

【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 25 年 9 月 5 日 (2013.9.5)

【公表番号】特表 2010-517902 (P2010-517902A)

【公表日】平成 22 年 5 月 27 日 (2010.5.27)

【年通号数】公開・登録公報 2010-021

【出願番号】特願 2009-547657 (P2009-547657)

【国際特許分類】

C 01 G 41/00 (2006.01)

【FI】

C 01 G 41/00 B

【誤訳訂正書】

【提出日】平成 25 年 7 月 16 日 (2013.7.16)

【誤訳訂正 1】

【訂正対象書類名】特許請求の範囲

【訂正対象項目名】全文

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

ミキサーセトラ装置中で、直接、タングステン装入有機相をアンモニア含有水性溶液で再抽出することによりパラタングステン酸アンモニウム水和物を連続的に製造する方法において、該再抽出を、 NH_3 の W に対する物質質量比 0.83 ~ 1.30 及びタングステン装入有機相のアンモニア含有水性溶液に対する供給体積比 5 ~ 25 で実施することを特徴とする、ミキサーセトラ装置中で、直接タングステン装入有機相をアンモニア含有水性溶液で再抽出することによりパラタングステン酸アンモニウム水和物を連続的に製造する方法。

【請求項 2】

再抽出を、 NH_3 の W に対する物質質量比 0.85 ~ 0.95 及びタングステン装入有機相のアンモニア含有水性溶液に対する供給体積比 10 ~ 15 で実施する、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

ミキサー中での再抽出を、パラタングステン酸アンモニウム水和物の固体濃度が、ミキサー中のアンモニア含有水性相に対して 100 ~ 1200 g / l に設定されるように実施する、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 4】

ミキサー中での攪拌速度を、ミキサー中で有機相とアンモニア含有水性相との不均一な分布が達成されるように調整する、請求項 1 から 3 までのいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 5】

タングステン装入有機相及びアンモニア含有水性溶液をミキサーの下半分に計量供給し、かつ、生じた 3 相混合物をミキサーの上部領域及び下部領域から組み合わせて取り出すことで、ミキサー中でのタングステン装入有機相とアンモニア含有水性溶液との定常状態の比を 1 : 5 ~ 1 : 70 の間に調整する、請求項 1 から 4 までのいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 6】

攪拌装置を備えたセトラ装置中で、攪拌下で相混合物を分離し、かつ攪拌装置の回転数を、パラタングステン酸アンモニウム水和物の沈降の際と一緒に連行された有機相が分離するよう調整し、その際、ミキサーからの相混合物を、セトラ装置の有機相と水性相との間の

相境界領域中に導入する、請求項 1 から 5 までのいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 7】

相分離後に生じた母液の量をミキサー中に供給することで、ミキサー中のパラタングステン酸アンモニウム水和物の固体濃度を $100 \sim 1200 \text{ g/l}$ に調整する、請求項 1 から 6 までのいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 8】

再抽出のためのタングステン装入有機相及びアンモニア含有水性溶液の供給速度を、ミキサー中の有機相の滞留時間が少なくとも 1 分であり、かつ、ミキサー中のアンモニア含有水性相の滞在時間が 3 時間を上回るよう調整され、その際、有機相の滞留時間は、ミキサー中の有機相の体積 (1) とタングステン装入有機相の供給速度 (1/時間) との比の 60 倍であり、かつアンモニア含有水性相の滞留時間は、ミキサー中のアンモニア含有水性相の体積 (1) とアンモニア含有水性溶液の供給速度 (1/時間) との比であるように選択される、請求項 1 から 7 までのいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 9】

少なくとも 75% が少なくとも $200 \mu\text{m}$ の長さを有する結晶から成り、この場合、該結晶の長さとの比が 4.5 未満 : 1 である、パラタングステン酸アンモニウム十水和物。

【請求項 10】

少なくとも 1.7 g/cm^3 のかさ密度を有する、請求項 9 に記載のパラタングステン酸アンモニウム十水和物。

【請求項 11】

結晶の少なくとも 75% が $200 \sim 1000 \mu\text{m}$ の長さを有する、請求項 9 に記載のパラタングステン酸アンモニウム十水和物。

【請求項 12】

結晶の少なくとも 75% が $300 \sim 400 \mu\text{m}$ の長さ及び 3.0 : 1 ~ 3.5 : 1 の長さとの比を示す、請求項 9 に記載のパラタングステン酸アンモニウム十水和物。

【請求項 13】

生成物の全量に対して少なくとも 99.99% の純度を示す、請求項 9 から 12 までのいずれか 1 項に記載のパラタングステン酸アンモニウム十水和物。

【誤訳訂正 2】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0011

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0011】

タングステン化合物の後続の液-液抽出及び引き続いての NH_3 溶液での再抽出を含む W-含有濃縮物の消化を介しての APW の製造方法は、DEAS-1,150,962 に記載されている。さらにここでは、タングステンを、タングステン含有消化溶液から分離するために、有機性アミン相 (第 3 級アルキルアミン) を使用する。この方法によれば、付属の例からもわかるように、 $23 \sim 27 \text{ g/l}$ のタングステン装入有機アミン相を用いて、沈降装置中で長い塔状の形で装入し、かつ 5 ~ 29% 濃度の NH_3 溶液を滴加することによって再抽出する。再抽出は、実施態様に依存して出発溶液の NH_3 : W - 物質比が 3.6 : 1 ~ 50.1 : 1 であり、かつ、有機相 (OP) と水性 NH_3 溶液との比が 2.1 : 1 ~ 5.5 : 1 で実施する。引き続いて生じる APW 生成物を濾過し、かつ乾燥させる。この方法による再抽出の実施は、微結晶の針状 $\text{APW} \times 10\text{H}_2\text{O}$ 生成物を導き、この場合、この生成物は、表面に付着している OP 及び 1.0 g/cm^3 を下回る狭いかさ密度を有する。図 2 では、この方法により製造された生成物の走査電子顕微鏡写真 (REM) を表す。生成物の化学分析は、 $5000 \sim 10000 \text{ ppm}$ の炭素不純物の高い割合を示す。この理由から、この材料はさらなる加工工程のために適切ではない。さらに、再抽出の際の相分離は、前記文献 (Auslegeschrift) で記載したように、長時間に亘る放置後にのみ生じ

る。これは生成物の微結晶の特徴に起因する。再抽出の際に使用された NH_3 : W 物質質量比により生じた母液の高い W 含量に基づいて、この方法における結晶化収率はせいぜい 65 % (前記刊行物、試験 4) である。そのため劣悪な生成物の質、劣悪な相分離並びに低い結晶化収率が導かれ、この方法は今日まで使用されなかった。

【誤訳訂正 3】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0020

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0020】

本発明は、ミキサーセトラ装置中で、タングステン装入有機相 (OP) をアンモニア含有水性溶液 (AP) で直接再抽出することにより、APW を連続的に製造する方法に関し、この場合、この方法は、 NH_3 : W 物質質量比を 0.83 ~ 1.30、好ましくは 0.85 ~ 0.95、出発材料の再抽出を OP : AP 供給体積比 5 ~ 25、好ましくは 10 ~ 15 で実施することを特徴とする。

【誤訳訂正 4】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0024

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0024】

相分離は、好ましくは、攪拌装置を備えた後続のセトラ装置中で、ゆっくりとした攪拌下で実施し、その際、攪拌装置の回転数は、沈降の際に APW と一緒に連行された OP を APW 相から分離する程度に調整する。ミキサーからの相混合物は、好ましくはセトラの OP : AP 相境界領域中に導入する。

【誤訳訂正 5】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0027

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0027】

本発明による方法の好ましい実施態様の着想は、タングステン装入有機相を用いての再抽出の際に、ミキサーの高さの上方に有機相と水性相との間の不均一な分散を設定し、出発材料の選択された供給比並びに抽出装置中に装入された材料流中のアンモニアとタングステンとの選択された物質質量比を調整し、かつ抽出装置中で水性相及び有機相の選択された滞留時間を確立することから成る。

【誤訳訂正 6】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0028

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0028】

驚くべきことに、低い NH_3 : W - 物質質量比での再抽出の実施、不均一な相分散の際のミキサー中の定常状態の相混合物中の水性相の高い割合並びに高い APW 固体量が、高純度の粗粒 APW - 生成物を導くことが明らかになった。

【誤訳訂正 7】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0030

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【 0 0 3 0 】

本発明による方法の実施は、好ましくはミキサー装置中、該装置は調整可能な攪拌装置及び組み合わされた生成物取り出しを備えており、その際、生成物取り出しは上部領域、好ましくは自由な溢流を介して及び下部領域、好ましくは攪拌領域からのものである、並びにセトラ装置中、該装置は、ゆっくり動く低速攪拌装置（Kraelwerk）を備えている、で実施する。

【誤訳訂正 8】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0 0 3 3

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【 0 0 3 3 】

したがって、0 . 8 3 を下回る NH_3 : W - 物質 量比は、さらに再抽出収率および相分離を劣悪にするばかりでなく、OPと接触する装置部分での堆積物形成を招く。1 . 3 0 を上回る NH_3 : W 物質 量比は、結晶化収率の減少及び生成物純度の劣化を招く。

【誤訳訂正 9】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0 0 3 8

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【 0 0 3 8 】

本発明による方法の好ましい変法において、相分離後にセトラ中で生じる水性相（母液）の量をミキサー中に返送することで、ミキサー中のAPW - 固体濃度を1 0 0 ~ 1 2 0 0 g / l、好ましくは5 0 0 ~ 8 0 0 g / l に調整する。

【誤訳訂正 1 0】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0 0 4 5

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【 0 0 4 5 】

さらに、ゆっくりとした攪拌下での相混合物の分離は、分離時間の顕著な減少及びこれに伴うセトラ中での空時収量の増大を招く。

【誤訳訂正 1 1】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0 0 4 7

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【 0 0 4 7 】

さらに本発明は、新規のパラタングステン酸アンモニウム十水和物に関し、この場合、この水和物は少なくとも7 5 %が、少なくとも2 0 0 μm の長さを有する結晶から構成され、該結晶は4 . 5 未満 : 1 の長さとの比を有する。このような生成物は、前記方法によって製造することができる。公知生成物とは対照的に、この生成物は極めて粗粒で、より少ない不純物量を有し、かつより簡単に加工することができる。

【誤訳訂正 1 2】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0 0 5 6

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【 0 0 5 6 】

攪拌装置（2）、じゃま板（3）を備えた攪拌容器（1）（さらにミキサーともいう）

(容量：250 l、直径：600 mm、傾斜翼攪拌装置：6翼、直径：300 mm、4個のじゃま板)の攪拌領域に、導管A、B及びCを介して連続的に400 l/hのW装入OP及び調整された量のNH₃-溶液を計量供給した。導管Bを介して水を導入した。OPのW-濃度及びNH₃溶液のNH₃濃度を、インラインで自動的に測定した。NH₃-溶液の計量供給は、0.90に設定されたNH₃：W-物質質量比により自動的に調整した。OP/(NH₃溶液+水)-供給比は15：1に調整し、かつNH₃-供給導管(A)中への水流(B)により同様に自動的に調整した。

【誤訳訂正13】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0057

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0057】

OPの体積流(平均W装入量：62.0 g/l)を一定に調整した。NH₃-溶液の体積流は、OPの体積流に依存して、瞬時に測定されたW-及びNH₃-濃度及び設定されたNH₃：W-物質質量比に調整した。H₂O-体積流は、NH₃-溶液の体積流及び出発材料の計量供給比に依存して調整した。ミキサー(1)中の温度は50に調整し、かつ出発材料溶液の温度により調整した。

【誤訳訂正14】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0058

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0058】

ミキサー(1)中で生じた3相混合物のセトラー(6)への移送は、容器の攪拌領域から、排出(5)及び導管Dを介して、並びに、容器の自由な溢流(4)及び導管Eを介して実施した。

【誤訳訂正15】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0059

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0059】

ミキサー(1)中の定常状態のOP/AP比 1/8及び水性相(NH₃-溶液+母液+水)に対する定常状態の固体濃度 750 g/lを、攪拌回転数(210 rpm)、下部ミキサー領域からの相混合物排出(50 l/h)及びミキサー(1)へのセトラー(6)からの水性相(母液)の返送(20 l/h)により調整した。ミキサー(1)中のAPの滞留時間は、ミキサー中の定常状態のAP量に対して4.8時間であり、かつミキサー中の定常状態のOP量に対するOPの滞留時間は4.2分であった。相混合物は低速攪拌装置(7)を備えたセトラー(6)(容量：600 l、直径：750 mm(形状：半分から先が円錐状の形をしたもの；壁周囲を走行するアンカーを備えた低速攪拌装置(傾斜した形をしたもの)中で分離した。低速攪拌装置の回転数は15 rpmに調整した。取り除かれたOPは、セトラーの溢流により導管Fを介して分離され、水で洗浄し、かつ液-液抽出の装入工程に返送した。1314 g/lのAPW-固体含量を有する生成物懸濁液を、セトラー(6)の下部範囲から導管Gを介して、濾過前の緩衝容器としての、攪拌装置(9)及びじゃま板(10)を備えた中間容器(8)中に移送し、さらに水性APW-懸濁液を導管Hを介してフィルター(11)中に移送し、かつAPW×10 H₂Oを少量の水で洗浄し、これによって母液を排除した。この生成物をヌッチェから取り出し、引き続いて50で乾燥させ、かつ特性決定をおこなった。

【誤訳訂正16】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0063

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0063】

1 容器、 2 攪拌装置、 3 じゃま板、 4 溢流、 5 排出、 6 セトラ
二、 7 低速攪拌装置、 8 中間容器、 9 攪拌装置、 10 じゃま板、 11
フィルター、 A 導管、 B 導管、 C 導管、 D 導管、 E 導管、 F
導管、 G 導管、 H 導管、 I 導管、 J 導管