I809870

(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公告本　**(11)證書號數：TW I809870 B**

(45)公告日： 中華民國 112 (2023) 年 07 月 21 日

(21)申請案號：111118055　(22)申請日： 中華民國 111 (2022) 年 05 月 13 日

(51)Int. Cl.：　*C01G23/047 (2006.01)*　*C01G23/07 (2006.01)*

(30)優先權：2021/05/17　日本　2021-083292

(71)申請人：日商昭和電工股份有限公司 (日本) SHOWA DENKO K. K.　(JP)
日本

(72)發明人：古本祥康 FURUMOTO, YOSHIYASU (JP)；鹿山進 KAYAMA, SUSUMU (JP)；小古井久雄 KOGOI, HISAO (JP)

(74)代理人：林志剛

(56)參考文獻：

CN　1703372A　JP　S50-25919B1

審查人員：馮俊璋

申請專利範圍項數：19 項　圖式數：4　共 52 頁

(54)名稱

氧化鈦粒子及其製造方法

(57)摘要

本發明為提供一種均一性及進而分散性優異，且粗大粒子少之氧化鈦粒子及其製造方法，以及包含該氧化鈦之漿料、分散體，及組成物及介電質原料。本發明之氧化鈦粒子係在藉由雷射繞射・散射分析法所測定之氧化鈦粒子的 D90(LD)/D50(LD)為超過 1.0 且為 2.0 以下，且相對於以電場放射型掃瞄型電子顯微鏡觀察之一次粒子的 D50 (SEM)，超過 D50(SEM)的 16 倍之粗大粒子濃度(個數基準)為 20ppm 以下。該製造係將原料氣體與氧化性氣體導入反應管使其反應時，於反應管內壁設置吹驅媒介的吹出口，將吹驅媒介從反應管內壁的吹出角度與吹驅媒介的吹出流速(B)，以吹驅媒介沿著反應管內壁旋轉的方式導入。

專利案號：111118055

公告本

I809870

【發明摘要】

【中文發明名稱】

氧化鈦粒子及其製造方法

【中文】

本發明為提供一種均一性及進而分散性優異，且粗大粒子少之氧化鈦粒子及其製造方法，以及包含該氧化鈦之漿料、分散體，及組成物及介電質原料。本發明之氧化鈦粒子係在藉由雷射繞射・散射分析法所測定之氧化鈦粒子的D90(LD)/D50(LD)為超過1.0且為2.0以下，且相對於以電場放射型掃瞄型電子顯微鏡觀察之一次粒子的D50(SEM)，超過D50(SEM)的16倍之粗大粒子濃度(個數基準)為20ppm以下。該製造係將原料氣體與氧化性氣體導入反應管使其反應時，於反應管內壁設置吹驅媒介的吹出口，將吹驅媒介從反應管內壁的吹出角度與吹驅媒介的吹出流速(B)，以吹驅媒介沿著反應管內壁旋轉的方式導入。

【指定代表圖】無

【代表圖之符號簡單說明】無

【特徵化學式】無

【發明說明書】

【中文發明名稱】

氧化鈦粒子及其製造方法

【技術領域】

【0001】本發明係關於氧化鈦粒子及其製造方法，以及包含氧化鈦粒子之漿料、分散體、組成物及介電質原料。

【先前技術】

【0002】氧化鈦之工業的應用領域極為廣泛，將對化妝品、紫外線遮蔽材、聚矽氧橡膠的添加劑作為代表，於近年來，光觸媒、太陽能電池、介電質原料、Li離子電池用電極材原料等用途種類繁多。尚，「氧化鈦」於日本工業規格(JIS)中雖記載為二氧化鈦，作為一般名，由於廣泛使用氧化鈦，故於本說明書，將二氧化鈦(TiO_2)簡稱為氧化鈦。

【0003】最近，氧化鈦尤其是高性能之介電質原料，例如作為$BaTiO_3$的原料正受到注目。$BaTiO_3$係於加熱下藉由以下反應獲得。

$$BaCO_3+TiO_2\rightarrow BaTiO_3+CO_2$$

上述的反應為固相反應，那時，首先可說是於高溫，分解$BaCO_3$，生成BaO，BaO擴散固溶TiO_2粒子中，而成為$BaTiO_3$。據此，$BaTiO_3$粒子之大小變成由TiO_2粒子的大

小決定。於近年來，伴隨積層陶瓷電容器的小型化，介電層的薄層化已成為課題，因此，$BaTiO_3$粒子之微粒化及均一化變得不可或缺。又，存在較介電層厚度更大之$BaTiO_3$粒子時，於積層陶瓷電容器內產生短路，導致機器的故障。據此，較佳為$BaTiO_3$的原料即TiO_2的微粒化及均一化為必要，並且未包含粗大之TiO_2粒子。於其他用途，同樣，氧化鈦粒子已尋求微粒化及均一化，又，以未包含粗大粒子者較佳。

【0004】氧化鈦的製造法大致上可分為水解四氯化鈦或硫酸鈦之液相法、與將四氯化鈦與氧或水蒸氣於高溫使其反應之氣相法。

【0005】液相法可於比較溫和的條件下製造氧化鈦，雖有容易得到微細之一次粒子的優點，由於氧化鈦以溶膠或漿料的狀態獲得，於此狀態使用時，有限定用途的問題。為了將該溶膠或漿料作為氧化鈦粒子使用，有必要乾燥，乾燥後一般而言凝聚變激烈。如此，凝聚激烈的氧化鈦粒子有粒度分布變不均一的問題。又，亦有使進行乾燥所得之該氧化鈦粒子分散在溶媒時之分散性不良的問題。分散性不良時，為了上述之$BaTiO_3$的生成，混合原料時，氧化鈦粒子與其他原料無法充分混合，於原料成分產生偏在，於反應時引起不均一成長，產生品質的變異。

【0006】另一方面，藉由氣相法時，藉由調整溫度等的製造條件，可調整生成之氧化鈦的一次粒子徑。又，於氣相法，由於未使用溶媒，氧化鈦作為粉末獲得，產生於

液相法所列舉之問題少。進而，於氣相法，由於以較液相法比較高的溫度進行反應，故有所得之氧化鈦的結晶性高的特長。

【0007】惟，於氣相法，由於以較液相法更高的溫度進行反應，在導入反應管內或是冷卻媒介後之冷卻管內，溫度過高或是氧化鈦粒子之滯留時間過長等，氧化鈦粒子所受到的熱量較大時，導致氧化鈦粒子彼此的燒結過度進行，且難以得到氧化鈦的微粒子，粒度分布亦變不均一。為了避免氧化鈦彼此的燒結，過度降低反應區域的溫度時，氧化鈦的核生成無法充分進行，難以得到微粒子，或是僅得到結晶性低之氧化鈦。另一方面，藉由冷卻媒介，藉由立即冷卻反應氣體，可抑制氧化鈦彼此的燒結，得到微粒子之氧化鈦。冷卻無法立即進行時或有冷卻不均時，粒子彼此的燒結產生不均一，難以得到均一之氧化鈦微粒子。

【0008】專利文獻1中記載有一種氧化鈦粒子的製造方法，其特徵為將均一之氧化鈦粒子藉由氣相法獲得作為目的，於鹵化鈦氣體與氧化性氣體以特定的條件進行反應。

【0009】又，專利文獻2中記載一種氧化鈦粒子的製造方法，其特徵為將無粗大粒子之均一的氧化鈦粒子藉由氣相法獲得作為目的，並藉由使$TiCl_4$蒸氣及氧化劑進行反應，將氧化劑於層流對反應管導入，抑制對反應管之水垢形成，直徑較100nm更大之金屬氧化物的粒子少。

[先前技術文獻]

[專利文獻]

【0010】

[專利文獻1]日本特開2006-265094號公報

[專利文獻2]日本特開2005-209877號公報

【發明內容】

[發明欲解決之課題]

【0011】如上述，雖期望均一性及分散性優異之氧化鈦粒子，與藉由液相法所得之氧化鈦粒子相比較，於氣相法，有均一性及分散性優異之優點。因此，本發明者們，雖研究根據氣相法，製造氧化鈦粒子，並製造更均一性及進而分散性亦優異之氧化鈦粒子，於氣相法，判斷即使製造均一性及分散性優異之氧化鈦微粒子，有氧化鈦粒子顯著粗大化的情況，有無法避免對氧化鈦微粒子之粗大粒子的混入的問題。

【0012】本發明係解決上述之問題點而完成者，本發明之課題為提供一種在氣相法，均一性及進而分散性亦優異且粗大粒子少之氧化鈦微粒子及其製造方法，以及包含該氧化鈦粒子之漿料、分散體，及組成物及介電質原料。

[用以解決課題之手段]

【0013】本發明者們鑑於上述課題努力研究的結果，發現於專利文獻1，有關對反應管壁之氧化鈦的附著，未

採取對策，有產生對反應管壁之氧化鈦的附著的情況、藉由對反應管壁之氧化鈦粉的附著滯留，包含燒結已進展之粗大粒子的情況，於專利文獻2，由於必須縮小氧化劑氣體的雷諾數(Reynolds number)，故有原料混合性不良，轉化率低的情況或粒徑容易變不均一等，產生生產性或品質上的課題的情況，而且在反應管內，在使含有四氯化鈦及惰性氣體之氣體及含有氧化性氣體之氣體進行反應，製造氧化鈦粒子之步驟，藉由將含有四氯化鈦之氣體及含有氧化性氣體之氣體分別導入反應管，使其反應後，並以特定的條件，沿著管壁，導入吹驅媒介，可製造抑制對管壁之粉的附著，且均一性及較佳為分散性亦優異且粗大粒子少之氧化鈦粒子，而完成本發明。

【0014】根據本發明，雖至少提供下述的態樣，但並非被限定於此等者。

(態樣1)

一種氧化鈦粒子，其係在藉由雷射繞射・散射分析法所測定之氧化鈦粒子的D90(LD)/D50(LD)為超過1.0且為2.0以下，且相對於以電場放射型掃瞄型電子顯微鏡觀察之一次粒子的D50(SEM)，超過D50(SEM)的16倍之粗大粒子濃度(個數基準)為20ppm以下。

(態樣2)

如態樣1所記載之氧化鈦粒子，其中，以電場放射型

掃瞄型電子顯微鏡觀察之氧化鈦粒子在一次粒子之D90(SEM)/D50(SEM)為超過1.0且為2.0以下。

(態樣3)

如態樣1或2所記載之氧化鈦粒子，其中，以電場放射型掃瞄型電子顯微鏡觀察之氧化鈦粒子在一次粒子之[D90(SEM)-D10(SEM)]/D50(SEM)為0.82以下。

(態樣4)

如態樣1～3中任一項所記載之氧化鈦粒子，其中，以電場放射型掃瞄型電子顯微鏡觀察之氧化鈦粒子在一次粒子之D99(SEM)/D50(SEM)為超過1.0且為2.0以下。

(態樣5)

如態樣1～4中任一項所記載之氧化鈦粒子，其中，在藉由動態光散射法所測定之氧化鈦粒子的D90(DLS)/D50(DLS)為超過1.0且為2.0以下。

(態樣6)

如態樣1～5中任一項所記載之氧化鈦粒子，其中，藉由動態光散射法所測定之氧化鈦粒子在一次粒子之D90(DLS)與在以電場放射型掃瞄型電子顯微鏡觀察之氧化鈦粒子的D90(SEM)之比，即D90(DLS)/D90(SEM)為2.2以下。

(態樣7)

如態樣1～6中任一項所記載之氧化鈦粒子，其中，在藉由雷射繞射・散射分析法所測定之氧化鈦粒子的D90(LD)為3000nm以下。

(態樣8)

如態樣1～7中任一項所記載之氧化鈦粒子，其中，在藉由動態光散射法所測定之氧化鈦粒子的D90(DLS)及以電場放射型掃瞄型電子顯微鏡觀察的氧化鈦粒子之一次粒子的D90(SEM)為200nm以下，D50(SEM)為10～150nm。

(態樣9)

如態樣1～8中任一項所記載之氧化鈦粒子，其中，銳鈦礦含有率為70%以上。

(態樣10)

如態樣1～9中任一項所記載之氧化鈦粒子，其中，BET比表面積為5～200m^2/g。

(態樣11)

如態樣1～10中任一項所記載之氧化鈦粒子，其中，藉由硝酸銀電位差滴定法所測定之氧化鈦粒子的Cl含量為0.2%以下。

(態樣12)

如態樣1～11中任一項所記載之氧化鈦粒子，其中，Na、Al、S、Fe、Ni、Cr、Nb及Zr的含量分別為10質量ppm以下，Si及C的含量分別為500質量ppm以下。

(態樣13)

一種氧化鈦粒子的製造方法，其係在藉由將含有四氯化鈦及惰性氣體之原料氣體、與含有氧氣及水蒸氣的至少1種以及惰性氣體之氧化性氣體導入反應管，使其反應後進行冷卻，製造氧化鈦粒子之步驟，於反應管內壁設置吹驅媒介的吹出口，以將吹驅媒介沿著反應管內壁旋轉的方式導入，並在投影在相對於反應管的軸線為垂直之反應管的橫截面的面，對於連結吹驅媒介的吹出口與反應管中心軸線的線，吹驅媒介從反應管內壁的吹出角度α為50°以上，吹驅媒介的吹出流速(B)為35m/s以上。

(態樣14)

如態樣13所記載之氧化鈦粒子的製造方法，其中，在投影在包含反應管的軸線之反應管的縱截面的面，對於反應管的軸線方向，吹驅媒介從反應管內壁的吹出角度β係將反應氣體流的順行側作為0°，為60°以上。

(態樣15)

如態樣13或14所記載之氧化鈦粒子的製造方法，其中，將由反應管內之原料氣體與氧化性氣體所形成之反應氣體的流速定為A，將吹驅媒介的吹出流速定為B時，以B/A成為0.5以上的方式導入吹驅媒介。

(態樣16)

一種包含如態樣1～12中任一項所記載之氧化鈦粒子的漿料。

(態樣17)

一種包含如態樣1～12中任一項所記載之氧化鈦粒子的分散體。

(態樣18)

一種包含如態樣1～12中任一項所記載之氧化鈦粒子的組成物。

(態樣19)

一種包含如態樣1～12中任一項所記載之氧化鈦粒子的介電質原料。

[發明效果]

【0015】根據本發明，可提供一種均一性，再更佳為分散性優異，且粗大粒子少之氧化鈦粒子及其製造方法，

以及包含該氧化鈦之漿料、分散體，及組成物及介電質原料。

【圖式簡單說明】

【0016】

[圖1]圖1(a)(b)為本發明的氧化鈦粒子之顯微鏡照片。

[圖2]圖2係說明在本發明之氧化鈦粒子的製造方法之第1步驟的合適例之示意圖。

[圖3]圖3係說明在本發明之氧化鈦粒子的製造方法之第1步驟的合適例之示意橫截面圖。

[圖4]圖4係說明在本發明之氧化鈦粒子的製造方法之第1步驟的合適例之示意縱截面圖。

【實施方式】

【0017】在本說明書之各種測定值的數值除非另有說明，此外，只要前後文不會表明不同的含義，定義之數值考量有效數字來決定。例如0ppm為未滿0.5ppm的意義。

【0018】在本說明書，在D10(SEM)、D50(SEM)、D90(SEM)、D99(SEM)、D50(LD)、D90(LD)、D50(DLS)、D90(DLS)之D10、D50、D90及D99，係意指將數、體積、質量、莫耳數等作為基準，來自在個別的積算粒度分布之粒度小者的基準量的積算合計值分別為全積算值之10%、50%、90%及99%時之粒度(粒子徑)，SEM表示電場放射型掃瞄型電子顯微鏡，LD表示雷射繞射・散射分析法，

DLS表示藉由動態光散射法之測定。

【0019】在如本發明之微粒子領域，如後述，個別進行SEM觀察、雷射繞射・散射分析法測定、動態光散射法測定，有關氧化鈦粒子之均一性・分散性，則期望綜合性判斷。

【0020】

[氧化鈦粒子]

在本發明之一實施形態的氧化鈦粒子，其特徵為藉由雷射繞射・散射分析法所測定之氧化鈦粒子的D90(LD)/D50(LD)為超過1.0且為2.0以下，且超過D50(SEM)的16倍之粗大粒子濃度(個數基準)為20ppm以下的氧化鈦粒子。該氧化鈦粒子係均一性及分散性優異，可適合藉由後述之氧化鈦粒子的製造方法製造。

【0021】若藉由雷射繞射・散射分析法所測定之氧化鈦粒子的D90(LD)/D50(LD)為超過1.0且為2.0以下，氧化鈦粒子之粒度係均一性優異，較佳為1.8以下，更佳為1.6以下，最佳為1.5以下。若為2.0以下，由於粒度分布均一故較佳。又，可為1.1以上。

超過D50(SEM)的16倍之粗大粒子濃度為20ppm以下時，氧化鈦粒子之粗大粒子較少。粒度均一且粗大粒子少之氧化鈦粒子，由於氧化鈦粒子所要求之品質及均一性更高，故在對化妝品、紫外線遮蔽材、聚矽氧橡膠之添加劑、光觸媒、太陽能電池、介電質原料、Li離子電池用電極材原料等之廣泛用途為優異且有用。

【0022】

・藉由雷射繞射・散射法之D50(LD)、D90(LD)

氧化鈦粒子一般而言，多數形成凝聚該一次粒子之二次粒子。在氧化鈦粒子之凝聚狀態(一次粒子及二次粒子之集合體)的粒度D50及D90藉由雷射繞射式粒度分布裝置測定(在本說明書，將上述D50及D90分別稱為D50(LD)及D90(LD))。尚，粒子之粒度分布的測定法中，藉由「超微粒子手冊」齋藤進六監修，富士技術系統，p93，(1990)時，雖有沉降法、顯微鏡法、雷射繞射・散射分析法(光散射法)、直接計數法等，但其中，沉降法、直接計數法可測定之粒徑為數百nm以上，不適合測定粒徑為100nm以下之微粒子的粒度分布。又，顯微鏡法亦有因對象試料的取樣或試料之前處理，而變動測定值的情況，無法說是較佳之測定法。對此，雷射繞射・散射分析法(光散射法)可於數nm～數μm的範圍測定粒徑，適合在微粒子的測定。有關藉由雷射繞射・散射分析法(光散射法)之粒度分布的測定順序之細節，在實施例說明。

【0023】在本發明之一實施形態的氧化鈦粒子之D50(LD)，較佳為1000nm以下，更佳為500nm以下。D50(LD)相當於溶解在溶媒時之實效徑(凝聚徑)，越是更細微之數值顯示越良好之分散性。

【0024】又，D90(LD)之值若小，則判斷氧化鈦粒子之凝聚力弱小，對於溶媒顯示良好之分散性。在本發明之一實施形態的氧化鈦粒子之D90(LD)較佳為3000nm以下，

更佳為2000nm以下，再更佳為1000nm以下，又再更佳為600nm以下。

【0025】

・藉由電場放射型掃瞄型電子顯微鏡的氧化鈦粒子之一次粒子的D10(SEM)、D50(SEM)、D90(SEM)、D99(SEM)

在本發明之一實施形態的以電場放射型掃瞄型電子顯微鏡觀察的氧化鈦粒子之一次粒子的D90(SEM)/D50(SEM)，較佳為超過1.0且為2.0以下。為超過1.0且為2.0以下時，即使在經漿料化、分散之氧化鈦粒子，粒度的均一性亦可優異。從同樣的觀點來看，D90(SEM)/D50(SEM)較佳為超過1.2，更佳為1.3以上、1.4以上，進而為1.5以上。有關測定順序的細節，在實施例說明。

【0026】在本發明之一實施形態的以電場放射型掃瞄型電子顯微鏡觀察的氧化鈦粒子之一次粒子的D99(SEM)/D50(SEM)之值若小，則判斷為具有均一之一次粒子的粒度分布。氧化鈦粒子之D99(SEM)/D50(SEM)之值為超過1.0且為2.0以下，較佳可為1.9以下，更佳可為1.8以下，最佳可為1.7以下。若為2.0以下，由於粒度分布均一故較佳。又，可為1.1以上。

【0027】如上述，作為關於較D50(SEM)更大之粒子的粒度分布之均一性的指標，雖使用D90(SEM)/D50(SEM)，但作為評估包含從較D50(SEM)更細微之粒子至較大之粒子為止的粒度分布全體的均一性的指標，有使用[D90(SEM)-D10(SEM)]/D50(SEM)的情況，在本揭示亦

可適用，值越小，越能判斷具有均一之粒度分布。在本發明之一實施形態的[D90(SEM)-D10(SEM)]/D50(SEM)，較佳為0.82以下，更佳為0.80以下。進而，[D90(SEM)-D10(SEM)]/D50(SEM)可為0.75以下、0.71以下。

【0028】在本發明之一實施形態的氧化鈦粒子之D50(SEM)，較佳為10～100nm，更佳為10～50nm，再更佳為10～30nm。這般的氧化鈦粒子適合在尋求亞微米的粒子徑之光觸媒、太陽能電池、介電質等之用途。

【0029】又，D90(SEM)之值小時，由於較D90(SEM)更大的粒子之數有限，在本發明之一實施形態的氧化鈦粒子之D90(SEM)較佳為200nm以下，更佳為100nm以下，再更佳為50nm以下。

【0030】

・藉由動態光散射法之D50(DLS)、D90(DLS)

解碎成為測定對象之氧化鈦粒子，藉由動態光散射法，測定氧化鈦粒子之D50及D90(在本說明書，將上述D50及D90分別稱為D50(DLS)及D90(DLS))。D50(DLS)及D90(DLS)係藉由動態光散射法粒度分布裝置測定。於此所謂解碎，係指不破壞一次粒子，分離二次粒子之處理，與破壞一次粒子之粉碎處理不同。此經解碎處理之粒子的粒度分布雖為表示二次粒子之解碎性及分散性的指標，但反映一次粒子彼此的鍵結狀態或凝聚粒子之易於解開性。

【0031】解碎處理雖可用與粉碎處理類似之方法(尤其是球磨機處理)進行，但為了不破壞一次粒子，分離二

次粒子，而調整球的尺寸及重量、處理時間。藉由動態光散射法之D50(DLS)、D90(DLS)係於氧化鈦粒子100g加入純水300ml，作為分散劑，加入每一氧化鈦重量之5%的聚羧酸型高分子分散劑(丙烯酸聚合物100%銨鹽)作為漿料，並將此漿料置入1L球磨機容器(聚丙烯製、尺寸φ92mm×198mm)，加入1.2kg之氧化鋯球0.5mmφ(NIKKATO製YTZ球)，載放在球磨機的架台，並以7rpm旋轉72小時，而得到解碎後之氧化鈦漿料。將如此進行所得之氧化鈦漿料藉由動態光散射法粒度分布測定裝置，測定粒度分布(體積積算粒度分布)。粒度分布測定裝置中，例如可使用大塚電子製之ELS-Z等。尚，在解碎處理，產生粉碎時，由於藉由粉碎，縮小漿料中之氧化鈦的一次粒子徑，增加BET比表面積(m^2/g)，將解碎處理後之漿料於100℃以下使其乾燥所得之氧化鈦粉末以BET比表面積測定裝置測定所得之BET比表面積，與解碎處理前之氧化鈦粉末的BET比表面積比較，可確認無顯著性差異。於此，所謂顯著性差異，係指解碎處理前後之氧化鈦粉末的BET比表面積之差超過測定時之變異性偏差的範疇之差。BET比表面積測定裝置中例如可使用MOUNTECH製比表面積測定裝置(Macsorb)等。測定順序之細節在實施例說明。

【0032】D90(DLS)/D50(DLS)之值若小，由於判斷為氧化鈦粒子具有均一之粒度分布，故在本發明之一實施形態的氧化鈦粒子之D90(DLS)/D50(DLS)較佳為超過1.0且為2.0以下，更佳為1.8以下，再更佳為1.7以下，最佳為1.6

以下。若為2.0以下，由於粒度分布均一故較佳。又，可為1.1以上。

【0033】D90(DLS)之值若小，由於判斷為氧化鈦粒子之凝聚力弱化，解碎性良好，故在本發明之一實施形態的氧化鈦粒子之D90(DLS)，較佳為500nm以下，更佳為300nm以下，再更佳為200nm以下，最佳為100nm。

【0034】在本發明之一實施形態的D90(DLS)及D90(SEM)的兩方之值，較佳為200nm以下，更佳為100nm以下。在本發明之一實施形態的D90(DLS)/D90(SEM)之值較佳為2.2以下，亦可為1.1以上且為2.0以下。為2.2以下時，顯示易於解開2次粒子之比例多，使用在積層陶瓷電容器之介電質時，難以產生短路。D90(DLS)/D90(SEM)之值更佳為2.1以下，再更佳為2.0以下。

【0035】在本發明之一實施形態的氧化鈦粒子之D50(DLS)，較佳為10～150nm，更佳為10～100nm，再更佳為10～65nm。D50(DLS)越小，有對於親和性溶媒越良好分散的傾向。

【0036】

・氧化鈦粗大粒子之粒子濃度

在氧化鈦粒子之粗大粒子，係藉由以電場放射型掃瞄型電子顯微鏡(SEM)測定之一次粒子的尺寸來定義，氧化鈦粗大粒子的含量亦藉由電場放射型掃瞄型電子顯微鏡測定。測定順序之細節記載於實施例。

【0037】粗大之一次粒子與凝聚粒子(二次粒子)應以

外觀區別，例如粗大之粒子定為如圖1(a)的中央部所示之外觀。如圖1(b)般集中細微之一次粒子所構成之粒子視為凝聚粒子，不計算為粗大粒子。難以判別粗大之粒子或凝聚粒子時，期望提高觀察倍率至容易判別的程度。

【0038】在本說明書，所謂氧化鈦的粗大粒子，係指以上述之測定方法測定之一次粒子徑超過D50(SEM)的16倍之粒子。在本發明之一實施形態的氧化鈦粒子，係超過D50(SEM)的16倍之粒子濃度(個數基準)為20ppm以下之氧化鈦粒子，更佳為10ppm以下，再更佳為5ppm以下。

【0039】積層陶瓷電容器的介電質厚度據說最先端者小於1μm，一實施形態的氧化鈦，期望盡可能不包含特定尺寸以上之粒子。一般在積層陶瓷電容器內部的介電層，於包含粗大之粒子的介電質層，與未包含粗大之粒子的介電質層相比較，有降低絕緣電阻的傾向，變容易產生因絕緣不良導致之故障(短路)。如此，所謂特定尺寸以上之粗大粒子的含有濃度小，在氧化鈦的各式各樣用途可為較佳的特性。

【0040】

・銳鈦礦含有率

如專利文獻1所記載，在光電氣化學活性，氧化鈦較佳為銳鈦礦型。在本發明之一實施形態的氧化鈦之銳鈦礦含有率(莫耳基準)較佳為70%以上，更佳為75%以上，再更佳為95%以上。若為70%以上，由於充分發揮光電氣化學活性故較佳。於此，所謂銳鈦礦含有率，係指在氧化鈦

中之銳鈦礦型結晶的含有率。

【0041】

・BET比表面積

在本發明之一實施形態的氧化鈦粒子之BET比表面積(m^2/g)，從得到均一性及分散性優異之氧化鈦粒子的觀點來看，較佳為5～200m^2/g，更佳為10～150m^2/g，再更佳為20～100m^2/g。若BET比表面積較5m^2/g更大，則得到微粒子故較佳。若BET比表面積較200m^2/g更小，由於得到合適之BET比表面積者故較佳。

【0042】

・氯(Cl)含量

若在本發明之一實施形態的氧化鈦粒子之Cl(氯原子)濃度為0.20質量%以下，將該氧化鈦粒子作為原料使用的情況下，於後步驟成為問題的情況較少故較佳。例如將Cl濃度超過0.20質量%之氧化鈦粒子使用在$BaTiO_3$等之原料時，於燒成時成為通量(Flux)的原因。經熔融之通量(Flux)容易局部化，於該經局部化的部分，凝聚增多，於與其他部分之間，品質產生變異。又，凝聚粒子時，亦有成為$BaTiO_3$粒子之結晶成長，成為異常粒子，降低$BaTiO_3$的介電特性的情況。從該觀點來看，在氧化鈦粒子中之Cl含量，更佳為0.15質量%以下，再更佳為0.10質量%以下。

【0043】

・其他雜質的含量

在本發明之一實施形態的氧化鈦粒子之Na、Al、S、

Fe、Ni、Cr、Nb及Zr的含量，較佳為分別為50質量ppm以下，更佳為10質量ppm以下。又，氧化鈦粒子中之Si及C的含量較佳為分別為500質量ppm以下，更佳為100質量ppm以下。如此若減少雜質，將該氧化鈦作為原料使用的情況下，於後步驟成為問題的情況少。例如將氧化鈦粒子作為原料，得到介電質時，藉由雜質的存在，抑制介電特性變惡化。又，將該氧化鈦粒子使用在光觸媒或太陽能電池的用途時，防止或抑制藉由因Fe導致之著色的透明性的降低，又，防止或抑制因起因於Al、S等之格子缺陷導致之作為光觸媒或太陽能電池之機能的降低。

【0044】本揭示之氧化鈦粒子較佳為氧化鈦的含量為99.0質量%以上，更佳為99.9質量%以上。藉此，提高純度，因如上述之雜質導致之影響小。

【0045】

[漿料、分散體、組成物及介電質原料]

在本發明之一實施形態的漿料、分散體、組成物及介電質原料包含前述之氧化鈦粒子。漿料雖為於液體中混合粒子的混合物，但多數被稱為黏性強之(成為黏稠)流動物。分散體一般廣義而言可說是於液體中分散固體粒子而成之混合物，為包含低濃度者。組成物係指由複數種成分所構成之組成物。介電質原料係指用以製造介電質之原料。一實施形態之漿料、分散體、組成物及介電質原料，適合在光觸媒用途或太陽能電池用途、介電質用途等。尚，包含氧化鈦粒子之漿料、分散體、組成物之其他用途

為公知。使用本揭示之氧化鈦粒子，製造漿料、分散體、組成物及介電質原料之方法可使用公知之方法。在本發明之一實施形態的一實施形態之包含氧化鈦粒子之漿料、分散體、組成物及介電質原料，由於未包含粗大粒子，故可成為最終製品之均一性、品質優異。尤其是在積層陶瓷電容器之介電質的薄膜化，未包含粗大粒子，防止短路，有助於品質提昇。於積層陶瓷電容器之1例，期望盡可能減少為0.7μm以上，進而為0.5μm以上之粗大粒子。

【0046】

[氧化鈦粒子的製造方法]

表示本發明之一實施形態之氧化鈦粒子的製造方法。

在本發明之一實施形態的製造方法，係將在藉由將含有四氯化鈦及惰性氣體之原料氣體(G1)、與含有氧氣及水蒸氣之至少1種以及惰性氣體之氧化性氣體(G2)，導入反應管，使其反應後進行冷卻，來製造氧化鈦粒子之步驟，於反應管內壁設置吹驅媒介的吹出口，以將吹驅媒介沿著反應管內壁進行旋轉的方式導入，並在投影在相對於反應管的軸線為垂直之反應管的橫截面的面，對於連結吹驅媒介的吹出口與反應管中心軸線的線，吹驅媒介從反應管內壁的吹出角度α為50°以上，吹驅媒介的吹出流速(B)為35m/s以上作為特徵。

【0047】藉由將吹驅媒介從反應管內壁的吹出角度α定為50°以上，將吹驅媒介的吹出流速(B)定為35m/s以上，在反應管，可將吹驅媒介以沿著反應管壁的方式一邊

旋轉一邊導入，促進於反應管壁附近之吹驅媒介層的形成，可防止於管壁面附著滯留氧化鈦粉，並可抑制氧化鈦的燒結。

【0048】於以下，更詳細描述本發明之一實施形態之氧化鈦粒子的製造方法。

(原料氣體G1)

原料氣體G1係含有四氯化鈦及惰性氣體。四氯化鈦的供給速度從經濟性的觀點來看，較佳為100mol/hr以上，更佳為200mol/hr以上。從抑制藉由反應熱之燒結粒成長的觀點來看，較佳為5000mol/hr以下，更佳為3000mol/hr以下，再更佳為2000mol/hr以下。在原料氣體G1中，相對於四氯化鈦1mol之惰性氣體的含量，從將所得之氧化鈦粒子的粒徑抑制在小的觀點來看，較佳為0.01mol以上，更佳為0.1mol以上，再更佳為1mol以上。又，從促進反應的觀點來看，較佳為50mol以下，更佳為10mol以下，再更佳為5mol以下。作為此惰性氣體，雖可列舉氮氣體、氦氣體、氬氣氣體等，但從經濟上的觀點來看，較佳為氮氣體。G1較佳為加熱(預熱)至600℃以上且未滿1,200℃後，導入反應管，更佳為700℃以上且未滿1200℃，再更佳為800℃以上且未滿1200℃。

【0049】

(氧化性氣體G2)

氧化性氣體G2含有氧氣及水蒸氣的至少1種與惰性氣

體。氧化性氣體G2中之氧化性氣體及水蒸氣的合計量相對於原料氣體G1中之四氯化鈦1莫耳，較佳為2～150莫耳，更佳為2～50莫耳，再更佳為2～15莫耳。增加氧化性氣體G2的量時，除了增加核產生數，變容易得到超微粒子之外，為了縮短高溫滯留時間，而提昇一次粒子徑的均一性。超過150莫耳時，生產性惡化。另一方面，相對於四氯化鈦1莫耳，氧化性氣體及水蒸氣的至少1種成為未滿2莫耳時，成為氧缺陷多之氧化鈦，導致著色。含有惰性氣體之氧化性氣體G2中之氧氣及水蒸氣的至少1種之比例較佳為80～99.5莫耳%，更佳為90～99.5莫耳%。G2較佳為加熱(預熱)至600℃以上且未滿1,200℃後，導入反應管。惰性氣體較佳為與於原料氣體G1之項所說明者為相同者。更佳為與原料氣體G1中為相同之惰性氣體。

【0050】

(反應管)

為了使原料氣體、氧化性氣體、吹驅媒介、反應氣體的流動成為均一，反應管雖可為橫型的反應管，但較佳為圓形截面之縱型的反應管，更佳為從經加熱之反應管的上端，將經預熱之原料氣體與氧化性氣體從個別的供給管，朝向反應管的下方導入，並從反應管的側面，將吹驅媒介導入沿著反應管壁的方向，可將吹驅媒介以沿著反應管壁的方式旋轉者。對於反應管之吹驅媒介的導入方向，較佳為上述之角度α為50°以上，且後述之角度β為60°以上。反應管所導入之原料氣體與氧化性氣體、其混合氣體之反應

氣體，雖將反應管朝向下方流動，但藉由導入冷卻媒介等，冷卻反應氣體，使反應停止。冷卻氣體的導入角度雖可為相對於反應氣體的流動，為垂直，朝向反應管之圓形截面的中心者，但並非一定為此角度。冷卻後之氧化鈦粒子與殘留之氣體，於反應管的下部對外部排出。尚，於反應氣體可包含反應生成物之氧化鈦。

【0051】原料氣體G1及氧化性氣體G2雖從反應管的入口(端面側)，導入反應管的軸線方向，但反應管入口(反應管的端面或橫截面)的截面積(S1)與原料氣體G1及氧化性氣體G2之導入管出口的截面積的總和(S2)之比(S1/S2)，較佳為1以上7.0以下。藉由成為此範圍，可將反應區域的溫度或高溫帶域時間成為接近均一。於此，反應管入口的截面積(S1)為包含原料氣體G1及氧化性氣體G2之導入管出口的截面積(S2)的截面積。比(S1/S2)再更佳為1以上2.5以下、1以上2.0以下、1以上1.5以下。從導入管所供給之原料氣體G1及氧化性氣體G2雖於反應管內混合進行反應，但為了使氧化鈦粒子之成長成為均一，較佳為將反應區域的溫度或高溫帶域時間接近均一。從反應管的端面側，導入原料氣體G1及氧化性氣體G2的情況下，無法想像反應管截面積(S1)較原料導入管的截面積總和(S2)更小(S1/S2<1)的情況。S1/S2超過2.5時，由於對於氣體的流動之對垂直方向之擴散的影響增大，故有一次粒子徑成為不均一的情況。對於反應管，原料氣體G1及氧化性氣體G2分別導入反應管內之氣體流動方向雖較佳，但並未被限

定。以往，S1/S2超過2.5時，雖認為將一次粒子徑成為均一困難，但根據本實施形態，即使超過2.5的條件，藉由調整吹驅媒介的角度等，可製作粗大粒子少之氧化鈦粒子。

【0052】

(反應溫度及反應時間)

導入原料氣體G1及氧化性氣體G2之反應區域內的溫度，較佳為800℃以上且未滿1,200℃，更佳為800℃以上且未滿1,100℃。反應區域的溫度若為800℃以上，由於反應充分進行，且氧化鈦粒子的粒度分布成為均一，提高結晶性故較佳。藉由提高反應區域溫度，與混合同時結束反應，可增進均一核產生，且可縮小反應區域。另一方面，反應管內溫度若未滿1,200℃，粒子成長適度進行，並得到微粒子故較佳。

【0053】反應區域中之原料氣體G1及氧化性氣體G2雙方滯留在800℃以上且未滿1,200℃之高溫的時間，較佳為0.1秒以下，更佳為0.03秒以下，再更佳為0.02秒以下。若為0.1秒以下，不會引起過度的粒成長故較佳。未冷卻反應氣體，增長於高溫域之滯留時間時，有導致氧化鈦粒子粒成長，又，有導致粒子之燒結進行的情況。

【0054】導入反應管內之原料氣體G1及氧化性氣體G2，以事前加熱(預熱)至較佳為600℃以上且未滿1,200℃，更佳為800℃以上且未滿1,200℃，再更佳為800℃以上且未滿1,100℃後，導入反應管內較佳。藉此，可更精

密控制反應時之原料氣體G1及氧化性氣體G2的溫度及反應時間、製造之氧化鈦粒子的粒徑分布。

【0055】又，接著反應管的反應區域後在冷卻區域，存在超過500℃的溫度域時，可引起粒子彼此的燒結。因此，於500℃以上之區域的滯留時間，較佳為1秒以下，更佳為0.5秒以下，再更佳為0.3秒以下。若為1秒以下，不引起過度的粒成長故較佳。

【0056】

(原料氣體、氧化性氣體及反應氣體的流量及流速)

原料氣體及氧化性氣體的流速可由來自反應管的入口之導入速度(流量)與反應管的截面積計算。原料氣體G1與氧化性氣體G2的反應後的反應氣體流的反應管的流量(m^3/s)，可由原料氣體G1及氧化性氣體G2的流量、與反應式計算。反應管內的反應氣體流的流速(A)(m/s)簡單而言，假定原料氣體與氧化性氣體立即反應下，亦可由原料氣體與氧化性氣體的反應後的反應氣體流的流量(m^3/s)的合計、與反應管的橫截面積(m^2)計算。

【0057】反應氣體流的流速(A)(m/s)，較佳為1m/s以上，更佳為10m/s以上，再更佳為20m/s以上。流速未滿1m/s時，有反應氣體流之滯留時間變長，促進氧化鈦的過度燒結及粗大化之虞。

【0058】

(吹驅媒介)

作為吹驅媒介，亦適合採用導入空氣或氮氣體、一氧

化碳等之氣體之方法，或噴霧水之方法等。吹驅媒介較佳為0℃～100℃，再更佳為10℃～90℃。又，較佳為不超過後述之冷卻媒介的溫度。藉由為此溫度範圍，不會對因冷卻媒介導致之冷卻效果帶來不良影響。

【0059】

(吹驅方法)

經生成之氧化鈦粒子附著滯留在反應管內壁時，藉由燒結粒成長而粗大化，脫離該內壁進行混入時，可成為粒度分布不均一化的原因。因此，藉由於反應管內壁或是反應管上部設置吹驅媒介的吹出口，一邊將吹驅媒介以沿著反應管壁的方式進行旋轉，一邊導入，藉由防止促成於反應管壁附近之吹驅媒介層的形成，並於管壁面附著滯留氧化鈦粒子，抑制氧化鈦粒子之燒結。吹驅媒介藉由連續性的或斷續性導入，可期待防止氧化鈦之附著的效果。又，吹驅孔之設置數較佳為設置複數個點。又，吹驅媒介的吹出口的形狀中，可成為單孔或狹縫的形狀。

【0060】

(吹驅媒介的吹出的條件(方向及流速等))

於本發明，將於反應管內壁設置吹驅媒介的吹出口，將吹驅媒介以沿著反應管壁進行旋轉的方式導入作為特徵。於反應管，藉由吹驅媒介旋轉反應管內壁附近，可期待防止對反應管壁面之氧化鈦粒子的附著。

【0061】對於反應氣體流，吹驅媒介以吹出方向不接近反應管內壁時，無法保持旋轉流，無法期待對反應管壁

面之氧化鈦附著防止的有效的效果。

【0062】在本發明之吹驅媒介的吹出方向，在對相對於反應氣體的流動方向(反應管的軸線方向)為垂直之反應管的橫截面之投影面，將相對於連結吹驅媒介的吹出口與反應管中心軸線之線，將吹出(吹驅媒介的吹出口的軸線方向之)吹驅媒介的角度α(參照圖3)定為50°以上。於此，角度α係在對反應管的橫截面之投影面，吹出口對於反應管所設定之角度，將吹驅媒介定為從吹出口，與吹出角度一致者。吹驅媒介從吹出口吹出後，由於與反應氣體流合流，流動反應管的橫截面內之方向雖可變化，但角度α為將吹驅媒介以吹出口的設定方向決定之角度。藉由角度α為50°以上，較佳為得到可使吹驅媒介接近反應管內壁旋轉，防止對反應管壁面之氧化鈦的附著的效果。角度α較佳為60°以上。角度α一般而言為未滿90°。

【0063】又，在對包含反應管的軸線方向(反應氣體的流動方向)之反應管的縱截面之投影面，將吹驅媒介向反應管內吹出之方向，可為相對於反應管的軸線(反應氣體的流動方向)為垂直之方向(若為縱型反應管，為水平方向)，相對於此反應管的軸線為垂直之吹出方向(於縱型反應管，為水平方向)雖較佳，但可從於反應管的軸線為垂直之吹出方向，朝向反應氣體的流動方向傾斜。向與反應氣體的流動方向相反的方向吹出雖並非不可，但由於可能引起反應氣體的逆流。在對反應管的縱截面之投影面，相對於反應管的軸線方向，吹驅媒介的吹出角度β(參照圖

4)，係將反應管的軸線方向的反應氣體的流動方向側作為0°，較佳為60°以上(相對於反應管的橫截面，為30°以下之傾斜角度)，更佳為70°以上，進而亦可為80°以上。又，上述吹出角度β特佳為90°以下。若為這般的角度，由於可防止對反應管壁面之氧化鈦附著的效果優異故較佳。

【0064】對於反應管之吹驅媒介之吹出口的設置點，只要吹驅媒介能沿著反應管內壁旋轉即可，在對反應管的橫截面之投影面，雖可為1個點，但較佳為2個點或其以上，更佳為3個點或其以上，亦可為4個點或其以上。一般而言，反應管的橫截面圍繞外周一周的吹出口之數係角度α越大，且吹驅媒介的流速越大，則越小。又，吹驅媒介之吹出口之設置點在對反應管的縱截面之投影，於反應管的軸線方向雖可為1段，但較佳為2段或其以上之段，亦可為3段或其以上之段。又，吹驅媒介的吹出口在對反應管的縱截面之投影，在軸線方向之1或2以上的相同橫截面內有複數個點雖較佳，但可於反應管的內壁配置成螺旋狀，不一定需要在相同橫截面內有複數個點。

【0065】吹驅媒介的吹出口，以可設置在從反應區域中之原料氣體導入部附近至冷卻區域前方為止，較佳為進一步亦設置在冷卻區域，在此等之區域，以形成沿著反應管內壁之吹驅媒介的旋轉流的方式進行較佳。

【0066】吹驅媒介的吹出流速(B)為了防止經生成之氧化鈦粒子附著在反應管壁，故為35m/s以上，較佳為50m/s以上，更佳為60m/s以上。若為35m/s以上，可期待

於管壁面之旋轉變充分，對管壁面之氧化鈦附著防止之更為良好的效果。於此，吹驅媒介的吹出之流速(B)定為將吹驅氣體流量(m^3/s)以吹出口之截面積除者(單位為m/s)。

【0067】將由反應管內之原料氣體與氧化性氣體所形成之反應氣體的流速(A)定為A，將吹驅媒介的吹出流速(B)定為B時，B/A較佳為定為0.5以上，更佳為1.0以上，再更佳為3.0以上，最佳為5.0以上。相對於垂直方向流動之反應氣體的流速(A)，對旋轉方向吹出之吹驅媒介的吹出流速(B)未滿0.5時，無法充分得到對旋轉方向之向量，吹驅媒介難以旋轉，故難以得到均一之粒子。

【0068】

(冷卻媒介)

作為冷卻媒介，亦適合採用導入空氣或氮氣體、一氧化碳等之氣體之方法，或噴霧水之方法等。冷卻媒介較佳為0℃～100℃，再更佳為10℃～90℃。藉由為此溫度範圍，冷卻效果高。

【0069】冷卻媒介的吹出的條件(方向及流速等)

於本發明，將於反應管內壁設置吹驅媒介的吹出口，將吹驅媒介與吹出反應氣體混合，冷卻反應氣體。

【0070】對於反應氣體流，冷卻媒介以吹出方向不接近反應管中心時，無法混合，無法期待充分之冷卻效果。

【0071】在本發明之冷卻媒介的吹出方向，在對相對於反應氣體的流動方向(反應管的軸線方向)為垂直之反應管的橫截面之投影面，將相對於連結冷卻媒介的吹出口與

反應管中心軸線之線，將吹出(冷卻媒介的吹出口的軸線方向之)冷卻媒介的角度γ(參照圖3)定為0°以上且未滿50°。於此，角度γ係在對反應管的橫截面之投影面，吹出口對於反應管所設定之角度，將冷卻媒介定為從吹出口，與吹出角度一致者。冷卻媒介從吹出口吹出後，由於與反應氣體流合流，流動反應管的橫截面內之方向雖可變化，但角度γ以冷卻媒介吹出口的設定方向決定。藉由角度γ為0°以上且未滿50°，較佳為得到可使冷卻媒介流動至反應管中心附近，與反應氣體充分混合之冷卻效果。角度γ較佳為未滿30°。

【0072】又，在對包含反應管的軸線方向(反應氣體的流動方向)之反應管的縱截面之投影面，將冷卻媒介向反應管內吹出之方向，可為相對於反應管的軸線(反應氣體的流動方向)為垂直之方向(若為縱型反應管，為水平方向)，相對於此反應管的軸線為垂直之吹出方向(於縱型反應管，為水平方向)雖較佳，但可從於反應管的軸線為垂直之吹出方向，朝向反應氣體的流動方向傾斜。向與反應氣體的流動方向相反的方向吹出雖並非不可，但由於可能引起反應氣體的逆流故不希望。在對反應管的縱截面之投影面，相對於反應管的軸線方向，吹驅媒介所吹出的角度δ(參照圖4)，係將反應管的軸線方向的反應氣體的流動方向側作為0°，例如較佳為60°以上(相對於反應管的橫截面，為30°以下之傾斜角度)，更佳為70°以上，進而亦可為80°以上。又，上述吹出角度δ特佳為90°以下。若為這般

的角度，由於冷卻效果優異故較佳。

【0073】將從反應管內之原料氣體導入口至冷卻媒介吹出口為止稱為反應區域，將從冷卻媒介的吹出口至排出口側稱為冷卻區域。冷卻媒介吹出口為複數個時，將從反應管內之原料氣體導入口至最初之冷卻媒介吹出口為止稱為反應區域，將從最初之冷卻媒介的吹出口至排出口側稱為冷卻區域。

【0074】對於反應管之冷卻媒介吹出口的設置點，只要冷卻媒介能與反應氣體混合即可，在對反應管的橫截面之投影面，雖可為1個點，但亦可為2個點或其以上。又，冷卻媒介吹出口之設置點在對反應管的縱截面之投影面，於反應管的軸線方向雖可為1段，但較佳為2段或其以上之段，亦可為3段或其以上之段。又，冷卻媒介吹出口較佳為在對反應管的縱截面之投影面，在軸線方向之1或2以上的相同橫截面內有複數個點。

【0075】

表示吹驅方法之示意圖

圖2～4表示第1步驟(反應步驟)之合適的實施形態之示意圖。

圖2係將反應管1從側面所看到之縱截面圖(包含反應管的軸線之縱截面圖)。首先，於反應管1內導入原料氣體G1及氧化性氣體G2。此時，較佳為以對反應管1內之原料氣體G1及氧化性氣體G2之導入後的反應區域1’內溫度成為指定溫度範圍內的方式，先預先加熱反應區域1’。於此

反應管1內，指定時間滯留反應氣體(根據原料氣體G1及氧化性氣體G2)。又，於反應管1的管壁設置吹驅媒介吹出口5，連續性或是斷續性導入吹驅媒介。進而，將冷卻媒介從冷卻媒介吹出口3吹出，急冷包含原料氣體及氧化性氣體之反應氣體，並將反應生成物之粗氧化鈦粒子與冷卻媒介一起從冷卻區域2流出。藉此，可適合製造粗氧化鈦粒子。所得之粗氧化鈦粒子被送至第2步驟(脫氯步驟)。

【0076】圖3係將反應管1從上方(原料氣體G1及氧化性氣體G2的導入側)所看到之橫截面圖(相對於反應管的軸線為垂直之橫截面圖)，將由反應管1之吹驅媒介吹出口5導入之吹驅媒介P、與由冷卻媒介吹出口3導入之冷卻媒介Q以箭頭表示。將吹驅媒介的吹出角度定為α，將冷卻媒介的吹出角度定為γ。

【0077】圖4係將反應管1從側面所看到之縱截面圖(包含反應管的軸線之縱截面圖)，將由反應管1之吹驅媒介吹出口5導入之吹驅媒介P、與由冷卻媒介吹出口3導入之冷卻媒介Q以箭頭表示。將吹驅媒介的吹出角度定為β，將冷卻媒介的吹出角度定為δ。

【0078】吹驅媒介的旋轉流藉由將反應管的管壁附近以特定的條件進行旋轉，可有效防止使氧化鈦粒子附著並滯留在管壁，來進行粒成長。又，吹驅媒介之旋轉流較佳為不僅反應區域，亦形成在冷卻區域。

【0079】如上述，反應裝置代表性雖為於垂直型從上對下流動原料氣體G1、氧化性氣體G2、反應氣體R之形

式，但反應裝置的型式與此不同的情況下，因應此點，修正上述之旋轉角度的求出方式。又，吹驅媒介P的導入方向雖亦無必要與上述相同，但對於反應氣體R的流動之吹驅媒介P之旋轉的角度β與上述相同即可。

【0080】

(脫氯處理)

如上述般進行製造之粗氧化鈦，較佳為進行脫氯處理。藉由氧化鈦之加熱的脫氯，較佳為以水與氧化鈦的質量比(=水蒸氣的質量/氧化鈦的質量；以下相同)成為0.01以上的方式，一邊於氧化鈦粒子接觸水蒸氣，一邊加熱至加熱溫度200℃以上550℃以下來進行。更佳為水與氧化鈦的質量比為0.04以上，加熱溫度為250℃以上450℃以下。加熱溫度超過550℃時，進行氧化鈦粒子之燒結，一次粒子徑不均一化。加熱溫度低於200℃時，極端降低脫氯的效率。為了抑制粒成長並且實現脫氯化，較佳為亦控制水與氧化鈦的質量比，水與氧化鈦的質量比若為0.01以上，承認有抑制粒成長的效果，較佳為0.01以上1以下，更佳為0.05以上2以下，再更佳為0.2以上1.8以下。

【0081】與氧化鈦接觸之水蒸氣，較佳為與具有效率良好地將從氧化鈦分離之氯移動至系統外的功能之氣體例如空氣混合使用。使用空氣時，水蒸氣較佳為於空氣包含0.1容量%以上，再更佳為5容量%以上，特佳為10容量%以上80容量%以下。包含水蒸氣之空氣較佳為加熱至200℃以上1,000℃以下，更佳為450℃以上850℃以下。

【0082】在氧化鈦之脫氯，作為將從氧化鈦去除之氯移動至系統外之方法，將脫氯所使用之容器的內部進行減壓之方法亦有效果。容器內部之減壓度較佳為0.5kPa以上。再更佳為0.5kPa以上3.5kPa以下。於此所謂減壓度，表示經減壓之容器內的壓力與大氣壓之差壓。

【0083】藉由本實施形態之氧化鈦粒子由於在粒子內部幾乎不存在氯，可用水洗等去除之粒子表面氯有大半，亦可以濕式進行低氯化。濕式脫氯方法中，例如可列舉使氧化鈦粒子懸濁在純水，將轉移至液相之氯藉由超濾膜、逆浸透膜、壓濾機等，分離至系統外之方法。

【0084】

・銳鈦礦含有率

在氧化鈦的反應，於反應步驟之溫度越高，銳鈦礦含有率變越低，雖容易產生金紅石轉移，但可藉由反應後之冷卻媒介的導入，並藉由調整氧化鈦所承受之熱量，來調整銳鈦礦含有率。又，過度降低於反應步驟之溫度時，反應無法結束，導致所得之氧化鈦的結晶性低下。

【0085】

・雜質濃度

由於原料之四氯化鈦所包含之雜質越少，越減少氧化鈦中之雜質，故較佳為使用雜質少之高純度的四氯化鈦。

【0086】

・BET比表面積

在氧化鈦的反應，於反應步驟之溫度越高，越容易進

行氧化鈦彼此的燒結，並降低BET比表面積。作為提昇BET比表面積的手段，可列舉藉由對反應場之稀釋氣體的導入或冷卻，來抑制燒結。

[實施例]

【0087】以下，雖對實施例及比較例進行具體說明，但本發明並非被限定於此等者。

【0088】尚，有關氧化鈦粒子之物性的測定方法係如以下。

(1)銳鈦礦含有率

在氧化鈦粒子中之銳鈦礦型結晶的含量(銳鈦礦含有率)係藉由粉末X光繞射法測定。亦即，有關乾燥之氧化鈦粒子，使用PANalytical公司製「X'pertPRO」作為測定裝置，並使用銅靶，使用Cu-Kα1線，以管電壓45kV、管電流40mA、測定範圍2θ=10～80deg、取樣寬度0.0167deg、掃瞄速度0.0192deg/s的條件進行X光繞射測定。求出對應銳鈦礦型結晶之最大峰值的峰值高度(Ha)、對應板鈦礦型結晶之最大峰值的峰值高度(Hb)，及對應金紅石型結晶之最大峰值的峰值高度(Hr)，藉由以下之計算式，求出在氧化鈦粒子中之銳鈦礦型結晶的含量(銳鈦礦含有率)。

銳鈦礦含有率(%)={Ha/(Ha+Hb+Hr)}×100

【0089】

(2)BET比表面積

氧化鈦粒子之BET比表面積(m^2/g)係以MOUNTECH製比表面積測定裝置(Macsorb)測定。測定用氣體中使用氮。

【0090】

(3)氯(Cl)含量

藉由硝酸銀電位差滴定法，測定氧化鈦粒子中之Cl含量。亦即，秤量氧化鈦粒子。接著，藉由於此氧化鈦粒子之溶液滴下硝酸銀溶液，測定電位差，求出溶液中之氯原子的質量，並算出氯含量(質量%)。

【0091】

(4)藉由掃瞄型電子顯微鏡的氧化鈦粒子之一次粒子的D10(SEM)、D50(SEM)、D90(SEM)、D99(SEM)

將試料1g投入乙醇100ml，並超音波照射(30W、5min)後，將分散液以被動移液器(Passile pipette)分取，並於鋁箔上滴下約0.05g。在實驗室環境下使其自然乾燥，並將鋁箔固定在SEM試料台，使用電場放射型掃瞄型電子顯微鏡(日立高新技術製S-5500)測定。SEM的測定條件定為加速電壓2.0kV。拍攝以每1視野之一次粒子數成為200～300個般之圖像，有關該圖像上之粒子約200～300個，將個別的粒子之一次粒子徑(圓當量直徑，具體而言，為Heywood徑)以圖像解析軟體求出。圖像解析軟體使用住友金屬Technology股份有限公司製粒子解析Ver3或MOUNTECH股份有限公司製Mac-View Ver3。對於相同試料之其他視野亦進行同樣的操作，重復相同操作至一次粒子之算出所利

用之粒子的合計至少超過1000個為止。算出來自於所得之個數基準之積算粒度分布中之粒度較小者之基準量的積算合計值，分別為全積算值之10%、50%、90%、99%時的粒度D10(SEM)、D50(SEM)、D90(SEM)及D99(SEM)。

【0092】

(5)藉由雷射繞射・散射法之氧化鈦粒子的D50(LD)、D90(LD)

於100ml高燒杯加入氧化鈦粒子0.05g、純水50ml及10質量%六偏磷酸蘇打水溶液100μl，作為漿料，使用φ8mm之鐵氟龍(註冊商標)棒，一邊攪拌高燒杯內之漿料，一邊照射(50KHz、100W)3分鐘超音波。攪拌於超音波照射僅開始1分鐘進行。超音波槽為槽內尺寸230mm×200mm×152mm之箱型，水量為450ml。超音波照射時之高燒杯的位置定為超音波槽之中心附近。將此漿料加在MICROTRAC製雷射繞射式粒度分布測定裝置(MICROTRAC MT3300EXII)，測定粒度分布(體積積算粒度分布)。計算D50(LD)及D90(LD)。

【0093】

(6)藉由動態光散射法之經解碎的氧化鈦粒子的D50(DLS)、D90(DLS)

於氧化鈦粒子100g加入純水300ml，作為分散劑，係製作加入氧化鈦重量每5%之聚羧酸的漿料，並將此置入球磨機容器，並加入1.2kg之氧化鋯球0.5mmφ，載放在球磨機之架台，將以7rpm旋轉72小時所得之解碎氧化鈦漿料

放在動態光散射法粒度分布測定裝置(大塚電子製ELS-Z)，測定體積基準粒度分布。

【0094】

(7)粗大粒子之粒子濃度

使用電場放射型掃瞄型電子顯微鏡，拍攝以每1視野之一次粒子數例如成為8000～12000個般之圖像，將考量D50(SEM)之特定尺寸以上(例如0.20μm以上、0.30μm以上等)之較大的粒子之有無使用圖像解析軟體的粒子測量工具確認，具有相當於特定尺寸以上之粒子時，將該粒子之一次粒子徑(圓當量直徑，具體而言，為Heywood徑)以圖像解析軟體求出。對於相同試料之其他視野亦進行同樣的操作，進行至少相當於100萬個以上之粒子的觀察之視野進行觀察。測定一次粒子徑之粗大粒子當中，將表2所記載之特定尺寸以上的粗大之粒子數以全觀察粒子總數除之數值定為粗大粒子的含量(粒子濃度)。全觀察粒子總數係由每1視野之一次粒子數與觀察視野數算出處理。

【0095】

(8)其他雜質的含量

雜質測定方法係如以下所示。

Fe：原子吸光法(日立高新技術製Z-2300形原子吸光光度計)

Al,Si：螢光X光分析法(XRF)(理學電機工業製Symtaltex10)

C,S：高頻率感應爐燃燒・紅外線吸收法

Na、Ni、Cr、Nb、Zr：電感耦合電漿-質量分析法

【0096】

實施例1

<第1步驟>

使用圓形截面之縱型反應管，將1053mol/hr之氣體狀四氯化鈦(四氯化鈦的純度≧99.99質量%)以223mol/hr之氮氣體稀釋所得之四氯化鈦稀釋氣體(G1)預熱至950℃，並將於982mol/hr之氧與1786molNm^3/hr之水蒸氣混合22mol/hr之氮氣體所得之氧化性氣體(G2)預熱至870℃，將此等之氣體(G1及G2)導入反應管之截面積(S1)與包含四氯化鈦之氣體(G1)及氧化性氣體(G2)之導入管的截面積的總和(S2)之比(S1/S2)為6.7之反應器的頂部。將800℃以上且未滿1,200℃之高溫滯留時間以成為0.05秒的方式，將吹驅空氣及冷卻空氣於反應管從反應管的側面導入，並在聚四氟乙烯製袋式過濾器，將粗氧化鈦粒子於反應管的下部捕集。亦包含其他的條件示於表1。反應氣體流之流速(m/s)係由反應管的橫截面積(m^2)、與原料氣體和氧化性氣體反應後的反應氣體流的流量(m^3/s)所計算。

【0097】

<第2步驟>

將所得之粗氧化鈦粒子通過圓筒形旋轉式加熱爐，以水蒸氣與粗氧化鈦的質量比(水蒸氣的質量/粗氧化鈦粒子之質量)為0.06，以加熱溫度450℃脫氯，而得到氧化鈦粒子，測定各種物性。將其測定結果示於表2。

【0098】

實施例2～5

變更第1步驟的各種條件進行。將條件示於表1。第2步驟係與實施例1同樣進行來實施。將測定結果示於表2。

【0099】

比較例1

除了吹驅媒介的吹出角度α以外，其他與實施例1同樣進行，實施第1步驟及第2步驟。將測定結果示於表2。

【0100】

比較例2

除了吹驅媒介的吹出流速(B)以外，其他與實施例2同樣進行，實施第1步驟及第2步驟。將測定結果示於表2。

【0101】

比較例3

除了原料氣體G1預熱溫度、氧化性氣體G2流量及吹驅媒介的吹出流速(B)以外，其他與實施例4同樣進行，實施第1步驟及第2步驟。將測定結果示於表2。

【0102】

比較例4(液相法)

除了將四氯化鈦濃度為0.5莫耳/L之水溶液以100℃加熱回流3小時並進行水解，而得到超微粒子氧化鈦溶膠。將所得之氧化鈦溶膠以純水重復洗淨後，以熱風循環式乾燥機於120℃乾燥12小時。測定所得的氧化鈦粒子之各種物性。將其測定結果示於表2。

【0103】

【表1】

項目	條件	單位	實施例1	實施例2	實施例3	實施例4	實施例5	比較例1	比較例2	比較例3	比較例4
原料氣體	原料氣體**G1**流量	mol／hr	1276	616	1448	1818	1233	1276	616	1818	-
	G1中之四氯化鈦流量	mol／hr	1053	527	421	211	1211	1053	527	211	
	G1中之惰性氣體流量	mol／hr	223	89	1027	1607	22	223	89	1607	-
	原料氣體**G1**預熱溫度	℃	950	1150	950	1100	940	950	1150	1150	-
	氧化性氣體**G2**流量	mol／hr	2790	2746	2344	3058	2701	2790	2746	3504	-
	G2中之水蒸氣流量	mol／hr	1786	2232	2009	2232	1563	1786	2232	2679	-
	G2中之氧氣體流量	mol／hr	982	491	313	804	1116	982	491	804	-
	G2中之惰性氣體量	mol／hr	22	22	22	22	22	22	22	22	-
	氧化性氣體**G2**預熱溫度	℃	870	1150	950	1050	900	870	1150	1050	-
反應管	反應管內溫度	℃	1050	1200	1000	1050	1100	1050	1200	1050	-
	截面積比(S1／S2)	-	6.7	2.0	2.0	2.0	6.7	6.7	2.0	2.0	-
反應氣體	高溫滯留時間	sec	0.05	0.01	0.01	0.01	0.05	0.05	0.01	0.01	-
	滯留時間(≧500℃)	sec	0.6	0.4	0.4	0.2	0.7	0.6	0.4	0.2	-
吹驅媒介	流速(**A**)	m／s	11	44	44	64	10	11	44	64	-
	吹出角度**α**	degree	50	50	50	50	50	0	50	50	-
	吹出角度**β**	degree	90	90	90	90	90	90	90	90	-
	流速(**B**)	m／s	59	59	66	66	59	59	5	6	-
	溫度	℃	25	25	25	25	25	25	25	25	-
流速比	B/A	-	5.4	1.4	1.5	1.0	5.9	5.4	0.1	0.1	-
冷卻媒介	吹出角度**γ**	degree	30	30	30	30	30	30	30	30	-
	吹出角度**δ**	degree	90	90	90	90	90	90	90	90	-
	溫度	℃	20	20	20	20	20	20	20	20	-

【0104】

【表2】

		單位	實施例1	實施例2	實施例3	實施例4	實施例5	比較例1	比較例2	比較例3	比較例4
粒度分布	D50(DLS)	nm	52	65	48	38	95	56	69	37	46
	D90(DLS)	nm	89	99	81	60	174	97	105	61	71
	D10(SEM)	nm	31	26	21	18	38	29	26	13	6
	D50(SEM)	nm	44	38	29	23	62	43	33	18	10
	D90(SEM)	nm	64	52	44	31	84	65	50	26	14
	D99(SEM)	nm	79	64	57	41	108	89	67	34	19
	D50(LD)	nm	470	460	440	520	500	470	470	600	1560
	D90(LD)	nm	610	580	700	920	710	610	600	1050	4430
	D90(DLS)／D50(DLS)	–	1.7	1.5	1.7	1.8	1.8	1.7	1.5	1.6	1.5
	D90(SEM)／D50(SEM)	–	1.4	1.4	1.5	1.4	1.4	1.5	1.5	1.5	1.5
	D99(SEM)／D50(SEM)	–	1.8	1.7	2.0	1.8	1.7	2.1	2.0	1.9	2.0
	(D90(SEM)－D10(SEM))／D50(SEM)	–	0.74	0.70	0.80	0.58	0.74	0.84	0.73	0.74	0.83
	D90(LD)／D50(LD)	–	1.3	1.3	1.6	1.8	1.4	1.3	1.3	1.8	2.8
	D90(DLS)／D90(SEM)	–	1.4	1.9	1.8	1.9	2.1	1.5	2.1	2.3	5.1
	BET比表面積	m^2/g	29	31	50	93	19	28	30	92	310
	銳鈦礦含有率	%	79	96	96	96	78	75	95	96	100
	Cl	質量%	0.14	0.09	0.10	0.09	0.19	0.14	0.08	0.09	<0.01
	C	質量%	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
	Si	質量%	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
	Na	質量%	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001
	Al	質量%	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001
	S	質量%	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001
	Fe	質量%	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001
	Ni	質量%	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001
	Cr	質量%	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001
	Nb	質量%	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001
	Zr	質量%	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001

【0105】

【表3】

	單位	實施例1	實施例2	實施例3	實施例4	實施例5	比較例1	比較例2	比較例3	比較例4
D50(SEM)	nm	44	38	29	23	62	43	33	18	10
粗大粒子的粒子濃度(≧200nm)	ppm	90	134	10	1	226	1932	313	59	0
粗大粒子的粒子濃度(≧300nm)	ppm	31	79	5	0	54	884	210	29	0
粗大粒子的粒子濃度(≧400nm)	ppm	11	41	1	0	12	319	139	12	0
粗大粒子的粒子濃度(≧500nm)	ppm	6	13	0	0	4	123	81	4	0
粗大粒子的粒子濃度(≧600nm)	ppm	4	4	0	0	0	46	36	1	0
粗大粒子的粒子濃度(≧700nm)	ppm	2	1	0	0	0	21	13	0	0
粗大粒子的粒子濃度(≧800nm)	ppm	0	0	0	0	0	0	0	0	0
粗大粒子的粒子濃度(≧900nm)	ppm	0	0	0	0	0	0	0	0	0
超過D50(SEM)的16倍	nm	704	608	464	368	992	688	528	288	160
超過D50(SEM)的16倍之粒子濃度	ppm	0~2	1~4	0~1	0	0	21~46	36~81	29~59	0

【0106】參照表1～3時，於實施例1～5與比較例1～3中之氣相法氧化鈦粒子，雖未觀察到表2所示之粒度分布有明確之差，在實施例1～5，認為超過D50(SEM)的16倍之粒子濃度已變少，藉由對特定角度以上的反應管壁之吹驅媒介導入，而得到粗大粒子之減低效果。又，於比較例4之液相法氧化鈦粒子，雖未觀察到特定尺寸以上之粗大粒子，但認為由於D50(LD)或D90(LD)較大，故對分散媒之分散性低。

【0107】如此，藉由本發明，與具有同等之BET比表面積的以往之氧化鈦粒子相比較，提供一種粗大粒子少，且均一性・分散性優異之氣相法的氧化鈦粒子及此等的製造方法。本發明之氧化鈦粒子適合在光觸媒用途或太陽能電池用途、介電質用途等，即使作為粉體，亦不需要解碎步驟等或是極為輕微的設備即可，工業上具有非常重大之實用性價值。

[產業上之可利用性]

【0108】本發明之氧化鈦粒子適用在光觸媒用途或太陽能電池用途、介電質用途等，且即使作為粉體，亦不需要解碎步驟等或是極為輕微的設備即可，工業上具有非常重大之實用性價值。

【符號說明】

【0109】

1:反應管

1':反應區域

2:冷卻區域

3:冷卻媒介吹出口

4:反應管中心

5:吹驅媒介吹出口

G1:原料氣體

G2:氧化性氣體

P:吹驅媒介

Q:冷卻媒介

R:反應氣體流方向

α:吹驅媒介的吹出角度(與反應氣體的流動方向垂直的面內)

β:吹驅媒介的吹出角度(包含反應氣體的流動方向的面內)

γ:冷卻媒介的吹出角度(與反應氣體的流動方向垂直的面內)

δ:冷卻媒介的吹出角度(包含反應氣體的流動方向的面內)

【發明申請專利範圍】

【請求項1】一種氧化鈦粒子，其係在藉由雷射繞射・散射分析法所測定之氧化鈦粒子的D90(LD)/D50(LD)為超過1.0且為2.0以下，且相對於以電場放射型掃瞄型電子顯微鏡觀察之一次粒子的D50(SEM)，超過D50(SEM)的16倍之粗大粒子濃度(個數基準)為20ppm以下。

【請求項2】如請求項1之氧化鈦粒子，其中，以電場放射型掃瞄型電子顯微鏡觀察之氧化鈦粒子在一次粒子之D90(SEM)/D50(SEM)為超過1.0且為2.0以下。

【請求項3】如請求項1或2之氧化鈦粒子，其中，以電場放射型掃瞄型電子顯微鏡觀察之氧化鈦粒子在一次粒子之[D90(SEM)-D10(SEM)]/D50(SEM)為0.82以下。

【請求項4】如請求項1或2之氧化鈦粒子，其中，以電場放射型掃瞄型電子顯微鏡觀察之氧化鈦粒子在一次粒子之D99(SEM)/D50(SEM)為超過1.0且為2.0以下。

【請求項5】如請求項1或2之氧化鈦粒子，其中，在藉由動態光散射法所測定之氧化鈦粒子的D90(DLS)/D50(DLS)為超過1.0且為2.0以下。

【請求項6】如請求項1或2之氧化鈦粒子，其中，在藉由動態光散射法所測定之氧化鈦粒子的D90(DLS)與以電場放射型掃瞄型電子顯微鏡觀察之氧化鈦粒子在一次粒子的D90(SEM)之比，即D90(DLS)/D90(SEM)為2.2以下。

【請求項7】如請求項1或2之氧化鈦粒子，其中，在藉由雷射繞射・散射分析法所測定之氧化鈦粒子的

D90(LD)為3000nm以下。

【請求項8】如請求項1或2之氧化鈦粒子，其中，在藉由動態光散射法所測定之氧化鈦粒子的D90(DLS)，及以電場放射型掃瞄型電子顯微鏡觀察的氧化鈦粒子之一次粒子的D90(SEM)為200nm以下，D50(SEM)為10～150nm。

【請求項9】如請求項1或2之氧化鈦粒子，其中，銳鈦礦含有率為70%以上。

【請求項10】如請求項1或2之氧化鈦粒子，其中，BET比表面積為5～200m^2/g。

【請求項11】如請求項1或2之氧化鈦粒子，其中，藉由硝酸銀電位差滴定法所測定之氧化鈦粒子的Cl含量為0.2質量%以下。

【請求項12】如請求項1或2之氧化鈦粒子，其中，Na、Al、S、Fe、Ni、Cr、Nb及Zr的含量分別為10質量ppm以下，Si及C的含量分別為500質量ppm以下。

【請求項13】一種氧化鈦粒子的製造方法，其係在藉由將含有四氯化鈦及惰性氣體之原料氣體、與含有氧氣及水蒸氣的至少1種以及惰性氣體之氧化性氣體導入反應管，使其反應後進行冷卻，製造氧化鈦粒子之步驟，於反應管內壁設置吹驅媒介的吹出口，以將吹驅媒介沿著反應管內壁旋轉的方式導入，並在投影在相對於反應管的軸線為垂直之反應管的橫截面的面，對於連結吹驅媒介的吹出口與反應管中心軸線的線，吹驅媒介從反應管內壁的吹出角度α為50°以上，吹驅媒介的吹出流速(B)為35m/s以上，

對於從反應管的入口(端面側)，導入反應管的軸線方向的原料氣體G1及氧化性氣體G2，反應管入口的截面積(S1)與原料氣體G1及氧化性氣體G2之導入管出口的截面積的總和(S2)之比(S1/S2)，為1以上7.0以下。

【請求項14】如請求項13之氧化鈦粒子的製造方法，其中，在投影在包含反應管的軸線之反應管的縱截面的面，對於反應管的軸線方向，吹驅媒介從反應管內壁的吹出角度β係將反應氣體流的順行側作為0°，為60°以上。

【請求項15】如請求項13或14之氧化鈦粒子的製造方法，其中，將由反應管內之原料氣體與氧化性氣體所形成之反應氣體的流速定為A，將吹驅媒介的吹出流速定為B時，以B/A成為0.5以上的方式導入吹驅媒介。

【請求項16】一種包含如請求項1～12中任一項之氧化鈦粒子的漿料。

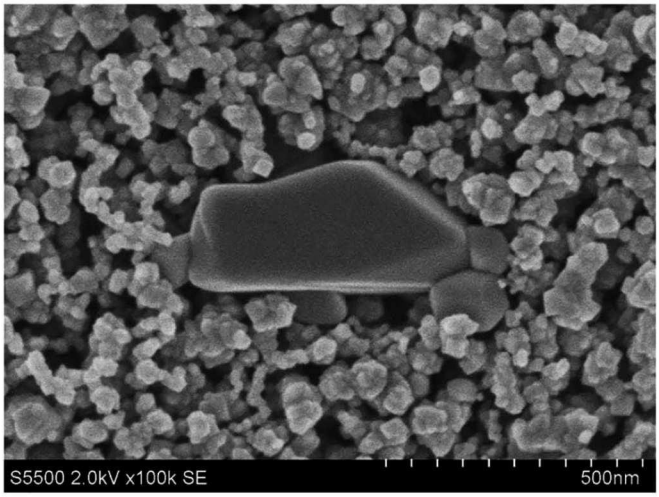
【請求項17】一種包含如請求項1～12中任一項之氧化鈦粒子的分散體。

【請求項18】一種包含如請求項1～12中任一項之氧化鈦粒子的組成物。

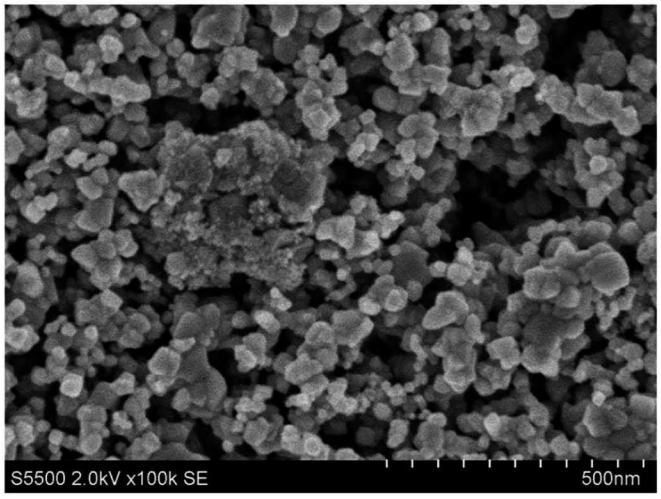
【請求項19】一種包含如請求項1～12中任一項之氧化鈦粒子的介電質原料。

【發明圖式】

(a)

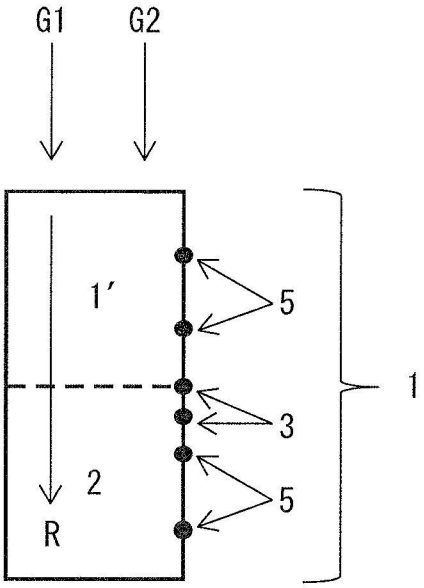


(b)

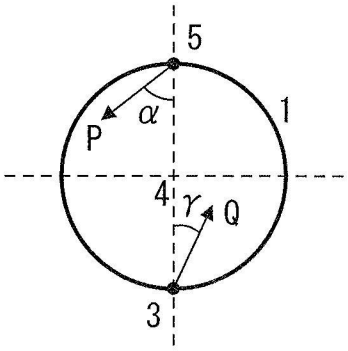


【圖 1】

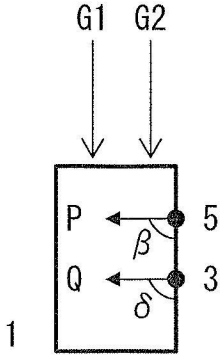
7B8476



【圖 2】



【圖 3】



【圖 4】