

【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26年10月30日(2014.10.30)

【公開番号】特開2012-211070(P2012-211070A)

【公開日】平成24年11月1日(2012.11.1)

【年通号数】公開・登録公報2012-045

【出願番号】特願2012-43206(P2012-43206)

【国際特許分類】

C 0 1 B 33/18 (2006.01)

【F I】

C 0 1 B 33/18 E

【手続補正書】

【提出日】平成26年9月10日(2014.9.10)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 2 2

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 0 2 2】

本発明の第 1 3 の観点は、第 1 0 の観点に基づく発明であって、更に造粒工程が、ヒュームドシリカを用いてシリカ質のゲルを生成させ、このシリカ質のゲルを乾燥して乾燥粉とし、この乾燥粉を粉碎した後、分級することにより平均粒径 D_{50} が $10 \sim 3000 \mu m$ のシリカ粉末を得る工程であるとき、得られる合成非晶質シリカ粉末の炭素濃度が $2 ppm$ 未満、塩素濃度が $2 ppm$ 未満であることを特徴とする。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 5 5

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 0 5 5】

第 2 の方法としては、有機系シリコン化合物としてテトラメトキシシラン $1 mol$ に対して、超純水 $0.5 \sim 3 mol$ 、エタノール $0.5 \sim 3 mol$ を準備する。準備した超純水、エタノールを容器内に入れ、窒素、アルゴン等の雰囲気にて、温度を $60^\circ C$ に保持して攪拌しながら、テトラメトキシシランを添加して加水分解させる。テトラメトキシシランを添加してから $5 \sim 120$ 分間、攪拌した後、テトラメトキシシラン $1 mol$ に対して $1 \sim 50 mol$ の超純水を更に添加し、 $1 \sim 12$ 時間攪拌を継続し、シリカ質のゲルを生成させる。このとき、攪拌速度は $100 \sim 300 rpm$ の範囲にするのが好ましい。次に、上記シリカ質のゲルを乾燥用容器に移しこれを乾燥機に入れ、乾燥機内に好ましくは $10 \sim 20 L/min$ の流量で窒素、アルゴン等を流しながら、 $200 \sim 300^\circ C$ の温度で $6 \sim 48$ 時間乾燥させて乾燥粉を得る。次に、この乾燥粉を乾燥機から取り出し、ロールクラッシャー等の粉碎機を用いて、粉碎する。ロールクラッシャーを用いる場合は、ロール隙間 $0.2 \sim 2.0 mm$ 、ロール回転数 $3 \sim 200 rpm$ に適宜調整して行う。最後に、粉碎した乾燥粉を振動フルイ等を用いて分級することにより、平均粒径 D_{50} が $10 \sim 3000 \mu m$ 、好ましくは $70 \sim 1300 \mu m$ のシリカ粉末が得られる。

【手続補正 3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 6 7

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0067】

<実施例2>

先ず、テトラメトキシシラン1molに対して、超純水1mol、エタノール1molを準備した。準備した超純水、エタノールを容器内に入れ、窒素雰囲気にて、温度を60に保持して攪拌しながら、テトラメトキシシランを添加して加水分解させた。テトラメトキシシランを添加してから60分間、攪拌した後、テトラメトキシシラン1molに対して25molの超純水を更に添加し、6時間攪拌を継続し、シリカ質のゲルを生成させた。このとき、攪拌速度は100rpmとした。次に、上記シリカ質のゲルを乾燥用容器に移しこれを乾燥機に入れ、乾燥機内に20L/minの流量で窒素を流しながら、200の温度で24時間乾燥させて乾燥粉を得た。この乾燥粉を乾燥機から取り出し、ロールクラッシャーを用いて粉碎した。このときロール隙間を0.2mm、ロール回転数を55rpmに調整して行った。粉碎した乾燥粉を目開き100 μ m及び目開き175 μ mの振動フルイを用いて分級し、平均粒径 D_{50} が135 μ mのシリカ粉末を得た。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0087

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0087】

<比較例3>

先ず、テトラメトキシシラン1molに対して、超純水1mol、エタノール1molを準備した。準備した超純水、エタノールを容器内に入れ、窒素雰囲気にて、温度を60に保持して攪拌しながら、テトラメトキシシランを添加して加水分解させた。テトラメトキシシランを添加してから60分間、攪拌した後、テトラメトキシシラン1molに対して25molの超純水を更に添加し、6時間攪拌を継続し、シリカ質のゲルを生成させた。このとき、攪拌速度は100rpmとした。次に、上記シリカ質のゲルを乾燥用容器に移しこれを乾燥機に入れ、乾燥機内に20L/minの流量で窒素を流しながら、200の温度で24時間乾燥させて乾燥粉を得た。この乾燥粉を乾燥機から取り出し、ロールクラッシャーを用いて粉碎した。このときロール隙間を0.2mm、ロール回転数を55rpmに調整して行った。粉碎した乾燥粉を目開き75 μ m及び目開き150 μ mの振動フルイを用いて分級し、平均粒径 D_{50} が126 μ mのシリカ粉末を得た。

【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0113

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0113】

<比較例10>

先ず、テトラメトキシシラン1molに対して、超純水1mol、エタノール1molを準備した。準備した超純水、エタノールを容器内に入れ、窒素雰囲気にて、温度を60に保持して攪拌しながら、テトラメトキシシランを添加して加水分解させた。テトラメトキシシランを添加してから60分間、攪拌した後、テトラメトキシシラン1molに対して25molの超純水を更に添加し、6時間攪拌を継続し、シリカ質のゲルを生成させた。このとき、攪拌速度は100rpmとした。次に、上記シリカ質のゲルを乾燥用容器に移しこれを乾燥機に入れ、乾燥機内に20L/minの流量で窒素を流しながら、200の温度で24時間乾燥させて乾燥粉を得た。この乾燥粉を乾燥機から取り出し、ロールクラッシャーを用いて粉碎した。このときロール隙間を0.6mm、ロール回転数を100rpmに調整して行った。粉碎した乾燥粉を目開き550 μ m及び目開き650 μ mの振動フルイを用いて分級し、平均粒径 D_{50} が590 μ mのシリカ粉末を得た。

【手続補正 6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0133

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0133】

上記、造粒した粉末を、石英製容器に入れて、大気雰囲気にて1400、72時間焼成を行い、平均粒径 D_{50} が625 μm のシリカ粉末を得た。

【手続補正 7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0142

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0142】

<実施例 10>

先ず、テトラメトキシシラン1molに対して、超純水0.5mol、エタノール0.5molを準備した。準備した超純水、エタノールを容器内に入れ、窒素雰囲気にて、温度を60に保持して攪拌しながら、テトラメトキシシランを添加して加水分解させた。テトラメトキシシランを添加してから120分間、攪拌した後、テトラメトキシシラン1molに対して20molの超純水を更に添加し、6時間攪拌を継続し、シリカ質のゲルを生成させた。このとき、攪拌速度は150rpmとした。次に、上記シリカ質のゲルを乾燥用容器に移しこれを乾燥機に入れ、乾燥機内に10L/minの流量で窒素を流しながら、250の温度で24時間乾燥させて乾燥粉を得た。この乾燥粉を乾燥機から取り出し、ロールクラッシャーを用いて粉碎した。このときロール隙間を0.2mm、ロール回転数を60rpmに調整して行った。粉碎した乾燥粉を目開き75 μm 及び目開き250 μm の振動フルイを用いて分級し、平均粒径 D_{50} が132 μm のシリカ粉末を得た。

【手続補正 8】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0178

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0178】

上記、造粒した粉末を、石英製容器に入れて、大気雰囲気にて1400、72時間焼成を行い、平均粒径 D_{50} が623 μm のシリカ粉末を得た。

【手続補正 9】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0187

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0187】

【表 2】

	シリカ粉末			球状化处理条件					
	原料	平均粒径D50 [μm]		高周波周波数 [MHz]	高周波出力A [kW]	Arガス流量 [L/min]	酸素流量 [L/min]	原料粉末供給速度B [kg/hr]	A/B [W·hr/kg]
		焼成前	焼成後						
実施例 5	ヒュームドシリカ	132	91	4	90	70	35	9.2	9.8×10^3
実施例 6	ヒュームドシリカ	136	95	4	100	60	55	12.7	7.9×10^3
実施例 7	ヒュームドシリカ	461	322	5	120	90	65	20.3	5.9×10^3
実施例 8	ヒュームドシリカ	895	625	5	180	110	130	55.4	3.2×10^3
実施例 9	四塩化珪素	143	98	4	100	60	55	10.6	9.4×10^3
実施例10	テトラメトキシシラン	132	91	4	100	60	60	10.8	9.3×10^3
比較例12	ヒュームドシリカ	132	92	4	120	55	110	10.4	1.2×10^4
比較例13	ヒュームドシリカ	139	97	4	120	70	130	41.5	2.9×10^3
比較例14	ヒュームドシリカ	146	102	3	90	35	60	36.2	2.5×10^3
比較例15	ヒュームドシリカ	132	99	3	60	25	75	21.1	2.8×10^3
比較例16	ヒュームドシリカ	456	319	4	40	25	30	1.7	2.4×10^3
比較例17	ヒュームドシリカ	442	308	4	40	30	40	13.6	2.9×10^3
比較例18	ヒュームドシリカ	891	623	2	30	25	20	2.2	1.4×10^4
比較例19	ヒュームドシリカ	877	614	2	30	15	50	11.3	2.7×10^3