

【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 0 1 B 33/14
 【F I】
 C 0 1 B 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 $0.6 \sim 1.6 \text{ ml/g}$ 、
- (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。

【請求項 2】

細孔容積が $0.8 \sim 1.6 \text{ ml/g}$ である請求項 1 のシリカゲル。

【請求項 3】

比表面積が $400 \sim 900 \text{ m}^2/\text{g}$ 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 2 nm 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 $\pm 20\%$ 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 500 ppm 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 10 ppm 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 1 ppm 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 $2.0 \sim 20.0 \text{ ml/g}$ 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 Q^4/Q^3 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 $0.6 \sim 1.6 \text{ ml/g}$ 、

(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 (Units d-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、 $-\text{OSi}$ が 3 個結合した $\text{Si}(\text{Q}^3)$ と $-\text{OSi}$ が 4 個結合した $\text{Si}(\text{Q}^4)$ 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 10 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500ppm以下、好ましくは100ppm以下、更に好ましくは10ppm以下、最も好ましくは1ppm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。