

【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 28 年 4 月 28 日 (2016.4.28)

【公開番号】特開 2015-151304 (P2015-151304A)

【公開日】平成 27 年 8 月 24 日 (2015.8.24)

【年通号数】公開・登録公報 2015-053

【出願番号】特願 2014-26628 (P2014-26628)

【国際特許分類】

C 01 G 23/00 (2006.01)

B 01 J 3/00 (2006.01)

【F I】

C 01 G 23/00 C

B 01 J 3/00 B

【手続補正書】

【提出日】平成 28 年 3 月 9 日 (2016.3.9)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

S r 含有水溶液と T i 含有水溶液をそれぞれ調製する工程 A 1 と、
前記 S r 含有水溶液と、前記 T i 含有水溶液とを混合して混合溶液を調製する工程 B 1
と、

該混合溶液中に塩基性化合物を加えて前記混合溶液を塩基性に調整して反応液を調製する工程 C 1 と、

該反応液を 3 5 0 以上の亜臨界反応又は超臨界反応 させる工程 D 1 と、

該工程 D 1 を実施する前に、金属元素を含まない有機塩基性化合物と、カルボキシル基を有する両親媒性化合物とを前記 S r 含有水溶液、前記 T i 含有水溶液、前記混合溶液、又は前記反応液に加える工程 E 1 とを有し、

該工程 D 1 で用いる前記反応液の pH が 1 0 超であるチタン酸ストロンチウム微粒子の製造方法。

【請求項 2】

前記工程 D 1 を実施する前に塩基性物質又酸性物質を前記 S r 含有水溶液、前記 T i 含有水溶液、前記混合溶液、又は前記反応液に加える工程 F 1 を有する請求項 1 記載のチタン酸ストロンチウム微粒子の製造方法。

【請求項 3】

前記工程 D 1 で用いる前記反応液の pH が 1 1 以上である請求項 1 記載のチタン酸ストロンチウム微粒子の製造方法。

【請求項 4】

S r 含有水溶液と T i 含有水溶液をそれぞれ調製する工程 A 1 と、
前記 S r 含有水溶液と、前記 T i 含有水溶液とを混合して混合溶液を調製する工程 (B 1) と、

該混合溶液中に塩基性化合物を加えて前記混合溶液を塩基性に調整して反応液を調製する工程 C 1 と、

該反応液を亜臨界反応又は超臨界反応させる工程 D 1 と、

該工程 D 1 を実施する前に、金属元素を含まない有機塩基性化合物と、カルボキシル基

を有する両親媒性化合物とを前記 S r 含有水溶液，前記 T i 含有水溶液，前記混合溶液，又は前記反応液に加える工程 E 1 とを有し、

前記工程 C 1 において、前記塩基性化合物の電離度が 0.8 以上であり、

前記工程 D 1 で用いる前記反応液の前記塩基性化合物の濃度が 0.60 mol/l 以上であるチタン酸ストロンチウム微粒子の製造方法。

【請求項 5】

前記工程 D 1 で用いる前記反応液の前記塩基性化合物の濃度が 0.70 mol/l 以上である請求項 4 記載のチタン酸ストロンチウム微粒子の製造方法。

【請求項 6】

前記両親媒性化合物が炭素数 2 以上 20 以下の有機酸である請求項 1 ~ 5 いずれか 1 項記載のチタン酸ストロンチウム微粒子の製造方法。

【請求項 7】

前記両親媒性化合物が炭素数 10 以上 20 以下の有機酸である請求項 6 記載のチタン酸ストロンチウム微粒子の製造方法。

【請求項 8】

前記両親媒性化合物が、オレイン酸，デカン酸，ラウリン酸，ウンデセン酸，リノール酸、及びリノレン酸のうち少なくとも 1 種である請求項 7 記載のチタン酸ストロンチウム微粒子の製造方法。

【請求項 9】

前記有機塩基性化合物が、アミン化合物，アンモニア，ヒドラジン，及びこれらの誘導体のうち少なくとも 1 種である請求項 1 ~ 8 いずれか 1 項記載のチタン酸ストロンチウム微粒子の製造方法。

【請求項 10】

前記有機塩基性化合物が、ヒドラジン，ヒドラジン 1 水和物，オレイルアミン，及びヒドラジン誘導体のうち少なくとも 1 種である請求項 9 記載のチタン酸ストロンチウム微粒子の製造方法。

【請求項 11】

前記両親媒性化合物が、オレイン酸であり、前記有機塩基性化合物が、ヒドラジンである請求項 1 ~ 8 いずれか記載のチタン酸ストロンチウム微粒子の製造方法。

【請求項 12】

前記工程 D 1 で用いる前記反応液中において、前記 T i のモル数 X と、前記両親媒性化合物のモル数 Y と、前記有機塩基性化合物のモル数 Z が、 $0 < Y/X \leq 6$ 及び $0 \leq Z/X \leq 8$ を満足する請求項 1 ~ 11 いずれか 1 項記載のチタン酸ストロンチウム微粒子の製造方法。

【請求項 13】

前記 X と前記 Y と前記 Z が、 $1 \leq Y/X \leq 4$ を更に満足する請求項 12 記載のチタン酸ストロンチウム微粒子の製造方法。

【請求項 14】

前記 X と前記 Y と前記 Z が、 $0 \leq Z/X \leq 4$ を更に満足する請求項 13 記載のチタン酸ストロンチウム微粒子の製造方法。

【請求項 15】

前記工程 D 1 で用いる前記反応液中において、T i 成分の濃度が 0.1 mmol/L 以上 20 mmol/L 以下である請求項 1 ~ 14 いずれか 1 項記載のチタン酸ストロンチウム微粒子の製造方法。

【請求項 16】

前記工程 B 1 において、S r と T i のモル比 S r / T i が 1 以上となるように前記混合溶液を調製する請求項 1 ~ 15 いずれか 1 項記載のチタン酸ストロンチウム微粒子の製造方法。

【請求項 17】

前記工程 B 1 において、T i 成分の主成分としてルチル型 T i O₂ を含んでいない前記

Ti 含有水溶液を用いる請求項 1 ~ 16 いずれか 1 項記載のチタン酸ストロンチウム粒子の製造方法。

【請求項 18】

前記工程 A1 において、前記 Sr 含有水溶液が、ストロンチウムの酢酸塩、又は水酸化物もしくは硝酸塩を水に溶解させてなるものである請求項 1 ~ 17 いずれか 1 項記載のチタン酸ストロンチウム微粒子の製造方法。

【請求項 19】

前記工程 D1 で用いる前記反応液は、 $Ti(OH)_4$ 及び / 又は $HTiO_3^-$ イオンを Ti 成分の主成分として含んでなる請求項 1 ~ 18 いずれか 1 項記載のチタン酸ストロンチウム微粒子の製造方法。

【請求項 20】

前記工程 A1 において、前記 Ti 含有水溶液として四塩化チタン水溶液を調製する請求項 1 ~ 19 いずれか 1 項記載のチタン酸ストロンチウム微粒子の製造方法。

【請求項 21】

前記工程 C1 において、前記塩基性化合物が、水酸化ナトリウム又は水酸化カリウムである請求項 1 ~ 20 いずれか 1 項記載のチタン酸ストロンチウム微粒子の製造方法。

【請求項 22】

前記工程 C1 において、前記調整中に発生する固形物を粉碎する請求項 1 ~ 21 いずれか 1 項記載のチタン酸ストロンチウム微粒子の製造方法。

【請求項 23】

前記工程 D1 において、前記亜臨界反応又は前記超臨界反応における反応温度の保持時間が 10 分以内である請求項 1 ~ 22 いずれか 1 項記載のチタン酸ストロンチウム微粒子の製造方法。

【請求項 24】

請求項 1 ~ 23 いずれか 1 項記載のチタン酸ストロンチウム微粒子の製造方法により製造されてなり、形状が立方体若しくは直方体であるチタン酸ストロンチウム微粒子。

【請求項 25】

前記立方体若しくは直方体の表面に露出されている結晶面は、85%以上が $\{100\}$ 面である請求項 24 記載のチタン酸ストロンチウム微粒子。

【請求項 26】

前記立方体若しくは直方体の 1 辺の長さが、10 nm 以上 500 nm 以下である請求項 24 又は 25 いずれか 1 項記載のチタン酸ストロンチウム微粒子。