

【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】平成17年7月7日(2005.7.7)

【公開番号】特開2003-165717(P2003-165717A)

【公開日】平成15年6月10日(2003.6.10)

【出願番号】特願2001-297457(P2001-297457)

【国際特許分類第7版】

C 01B 33/14

【F I】

C 01B 33/14

【手続補正書】

【提出日】平成16年11月1日(2004.11.1)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】特許請求の範囲

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】

以下の特徴を有するシリカゲル。

(a) 細孔容積が0.6~1.6ml/g、

(b) 比表面積が300~1000m²/g、

(c) 細孔の最頻直径(D_{max})が20nm未満、

(d) D_{max} の±20%の範囲にある細孔の容積が全細孔容積の50%以上、

(e) 非結晶質であること。_____

【請求項2】

細孔容積が0.8~1.6ml/gである請求項1のシリカゲル。

【請求項3】

比表面積が400~900m²/gである請求項1または2のシリカゲル。

【請求項4】

最頻直径(D_{max})が2nm以上である請求項1から3いずれかのシリカゲル。

【請求項5】

最頻直径(D_{max})の±20%の範囲にある細孔の容積が、全細孔容積の60%以上である請求項1から4いずれかのシリカゲル。

【請求項6】

金属不純物の含有量が500ppm以下である請求項1から5いずれかのシリカゲル。

【請求項7】

金属不純物の含有量が10ppm以下である請求項1から6いずれかのシリカゲル。

【請求項8】

金属不純物の含有量が1ppm以下である請求項1から7いずれかのシリカゲル。

【請求項9】

最頻直径(D_{max})における微分細孔容積が2.0~20.0ml/gである請求項1から8いずれかのシリカゲル。

【請求項10】

固体Si-NMRでのQ⁴/Q³の値が1.3以上である請求項1から9いずれかのシリカゲル。

【請求項11】

シリコンアルコキシドを加水分解する工程を経て製造される請求項1から10いずれか

のシリカゲル。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0008

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0008】

【発明が解決しようとする課題】

本発明の課題は、上記の従来技術の問題点を踏まえ、細孔容積と非表面積が大きいだけでなく、細孔分布が狭く、耐熱性、耐水性などに優れたシリカゲルを提供することにある。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0009

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0009】

【課題を解決するための手段】

本発明の要旨は、以下の特徴を有するシリカゲルに存する。

(a) 細孔容積が $0.6 \sim 1.6 \text{ m}^1 / \text{g}$ 、

(b) 比表面積が $300 \sim 1000 \text{ m}^2 / \text{g}$ 、

(c) 細孔の最頻直径(D_{\max})が 20 nm 未満、

(d) D_{\max} の $\pm 20\%$ の範囲にある細孔の容積が全細孔容積の 50% 以上、

(e) 非結晶質であること。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0014

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0014】

本発明のシリカゲルは、以上の細孔構造の特徴に加えて、その三次元構造を見るに、非結晶質であること、即ち、結晶性構造が認められないという特徴を有する。このことは、本発明のシリカゲルをX線回折で分析した場合に、結晶性ピークが実質的に認められないことを意味する。本発明において非結晶質ではないシリカゲルとは、X線回折パターンで6オングストローム(Unit spacing)を越えた位置に、少なくとも一つの結晶構造のピークを示すものを指す。非結晶質のシリカゲルは、結晶性のシリカゲルに較べて、極めて耐水性に優れている。

【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0015

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0015】

その他、本発明のシリカゲルの構造に関しては、固体Si-NMRによる分析でも特徴ある結果が得られる。即ち、固体Si-NMRでは、本発明のシリカゲルの、-OSiが3個結合したSi(Q^3)と-OSiが4個結合したSi(Q^4)とのモル比を示す「 Q^4 / Q^3 」の値が通常 1.3 以上、好ましくは 1.5 以上である。一般的に、「 Q^4 / Q^3 」の値が大きいほど、その熱安定性が高いものと言われている。「 Q^4 / Q^3 」の値は、通常 1.0 以下である。

【手続補正6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0016

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0016】

本発明のシリカゲルを特定する最後の特徴は、シリカゲルの骨格を構成するケイ素を除いた、金属不純物の合計含有量が通常500 ppm以下、好ましくは100 ppm以下、更に好ましくは10 ppm以下、最も好ましくは1 ppm以下というように、極めて高純度であることである。このように不純物の影響が少ないことは、本発明のシリカゲルにおける耐熱性、耐水性などの優れた性質を発現させることができる大きな要因の一つである。