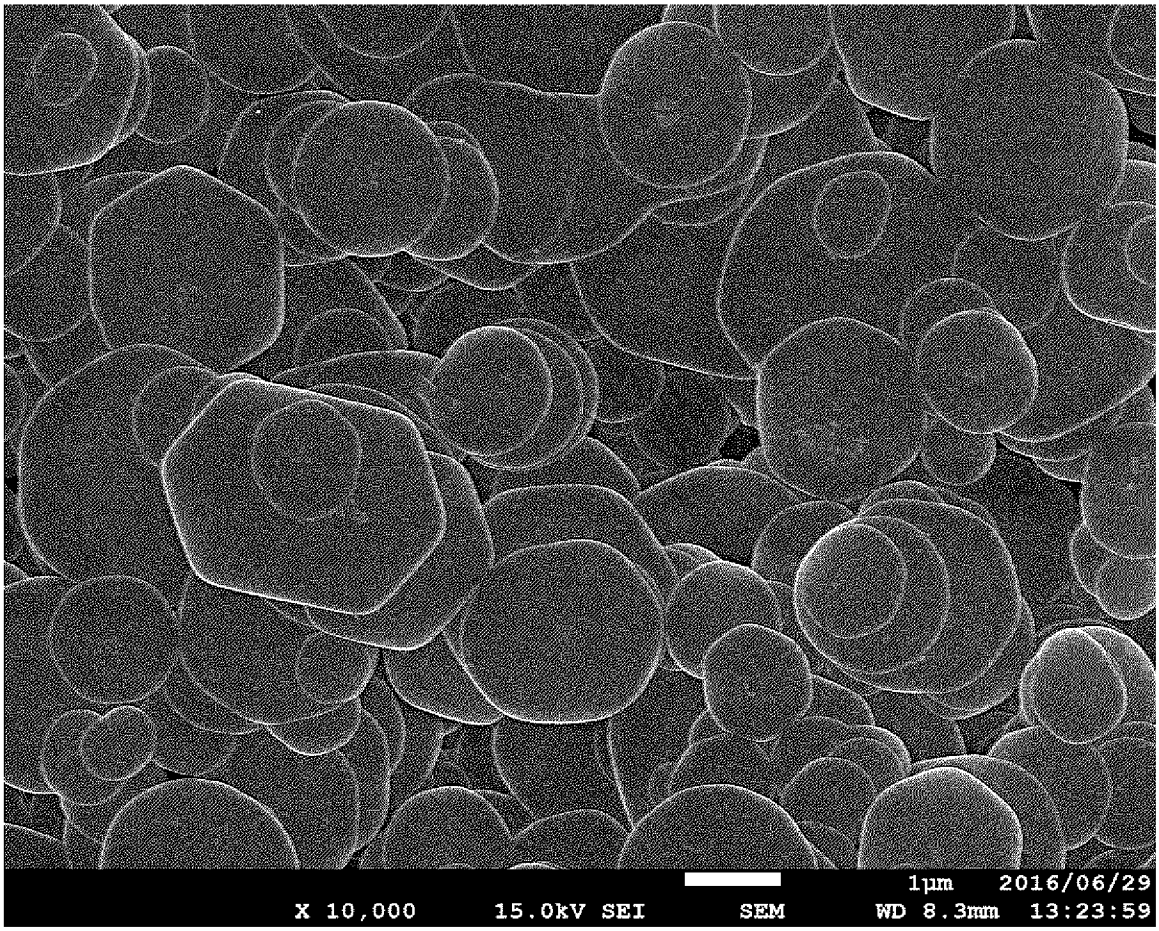
[図1]



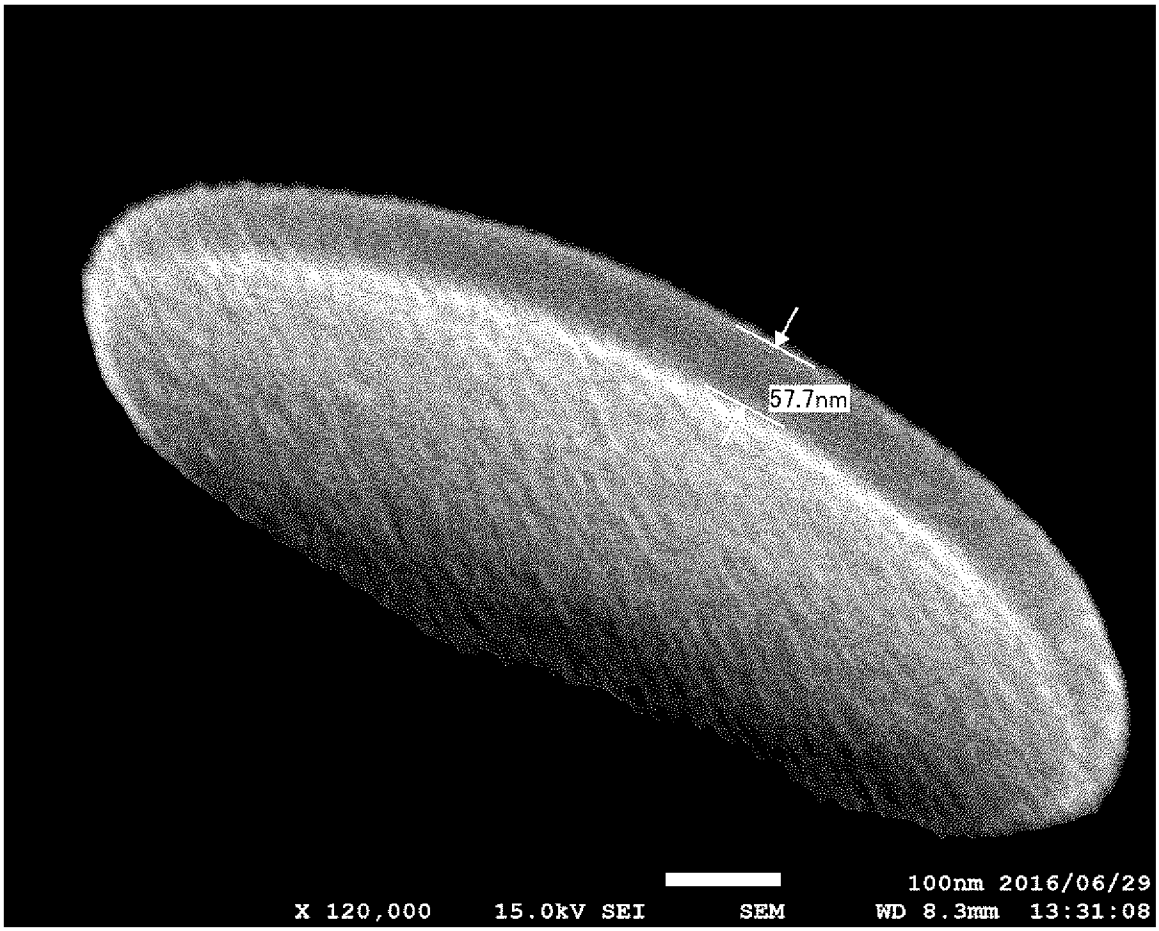
[図2]



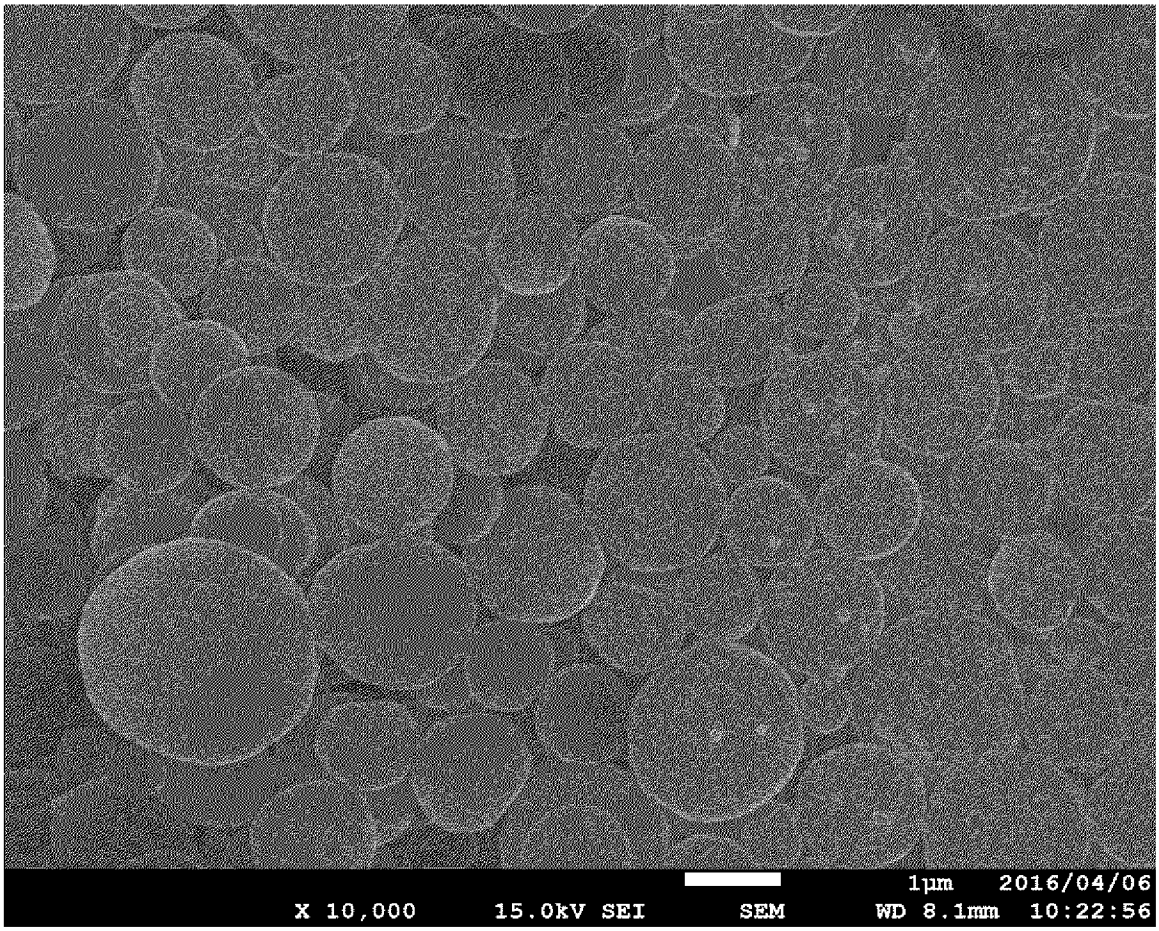
[図3]


1μm 2016/06/29
X 10,000 15.0kV SEI SEM WD 8.3mm 13:23:59

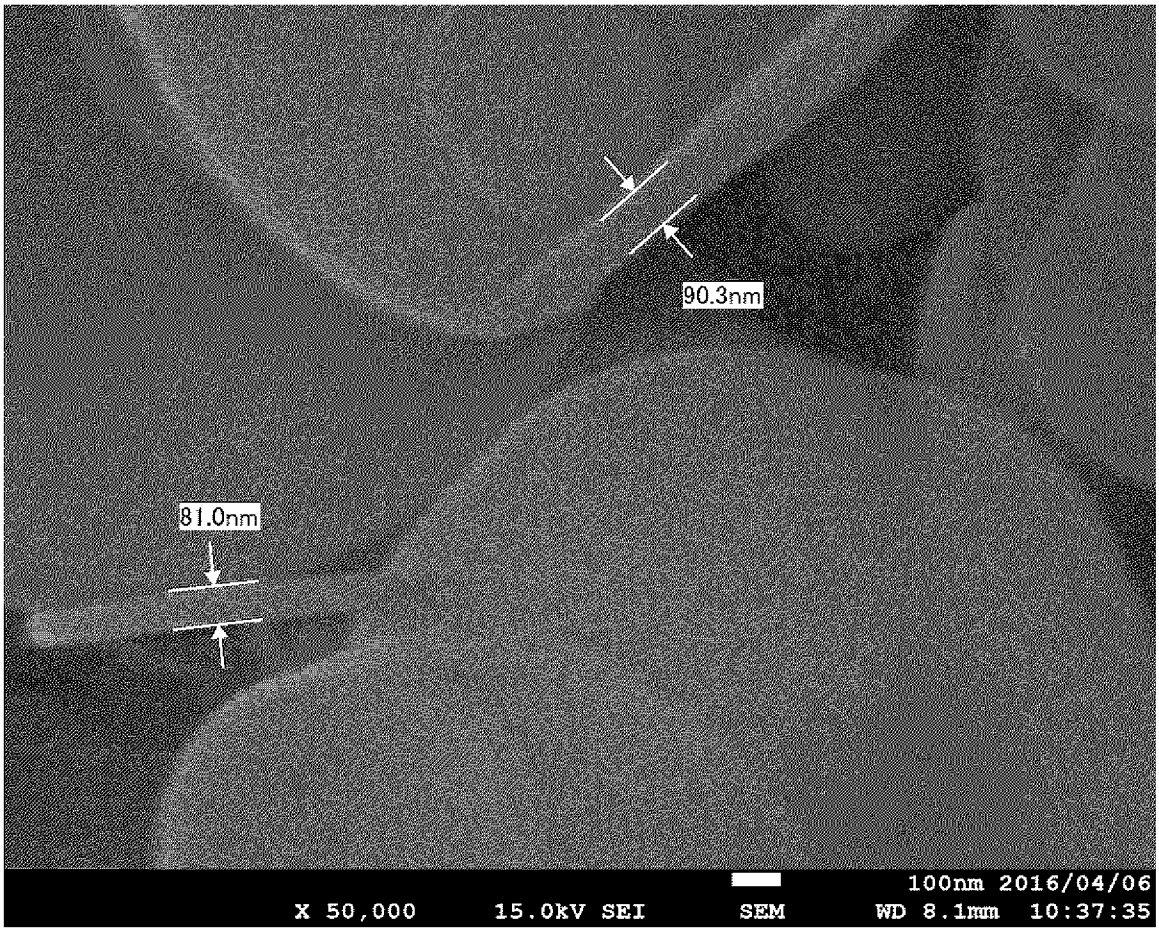
[図4]


57.7nm
100nm 2016/06/29
X 120,000 15.0kV SEI SEM WD 8.3mm 13:31:08

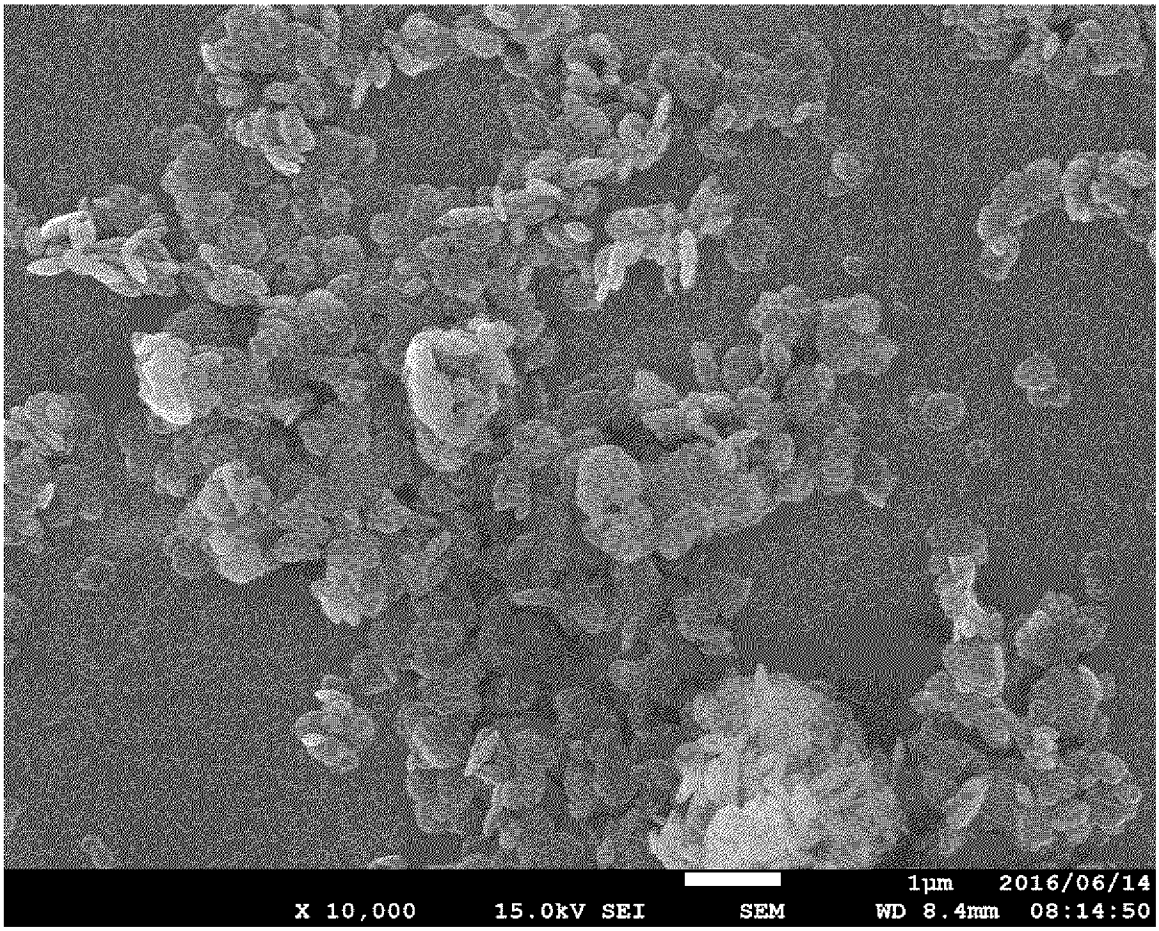
[図5]


1μm 2016/04/06
X 10,000 15.0kV SEI SEM WD 8.1mm 10:22:56

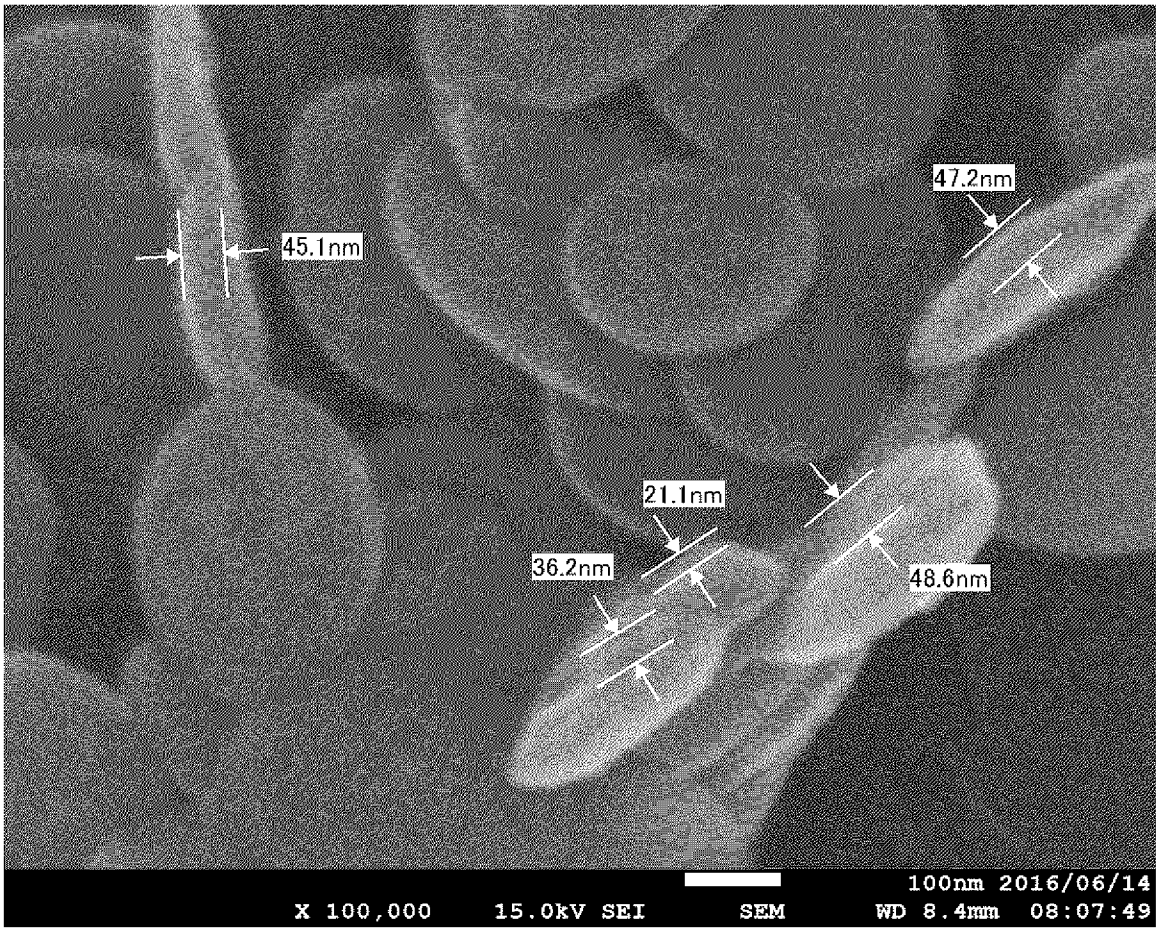
[図6]


90.3nm
81.0nm
100nm 2016/04/06
X 50,000 15.0kV SEI SEM WD 8.1mm 10:37:35

[図7]


1μm 2016/06/14
X 10,000 15.0kV SEI SEM WD 8.4mm 08:14:50

[図8]


45.1nm
47.2nm
21.1nm
36.2nm
48.6nm
100nm 2016/06/14
X 100,000 15.0kV SEI SEM WD 8.4mm 08:07:49

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2017/045583

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
Int.Cl. C01F7/00(2006.01)i, C08K3/22(2006.01)i, C08L101/00(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)
Int.Cl. C01F7/00, C08K3/22, 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	1971-2018
Registered utility model specifications of Japan	1996-2018
Published registered utility model applications of Japan	1994-2018

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)
JSTPlus (JDreamIII), JST7580 (JDreamIII), JSTChina (JDreamIII)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	TAO, Q. et al., "Synthesis and characterization of layered double hydroxides with a high aspect ratio", Journal of Solid State Chemistry, 2006, 179, 708-715., entire text	1-16
A	LIU, Z. et al., "Selective and Controlled Synthesis of a - and [b-Cobalt Hydroxides in Highly Developed Hexagonal Platelets", J. Am. Chem. Soc., 2005, 127, 13869-13874., entire text	1-16

☒ 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	Date of mailing of the international search report
26 February 2018 (26.02.2018)	06 March 2018 (06.03.2018)

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

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2017/045583

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 2008-525292 A (THE UNIVERSITY OF QUEENSLAND) 17 July 2008, entire text & US 2009/0108233 A1 entire text & WO 2006/066341 A1 & EP 1838906 A1 & CA 2594132 A & CN 101128626 A & AU 2005318862 A	1-16
A	JP 48-29477 B1 (KYOWA CHEMICAL INDUSTRY CO., LTD.) 10 September 1973, entire text (Family: none)	1-16
A	JP 2000-086235 A (KAWAI LIME INDUSTRY CO., LTD.) 28 March 2000, entire text & US 6403007 B1 entire text	1-16
A	JP 2011-197435 A (CANON INC.) 06 October 2011, entire text (Family: none)	1-16
A	CN 103318933 A (ZHAOQING UNIVERSITY) 25 September 2013, entire text (Family: none)	1-16

国際調査報告

国際出願番号　ＰＣＴ／ＪＰ２０１７／０４５５８３

Ａ．　発明の属する分野の分類（国際特許分類（ＩＰＣ））

Int.Cl.　C01F7/00(2006.01)i, C08K3/22(2006.01)i, C08L101/00(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（ＩＰＣ））

Int.Cl.　C01F7/00, C08K3/22, 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	１９７１－２０１８年
日本国実用新案登録公報	１９９６－２０１８年
日本国登録実用新案公報	１９９４－２０１８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）

JSTPlus (JDreamIII), JST7580 (JDreamIII), JSTChina (JDreamIII)

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
A	Q. TAO et al., Synthesis and characterization of layered double hydroxides with a high aspect ratio, Journal of Solid State Chemistry, 2006, 179, 708-715., 全文	1-16
A	Z. LIU et al., Selective and Controlled Synthesis of α- and β-Cobalt Hydroxides in Highly Developed Hexagonal Platelets, J. Am. Chem. Soc., 2005, 127, 13869-13874.,全文	1-16

☑　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	国際調査報告の発送日
２６．０２．２０１８	０６．０３．２０１８

国際調査機関の名称及びあて先
日本国特許庁（ＩＳＡ／ＪＰ）
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）　４Ｇ　５０７７
山口　俊樹
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 2008-525292 A (ザ　ユニバーシティー　オブ　クイーンズランド) 2008.07.17, 全文 & US 2009/0108233 A1 全文 & WO 2006/066341 A1 & EP 1838906 A1 & CA 2594132 A & CN 101128626 A & AU 2005318862 A	1-16
A	JP 48-29477 B1 (協和化学工業株式会社) 1973.09.10, 全文 (ファミリーなし)	1-16
A	JP 2000-086235 A (河合石灰工業株式会社) 2000.03.28, 全文 & US 6403007 B1 全文	1-16
A	JP 2011-197435 A (キヤノン株式会社) 2011.10.06, 全文 (ファミリーなし)	1-16
A	CN 103318933 A (ZHAOQING UNIVERSITY) 2013.09.25, 全文 (ファミリーなし)	1-16