

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2008年12月11日 (11.12.2008)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 2008/149690 A1

(51) 国際特許分類:
C01F 7/44 (2006.01) C04B 35/10 (2006.01)

(74) 代理人: 佐々木一也, 外(SASAKI, Kazuya et al.); 〒1050003 東京都港区西新橋2丁目1番5号 T K K 西新橋ビル5階 Tokyo (JP).

(21) 国際出願番号: PCT/JP2008/059522

(22) 国際出願日: 2008年5月23日 (23.05.2008)

(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2007-151268 2007年6月7日 (07.06.2007) JP

(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 日本軽金属株式会社 (NIPPON LIGHT METAL COMPANY, LTD.) [JP/JP]; 〒1408628 東京都品川区東品川2丁目2番20号 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, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SV, SY, 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, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MT, NL, NO, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

(72) 発明者: および

(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 安部 雅彦 (ABE, Masahiko) [JP/JP]; 〒4240901 静岡県静岡市清水区三保4025番地の1 日本軽金属株式会社清水工場内 Shizuoka (JP). 松葉 俊博 (MATSUBA, Toshihiro) [JP/JP]; 〒1408628 東京都品川区東品川2丁目2番20号 日本軽金属株式会社内 Tokyo (JP).

添付公開書類:
— 国際調査報告書

(54) Title: A-ALUMINA WITH SATISFACTORY SUITABILITY FOR SINTERING AND PROCESS FOR PRODUCING THE SAME

(54) 発明の名称: 良焼結性 α アルミナ及びその製造方法

(57) Abstract: Satisfactorily sinterable α -alumina which readily sinters at a low temperature and which, upon sintering at 1,500°C for 3 hours, gives a sinter having a bulk density of 3.90 g/cm³ or higher. It changes little in density upon sintering and has excellent sintering properties. Also provided is a process for producing the α -alumina. The α -alumina with satisfactory suitability for sintering is one produced by sintering aluminum hydroxide obtained by the Bayer process. When sintered under the conditions of 1,500°C and 3 hours, the α -alumina gives a sinter having a bulk density (A) [(mass of sintered sample)/(volume of sintered sample)] of 3.90 g/cm³ or higher. The density change between the sinter bulk density (A) and a sinter bulk density (B) as measured after sintering at 1,600°C for 3 hours, {(B-A)/A}[E100], is 1% or less. The α -alumina is produced by introducing aluminum hydroxide having a soda content of 0.1 mass% or lower into a stationary burning furnace under such conditions as to result in a compact bulk density of 1.0 g/cm³ or lower, burning the compact, and pulverizing the burning product.

(57) 要約: 低温で容易に焼結すると共に、1500°Cで3時間の焼結条件での焼結嵩密度が3.90 g/cm³以上であって、焼結時の密度変化が極めて低い焼結特性に優れた良焼結性 α アルミナ及びその製造方法を提供する。バ イヤー法で得られた水酸化アルミニウムを焼成して製造される α アルミナであって、1500°Cで3時間の焼結条件での焼結嵩密度(焼結後試料の質量/焼結後試料の体積)Aが3.90 g/cm³以上であり、かつ、この焼結嵩密度Aと1600°Cで3時間の焼結条件での焼結嵩密度Bとの間の密度変化率{[(B-A)/A]×100}が1%以下である良焼結性 α アルミナであり、ソーダ分含有量0.1質量%以下の水酸化アルミニウムを定置型焼成炉の炉内に仕込み嵩密度1.0 g/cm³以下の条件で仕込み、焼成し粉碎して製造される。

WO 2008/149690 A1

明 細 書

良焼結性 α アルミナ及びその製造方法

技術分野

- [0001] この発明は、バイヤー法で得られた水酸化アルミニウムを焼成して製造される焼結特性に優れた良焼結性 α アルミナ及びその製造方法に係り、特に低温で焼結し、かつ、焼結温度における密度変化の少ない焼結特性に優れた良焼結性 α アルミナ及びその製造方法に関する。

背景技術

- [0002] α アルミナは、耐熱性、耐摩耗性、電気絶縁性、熱伝導性、耐蝕性等の物性に優れており、これまでも、各種のセラミックスや耐火物等の製造原料として、あるいは、研磨剤等の用途に、広範囲に用いられてきている。そして、例えば、半導体集積回路基板、切削工具、軸受け等の用途に用いられる焼結体用 α アルミナについては、近年のこれら用途での技術進歩が著しく、得られる焼結体の機械的強度、硬度、耐摩耗性、嵩密度等の物性に対する要求も厳しくなっており、その製造原料としての α アルミナに求められる品質特性についても年々厳しくなっているのが現状である。

- [0003] このようなことから、これまでも α アルミナの品質特性を改善し向上させる幾つかの試みがされ、提案されている。

例えば、特許文献1には、大気中で水酸化アルミニウムを焼成する際に、原料の水酸化アルミニウムとして平均粒子径と粒度分布の均一性を表す均等数とが所定の条件を満たすものを用いることにより、1400℃以下の焼結温度で焼結嵩密度3.90g/cm³以上の焼結体を得られる易焼結アルミナの製造方法が記載されている。

- [0004] また、特許文献2には、Na含有量500ppm以下及びSi含有量40ppm以下の水酸化アルミニウム析出粒子に平均粒子径0.5 μ m以下の α アルミナを0.1～8.0重量%の範囲で添加して粉碎し、粉碎粒子を分級して粒径の大きいものを分離し、焼成し、洗浄することにより、超易焼結性アルミナを製造する方法が記載されている。

- [0005] 更に、特許文献3には、焼成してアルミナに相転移する際にベーマイト相を経由するアルミナが全体の30%以下である水酸化アルミニウム析出粒子を粉碎し、粉碎粒子

を分級して粒径の大きいものを分離し、焼成し、洗浄することにより、微粒・易焼結性アルミナを製造する方法が記載されている。

[0006] 更にまた、特許文献5には、BET比表面積 $5\sim 9\text{m}^2/\text{g}$ 、所定の粒度分布($D_{10}=0.1\sim 0.2\ \mu\text{m}$ 、 $D_{50}=0.3\sim 0.5\ \mu\text{m}$ 、 $D_{90}=0.7\sim 2\ \mu\text{m}$ 、及び $1\ \mu\text{m}$ 以下80質量%以上)、Mg含有量 $100\sim 350\text{ppm}$ 、Na含有量 400ppm 以下、Si含有量 100ppm 以下、及びCa含有量 100ppm 以下であって、高い焼結密度及び高純度の焼結体を与える易焼結性アルミナ粒子が記載されている。

[0007] しかしながら、これまでに焼結体用途として提供されてきた α アルミナにおいて、例えば 1300°C 程度の低温で焼結して焼結嵩密度の高いものも存在するが、このような特別に低温で焼結して焼結嵩密度の高い α アルミナについては、焼結温度がある温度を超えると低温嵩密度 $>$ 高温嵩密度となる、いわゆるオーバーファイヤー現象(原理的には、焼結により閉じていたクローズドポアの境界が更なる高温での焼結によって収縮し、若干クローズドポアが開くことと考えられている。)が発生し、焼結体の密度低下による強度不足の問題が発生するのを避けられなかった。そして、オーバーファイヤー現象の対応措置として、より精密な密度変化管理が重要となる。更に、複合セラミックスでは成分により収縮特性等の挙動が異なるために収縮をあわせる必要がある。それ故、オーバーファイヤー現象による材料強度等の特性低下がより顕著に起こる。

特許文献1:特開平03-093,617号公報

特許文献2:特開平06-144,830号公報

特許文献3:特開平06-144,831号公報

特許文献4:特開2005-206,460号公報

発明の開示

発明が解決しようとする課題

[0008] そこで、本発明者らは、 $1400\sim 1500^\circ\text{C}$ 程度の温度で容易に焼結すると共に、 1500°C で3時間の焼結条件で得られた焼結体の焼結嵩密度が $3.90\text{g}/\text{cm}^3$ 以上であり、しかも、焼結時の密度変化、特に $1500\sim 1600^\circ\text{C}$ での焼結時の密度変化が1%以下と極めて低く、焼結特性に優れた良焼結性 α アルミナの開発について鋭意検討し

た結果、意外なことには、ソーダ分(Na_2O)含有量0.1質量%以下の水酸化アルミニウムを用い、定置焼成炉の炉内に仕込み嵩密度 $1.0\text{g}/\text{cm}^3$ 未満の条件で仕込んで焼成し、粉碎することにより、目的の焼結特性に優れた良焼結性 α アルミナが得られることを見い出し、本発明を完成した。

[0009] 従って、本発明の目的は、低温で容易に焼結すると共に、 1500°C で3時間の焼結条件での焼結嵩密度が $3.90\text{g}/\text{cm}^3$ 以上であって、焼結時の密度変化が極めて低い焼結特性に優れた良焼結性 α アルミナを提供することにある。

[0010] また、本発明の他の目的は、このような低温で容易に焼結すると共に焼結特性に優れた良焼結性 α アルミナの製造方法を提供することにある。

課題を解決するための手段

[0011] すなわち、本発明は、バイヤー法で得られた水酸化アルミニウムを焼成して製造される α アルミナであって、 1500°C で3時間の焼結条件での焼結嵩密度(焼結後試料の質量/焼結後試料の体積) $A(\text{g}/\text{cm}^3)$ が $3.90\text{g}/\text{cm}^3$ 以上であり、かつ、この焼結嵩密度 A と 1600°C で3時間の焼結条件での焼結嵩密度 $B(\text{g}/\text{cm}^3)$ との間の密度変化率 $\{(B-A)/A\} \times 100$ (%)が1%以下であることを特徴とする焼結特性に優れた良焼結性 α アルミナである。

[0012] また、本発明は、バイヤー法で得られたソーダ分(Na_2O)含有量0.1質量%以下の水酸化アルミニウムを定置焼成炉の炉内に仕込み嵩密度 $1.0\text{g}/\text{cm}^3$ 以下の条件で仕込み、焼成し粉碎することを特徴とする良焼結性 α アルミナの製造方法である。

[0013] 本発明において、 α アルミナとしては、 1500°C で3時間の焼結条件での焼結嵩密度 A が $3.90\text{g}/\text{cm}^3$ 以上であって、この焼結嵩密度 A と 1600°C で3時間の焼結条件での焼結嵩密度 B との間の密度変化率 $\{(B-A)/A\} \times 100$ (%)が1%以下である必要があるが、より好ましくは、 1400°C で3時間の焼結条件での焼結嵩密度 $C(\text{g}/\text{cm}^3)$ と 1600°C で3時間の焼結条件での焼結嵩密度 B との間の密度変化率 $\{(B-C)/C\} \times 100$ (%)が10%以下、より好ましくは8%以下であるのがよい。上記焼結嵩密度 A と焼結嵩密度 B との間の密度変化率が1%を超えたり、また、上記焼結嵩密度 C と焼結嵩密度 B との間の密度変化率が10%を超えると、低温焼結時の収縮制御が難しくなって強度不足の問題が生じる虞がある。

- [0014] また、本発明の α アルミナについては、好ましくは、1500℃で3時間の焼結条件での焼結嵩密度Aと、1600℃で3時間の焼結条件での焼結嵩密度Bと、1400℃で3時間の焼結条件での焼結嵩密度Cとが $C < A < B$ の関係を有するものであるのがよい。このように焼結嵩密度A、焼結嵩密度B及び焼結嵩密度Cが $C < A < B$ の関係を有することにより、オーバーファイヤー現象を確実に防止することができ、これによって焼結体の密度低下による強度不足の問題が発生するのを確実に防止することができる。
- [0015] 本発明の α アルミナの製造方法において、その原料として用いる水酸化アルミニウムについては、バイヤー法で得られたものであって、少なくともそのソーダ分(Na_2O)含有量が0.1質量%以下、好ましくは0.05質量%以下、より好ましくは0.01質量%以下であるのがよい。このソーダ分(Na_2O)含有量が0.1質量%を超えると、そのソーダ分(Na_2O)が焼結を阻害し、焼結温度に対して焼結嵩密度が上がり難くなるという問題が生じる。
- [0016] また、本発明の方法において、 α アルミナの製造に用いる焼成炉については、その炉内に所定の仕込み嵩密度で仕込む必要があることから、焼成中に嵩密度が変化し難い、若しくは、焼成中に原料の水酸化アルミニウムの相対位置が変化しない構造の定置型の焼成炉である必要があり、原料の水酸化アルミニウム自体を移動させながら焼成する方式のロータリーキルン、流動式焼成炉等の焼成炉は、嵩密度が常に変化するので、好ましくない。
- [0017] そして、この定置焼成炉の炉内に原料の水酸化アルミニウムを仕込む際の仕込み嵩密度については、少なくとも1.0g/cm³以下、好ましくは0.95g/cm³以下であるのがよく、この仕込み嵩密度が1.0g/cm³より大きくなると、水酸化アルミニウム同士の距離が近くなり、アルミナに変化する際の反応熱が他の粒子に影響して一次粒子径の大きなアルミナが生成し易くなる結果、焼結体の強度不足となる。
- [0018] 更に、本発明の方法において、水酸化アルミニウムを焼成して α アルミナを製造する際の焼成条件については、特に従来の場合と変わりなく、例えば、焼成温度が1000℃以上1200℃以下、好ましくは1050℃以上1180℃以下であって、焼成時間が数分から十数時間、好ましくは1時間以上20時間以下、好ましくは3時間以上10時

間以下である。

[0019] 更にまた、本発明の方法において、焼成後に得られた α アルミナを粉砕するが、この α アルミナ粉砕の方法や条件についても、従来の場合と特には変わることがなく、例えば、湿式方法であっても乾式方法であってもよく、また、振動ボールミル、回転ボールミル、ジェットミル、ビーズミル等を用いる方法でよく、 α アルミナの用途によっても異なるが、通常平均粒子径 $0.1\mu\text{m}$ 以上 $1.0\mu\text{m}$ 以下、好ましくは $0.1\mu\text{m}$ 以上 $0.4\mu\text{m}$ 以下に粉砕される。

[0020] 更に、この焼成して得られた α アルミナの粉砕に際しては、好ましくは α アルミナの粉砕に先駆けてこの α アルミナを水あるいは酸で洗浄するのがよく、これによって α アルミナに含まれるNa、Ca等の不純物を予め十分に除去するのがよい。このように粉砕前に α アルミナの不純物を十分に除去することにより、不純物が焼結を阻害することによる焼結体の強度低下の問題を防止することができ、焼結体の嵩密度向上、電気特性の向上を達成することができる。

発明の効果

[0021] 本発明の良焼結性 α アルミナは、 $1400\sim 1500^{\circ}\text{C}$ 程度の温度で容易に焼結すると共に、 1500°C で3時間の焼結条件での焼結嵩密度が $3.90\text{g}/\text{cm}^3$ 以上であって、 1400°C 、 1500°C 及び 1600°C での焼結時の密度変化が極めて低いという優れた焼結特性を有する。

また、本発明の良焼結性 α アルミナの製造方法によれば、このように低温で容易に焼結すると共に優れた焼結特性を有する良焼結性 α アルミナを工業的に容易に製造することができる。

発明を実施するための最良の形態

[0022] 以下、実施例及び比較例に基づいて、本発明の好適な実施の形態を具体的に説明する。

実施例

[0023] [実施例1～5及び比較例1～3]

バイヤー法で得られた表1に示す水酸化アルミニウムを、表1に示す仕込み密度で箱型匣鉢に仕込み、この箱型匣鉢を定置型電気炉(シリコニット高熱工業株式会社

製シリコニット炉)の炉内にセットし、表1に示す焼成温度で10時間焼成した後、生成した α アルミナを炉内から取り出した。

[0024] 実施例1～3及び比較例1～3においては、6リットル(L)のポット内に15mm ϕ のアルミナボール7.8kgが収容された振動ボールミル(中央化工機株式会社製振動ミル)を用い、そのポット内に各実施例又は各比較例で得られた α アルミナ1.0kgとエタノール15gとを充填し、36時間粉砕して実施例1～3及び比較例1～3の α アルミナを得た。

[0025] また、実施例4及び5においては、粉砕前に各実施例で得られた α アルミナを、その質量2倍の水で攪拌下に洗浄すると共に、その後質量5倍の水で通水洗浄し、引き続いて上記の実施例1～3及び比較例1～3の場合と同様にして粉砕し、実施例4及び5の α アルミナを得た。

[0026] このようにして得られた各実施例1～5及び比較例1～3の α アルミナについて、粒度分布測定装置(日機装株式会社製Microtrac MT3300)を用いて、その平均粒子径(Dp50)を測定した。

また、各実施例1～5及び比較例1～3の α アルミナについて、蛍光X線分析装置(株式会社リガク製ZSX100e、実施例1～3及び比較例1～3)若しくは原子吸光分光光度計(株式会社島津製作所製AA-660、実施例4及び5)を用いてソーダ分(Na_2O 換算)の測定を行った。

結果を表1に示す。

[0027] [焼結試験]

また、上記の各実施例1～5及び比較例1～3の α アルミナについて、試料8～15gを秤量して金型に入れ、34.32MPaの成形圧力で成形して高さ6～7mm $\times$ 25mm ϕ の大きさの試料ピースを調製し、得られた各実施例1～5及び比較例1～3の試料ピースの質量、直径(D)、及び高さ(H)を精密に測定した。

[0028] 次に、このようにして調製された試料ピースについて、焼結炉(株式会社モトヤマ製SH2035D)を用い、各設定温度(1400 $^{\circ}\text{C}$ 、1500 $^{\circ}\text{C}$ 、及び1600 $^{\circ}\text{C}$)で3時間かけて焼成し、各実施例1～5及び比較例1～3の焼結ピースを得た。

[0029] このようにして得られた各実施例1～5及び比較例1～3の焼結ピースについて、そ

の質量、直径(D)、及び高さ(H)を精密に測定し、これら各焼結ピースの質量、直径(D)、及び高さ(H)の値と先に測定した各試料ピースの質量、直径(D)、及び高さ(H)の値とから、各設定温度での焼結嵩密度A(1500°C)、焼結嵩密度B(1600°C)、及び焼結嵩密度C(1400°C)を求めると共に、焼結嵩密度A(1500°C)と焼結嵩密度B(1600°C)との間の密度変化率 $\{(B-A)/A \times 100\}$ ([B-A]密度変化率)及び焼結嵩密度C(1400°C)と焼結嵩密度B(1600°C)との間の密度変化率 $\{(B-C)/C \times 100\}$ ([B-C]密度変化率)を求めた。

結果を表1に示す。

[0030] [表1]

	原料 Al (OH) ₃		焼成条件			焼結試験結果							
	Na ₂ O 含 有量 質量%	Dp50 μm	仕込み 嵩密度 g/cm ³	焼成温 度 ℃	洗 浄 の 有無	Dp50: MT3300 μm	Na ₂ O 含 有量 質量%	焼結嵩密度 (g/cm ³)			密度変化率(%)		
								C 1400℃	A 1500℃	B 1600℃	[B-A]1500 ℃:1600℃	[B-C]1400 ℃:1600℃	
実 施 例	1	0.02	2.8	0.61	1180	無	0.19	0.034	3.76	3.92	3.94	0.51	4.6
	2	0.08	10	0.92	1100	無	0.25	0.03	3.62	3.90	3.93	0.76	7.9
	3	0.08	40	0.79	1150	無	0.20	0.05	3.77	3.90	3.93	0.76	4.1
	4	0.02	2.8	0.61	1180	有	0.24	0.0001	3.85	3.94	3.95	0.25	2.5
	5	0.08	5.0	0.52	1180	有	0.26	0.001	3.82	3.90	3.91	0.26	2.3
比 較 例	1	0.34	1.2	0.39	1180	無	0.50	0.5	3.37	3.73	3.86	3.37	12.7
	2	0.05	45	1.13	1100	無	0.45	0.022	3.43	3.80	3.89	2.31	11.8
	3	0.22	50	0.89	1200	無	0.61	0.07	2.93	3.54	3.91	9.46	25.1

[0031] 上記表1に示す実施例1～5及び比較例1～3の結果から明らかなように、ソーダ分(Na_2O)含有量0.1質量%以下の水酸化アルミニウムを定置型焼成炉の炉内に仕込み嵩密度 $1.0\text{g}/\text{cm}^3$ 未満の条件で仕込んで焼成し、粉砕して得られた各実施例1～5の α アルミナは、その何れも 1500°C で3時間の焼結条件での焼結嵩密度A(g/cm^3)が $3.90\text{g}/\text{cm}^3$ 以上であって、焼結嵩密度Aと焼結嵩密度Bとの間の密度変化率が1%以下であり、優れた焼結特性を示すのに対して、比較例1及び3の場合には共に Na_2O 含有量が0.1質量%を超えており、また、比較例2の場合には仕込み嵩密度が $1.0\text{g}/\text{cm}^3$ を超えており、結果としてこれら比較例1～3の α アルミナは、その何れも、焼結嵩密度Aが $3.90\text{g}/\text{cm}^3$ に達しないほか、[B-A]密度変化率が1%を超えることが判明した。

産業上の利用可能性

[0032] 本発明の良焼結性 α アルミナ及びその製造方法は、低温で容易に焼結するにもかかわらず、 1500°C で3時間の焼結条件で得られた焼結体の焼結嵩密度が $3.90\text{g}/\text{cm}^3$ 以上であり、しかも、焼結時の密度変化、特に $1500\sim 1600^\circ\text{C}$ での焼結時の密度変化が1%以下と極めて低く、焼結特性に優れており、焼結体に対する機械的強度、硬度、耐摩耗性、嵩密度等の物性に対する要求の厳しい分野において、工業的に極めて有用である。

請求の範囲

- [1] バイヤー法で得られた水酸化アルミニウムを焼成して製造される α アルミナであつて、1500℃で3時間の焼結条件での焼結嵩密度(焼結後試料の質量/焼結後試料の体積) $A(\text{g}/\text{cm}^3)$ が $3.90\text{g}/\text{cm}^3$ 以上であり、かつ、この焼結嵩密度 A と1600℃で3時間の焼結条件での焼結嵩密度 $B(\text{g}/\text{cm}^3)$ との間の密度変化率 $\{(B-A)/A\} \times 100$ (%)が1%以下であることを特徴とする焼結特性に優れた良焼結性 α アルミナ。
- [2] バイヤー法で得られたソーダ分(Na_2O)含有量0.1質量%以下の水酸化アルミニウムを定置型焼成炉の炉内に仕込み嵩密度 $1.0\text{g}/\text{cm}^3$ 以下の条件で仕込み、焼成し粉砕することを特徴とする良焼結性 α アルミナの製造方法。
- [3] 焼成した後、粉砕前に水又は酸を用いて洗浄する請求項2に記載の良焼結性 α アルミナの製造方法。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2008/059522

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C01F7/44 (2006.01) i, C04B35/10 (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)

C01F7/44, C04B35/10

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2008

Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2008 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2008

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

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 6-144831 A (Showa Denko Kabushiki Kaisha), 24 May, 1994 (24.05.94), Claims; Par. Nos. [0008], [0010], [0011] (Family: none)	1-3
Y A	JP 59-78926 A (Mitsubishi Chemical Industries Ltd.), 08 May, 1984 (08.05.84), Page 3, upper left column, line 13 (Family: none)	1 2,3
A Y	JP 8-290914 A (Sumitomo Chemical Co., Ltd.), 05 November, 1996 (05.11.96), Par. Nos. [0044] to [0049] & US 6162413 A & EP 728700 A2	1 2,3

☒ 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
06 June, 2008 (06.06.08)Date of mailing of the international search report
17 June, 2008 (17.06.08)Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2008/059522

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y A	JP 3-93617 A (Showa Denko Kabushiki Kaisha), 18 April, 1991 (18.04.91), Table 1 (Family: none)	1 2, 3

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（I P C））

Int.Cl. C01F7/44(2006.01)i, C04B35/10(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（I P C））

Int.Cl. C01F7/44, C04B35/10

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	1 9 2 2 - 1 9 9 6 年
日本国公開実用新案公報	1 9 7 1 - 2 0 0 8 年
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 - 2 0 0 8 年
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 - 2 0 0 8 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）

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 請求の範囲の番号
Y	JP 6-144831 A（昭和電工株式会社）1994.05.24, 特許請求の範囲、 【0008】、【0010】、【0011】（ファミリーなし）	1-3
Y A	JP 59-78926 A（三菱化成工業株式会社）1984.05.08, 第3頁左上欄 13行目（ファミリーなし）	1 2,3
A Y	JP 8-290914 A（住友化学工業株式会社）1996.11.05, 【0044】 ～【0049】 & US 6162413 A & EP 728700 A2	1 2,3

☒ 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

0 6 . 0 6 . 2 0 0 8

国際調査報告の発送日

1 7 . 0 6 . 2 0 0 8

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁（I S A / J P）

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）

岡本 恵介

4 G

3 9 4 5

電話番号 0 3 - 3 5 8 1 - 1 1 0 1 内線 3 4 1 6

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 請求の範囲の番号
Y A	JP 3-93617 A (昭和電工株式会社) 1991.04.18, 第1表 (ファミリーなし)	1 2, 3