

【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4区分

【発行日】平成19年9月20日(2007.9.20)

【公表番号】特表2007-502915(P2007-502915A)

【公表日】平成19年2月15日(2007.2.15)

【年通号数】公開・登録公報2007-006

【出願番号】特願2006-523976(P2006-523976)

【国際特許分類】

C 25 C 3/26 (2006.01)

C 25 C 3/28 (2006.01)

C 25 C 3/32 (2006.01)

C 25 C 3/34 (2006.01)

【F I】

C 25 C 3/26

C 25 C 3/28

C 25 C 3/32

C 25 C 3/34 Z

【手続補正書】

【提出日】平成19年8月3日(2007.8.3)

【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】

対象の金属が、チタン、クロム、ハフニウム、モリブデン、ニオブ、タンタル、タングステン、バナジウム、およびジルコニウムから選択される、対象の金属または金属合金の生成方法であって、融解塩電解質中で、対象の金属の酸化物と炭素との複合体で形成されたアノードを、電気化学的に還元するステップを含むことを特徴とする、対象の金属または金属合金の生成方法。

【請求項2】

以下の(a)～(s)の少なくとも1つを特徴とする、請求項1に記載の生成方法。

(a) 前記アノードは、酸化チタンまたは亜酸化チタン・炭素複合体で形成され、生成された金属は、チタンを含むこと

(b) 前記アノードは、酸化クロム・炭素複合体で形成され、生成された金属は、クロムを含むこと

(c) 前記アノードは、酸化ハフニウム・炭素複合体で形成され、生成された金属は、ハフニウムを含むこと

(d) 前記アノードは、酸化モリブデン・炭素複合体で形成され、生成された金属は、モリブデンを含むこと

(e) 前記アノードは、酸化ニオブ・炭素複合体で形成され、生成された金属は、ニオブを含むこと

(f) 前記アノードは、酸化タンタル・炭素複合体で形成され、生成された金属は、タンタルを含むこと

(g) 前記アノードは、酸化タングステン・炭素複合体で形成され、生成された金属は、タングステンを含むこと

(h) 前記アノードは、酸化バナジウム・炭素複合体で形成され、生成された金属は、

## バナジウムを含むこと

(i) 前記アノードは、酸化ジルコニウム・炭素複合体で形成され、生成された金属は、ジルコニウムを含むこと

(j) 前記融解塩電解質は、強ルイス酸を含むこと

(k) 前記電解質は、塩化ナトリウム、塩化リチウム、および塩化カリウムの共晶物と、フッ化カリウム、フッ化ナトリウム、およびフッ化リチウムの共晶物と、塩化ナトリウム、塩化カルシウム、および塩化カリウムの共晶物と、塩化ナトリウム、塩化マグネシウム、およびフッ化ナトリウムの共晶物と、塩化ナトリウム、塩化カリウム、およびフッ化ナトリウムの共晶物とからなる群から選択されること

(l) 電流を、パルス式に印加すること

(m) 電流は、パルス式に周期的に反転する極性を持つこと

(n) 前記アノードは、2種以上の金属の酸化物を含み、生成された金属は、前記2種以上の金属の合金を含むこと

(o) 前記電極は、酸化チタン・炭素複合体で形成され、 $Ti^{+2}$ 含有化合物を電解質に添加するステップを含み、前記 $Ti^{+2}$ 含有化合物を、好ましくは電解質の1/2から20重量%の濃度で添加し、前記 $Ti^{+2}$ 含有化合物を、より好ましくは電解質の1から10重量%の濃度で添加すること

(p) 前記アノードは、亜酸化チタンと炭素との複合体を含み、 $Ti^{+2}$ 含有化合物を電解質に添加するステップを含むこと

(q) 前記電解質は、1つのステップでチタン金属に還元される $Ti^{+3}$ 含有化合物を含み、前記 $Ti^{+2}$ 含有化合物を、好ましくは電解質の1/2から20重量%の濃度で添加し、より好ましくは前記 $Ti^{+2}$ 含有化合物を、電解質の1から10重量%の濃度で添加すること

(r) 対象の金属が精製されたチタンを含み、溶融塩が高温のフッ化カルシウム融解塩を含み、前記高温は、好ましくは1670よりも高く、より好ましくは1700よりも高いこと

(s) 対象の金属が精製されたチタンを含み、アノードが亜酸化チタンと炭素との複合体を含み、さらに、任意に以下の(i)~(vii)の少なくとも1つを特徴とすること

(i) 溶融塩電解質が、塩化ナトリウム、塩化リチウム、および塩化カリウムの共晶物と、フッ化カリウム、フッ化ナトリウム、およびフッ化リチウムの共晶物と、塩化ナトリウム、塩化カルシウム、および塩化カリウムの共晶物と、塩化ナトリウム、塩化マグネシウム、およびフッ化ナトリウムの共晶物と、塩化ナトリウム、塩化カリウム、およびフッ化ナトリウムの共晶物とからなる群から選択されること

(ii) 電流をパルス式に印加すること

(iii) 電流がパルス式に周期的に反転する極性を持つこと

(iv) 亜酸化チタンと炭素とを、少なくとも1:1.5から化学量論量を超える比で混合すること

(v) 亜酸化チタンと炭素とを、少なくとも1:1から化学量論量を超える比で混合すること

(vi) 亜酸化チタン・炭素複合体アノードを、不活性雰囲気中で炭素と共に酸化チタンを加熱すること

(vii) 前記アノードは、亜酸化チタンと炭素との複合体を含み、 $Ti^{+2}$ 含有化合物を電解質に添加するステップを含むこと

## 【請求項3】

対象の金属が、チタン、クロム、ハフニウム、モリブデン、ニオブ、タンタル、タンゲステン、バナジウム、およびジルコニウムから選択される、対象の金属または金属合金を生成するための電解セルであって、

セル内に配置された、強ルイス酸を含む融解塩電解質と、

前記電解質に接触しているカソードおよびアノードと

の組合せを含み、前記アノードが、対象の金属の酸化物と炭素との複合体で形成されて

いることを特徴とするセル。

【請求項 4】

以下の ( a ) ~ ( p ) の少なくとも 1 つを特徴とする、請求項 3 に記載のセル。

( a ) 前記アノードは、酸化チタンまたは亜酸化チタン - 炭素複合体で形成され、生成された金属は、チタンを含むこと

( b ) 前記アノードは、酸化クロム - 炭素複合体で形成され、生成された金属は、クロムを含むこと

( c ) 前記アノードは、酸化ハフニウム - 炭素複合体で形成され、生成された金属は、ハフニウムを含むこと

( d ) 前記アノードは、酸化モリブデン - 炭素複合体で形成され、生成された金属は、モリブデンを含むこと

( e ) 前記アノードは、酸化ニオブ - 炭素複合体で形成され、生成された金属は、ニオブを含むこと

( f ) 前記アノードは、酸化タンタル - 炭素複合体で形成され、生成された金属は、タンタルを含むこと

( g ) 前記アノードは、酸化タングステン - 炭素複合体で形成され、生成された金属は、タングステンを含むこと

( h ) 前記アノードは、酸化バナジウム - 炭素複合体で形成され、生成された金属は、バナジウムを含むこと

( i ) 前記アノードは、酸化ジルコニウム - 炭素複合体で形成され、生成された金属は、ジルコニウムを含むこと

( j ) 前記電解質は、塩化ナトリウム、塩化リチウム、および塩化カリウムの共晶物と、フッ化カリウム、フッ化ナトリウム、およびフッ化リチウムの共晶物と、塩化ナトリウム、塩化カルシウム、および塩化カリウムの共晶物と、塩化ナトリウム、塩化マグネシウム、およびフッ化ナトリウムの共晶物と、塩化ナトリウム、塩化カリウム、およびフッ化ナトリウムの共晶物とからなる群から選択されること

( k ) 前記アノードは、2種以上の金属の酸化物を含み、生成された金属は、前記金属の前記2種以上の合金を含むこと

( l ) 前記アノードは、亜酸化チタン - 炭素複合体、好ましくは  $TiO$  または  $Ti_2O_3$  を含むこと

( m ) 前記セルに接続された電流源をさらに含み、前記電流源は、好ましくは、電流制御器を介して前記セルに接続されること、および任意に以下の事項を特徴とすること

( i ) 前記電流制御器は、電流をパルス式に印加するようになされていること

( ii ) 前記電流制御器は、パルス式に周期的に反転する極性を持つ電流を印加するようになされていること

( n ) 前記アノードは、前記電解質中に配置された多孔質バスケット内に入っている、前記金属酸化物炭素複合体のばらばらな小片を含むこと

( o ) 前記セルのより低い壁面に隣接したバルブ付き出口を、さらに含むこと

( p ) 前記アノードとカソードとの間に配置された、セパレータまたはダイアフラムをさらに含み、前記セパレータまたはダイアフラムは、好ましくは、多孔質アルミナを含むこと

【請求項 5】

対象の金属の酸化物と炭素との複合体を含み、請求項 3 または 4 に記載のように対象の金属または金属合金を電気分解により生成するための、融解塩電解セル中で使用されるアノードであって、対象の金属が、チタン、クロム、ハフニウム、モリブデン、ニオブ、タンタル、タングステン、バナジウムおよびジルコニウムから選択される多原子価または高原子価の金属、またはこれらの金属合金を含むことを特徴とするアノード。

【請求項 6】

塩化ナトリウム、塩化リチウム、および塩化カリウムの共晶物と、フッ化カリウム、フッ化ナトリウム、およびフッ化リチウムの共晶物と、塩化ナトリウム、塩化カルシウム、

および塩化カリウムの共晶物とを含むことを特徴とする溶融塩電解質。

【請求項 7】

請求項 1 に記載の方法によって、微粒子、薄片、または固体の形に生成されたことを特徴とする金属または金属合金。

【請求項 8】

不活性雰囲気中、高温で、ルチルを炭素と反応させるステップを含むことを特徴とする、ルチルの精製方法

【請求項 9】

以下の ( a ) ~ ( c ) の少なくとも 1 つを特徴とする、請求項 8 に記載の方法。

( a ) 前記温度は、1200 を超えること

( b ) 前記温度は、1200 から 1850 の間であること

( c ) 前記精製されたルチルを電極に形成するステップと、得られた電極を電解法で用いることにより、精製されたチタンを生成するステップとをさらに含むこと

【請求項 10】

対象の金属が、チタン、クロム、ハフニウム、モリブデン、ニオブ、タンタル、タングステン、バナジウム、およびジルコニウムから選択される、対象の金属水素化物を生成するための方法であって、対象の金属の金属酸化物と炭素との複合体で形成されたアノードを、水素ガスの存在下、融解塩電解質中で電気化学的に還元するステップを含むことを特徴とする方法。

【請求項 11】

以下の ( a ) ~ ( i ) の少なくとも 1 つを特徴とする、請求項 10 に記載の方法。

( a ) 前記アノードは、酸化チタンまたは亜酸化チタン - 炭素複合体で形成され、生成された金属は、水素化チタンを含むこと

( b ) 前記アノードは、酸化クロム - 炭素複合体で形成され、生成された金属は、水素化クロムを含むこと

( c ) 前記アノードは、酸化ハフニウム - 炭素複合体で形成され、生成された金属は、水素化ハフニウムを含むこと

( d ) 前記アノードは、酸化モリブデン - 炭素複合体で形成され、生成された金属は、水素化モリブデンを含むこと

( e ) 前記アノードは、酸化ニオブ - 炭素複合体で形成され、生成された金属は、水素化ニオブを含むこと

( f ) 前記アノードは、酸化タンタル - 炭素複合体で形成され、生成された金属は、水素化タンタルを含むこと

( g ) 前記アノードは、酸化タングステン - 炭素複合体で形成され、生成された金属は、水素化タングステンを含むこと

( h ) 前記アノードは、酸化バナジウム - 炭素複合体で形成され、生成された金属は、水素化バナジウムを含むこと

( i ) 前記アノードは、酸化ジルコニウム - 炭素複合体で形成され、生成された金属は、水素化ジルコニウムを含むこと

【請求項 12】

フッ素 / 塩素の比が少なくとも 0.1 であるフッ素塩と塩素塩との混合物を含むことを特徴とする、電解採取によってチタンを生成する際に使用される融解塩電解質。

【請求項 13】

融解塩電解質中で、亜酸化チタン - 炭素複合体で形成されたカソードを電気化学的に還元するステップを含むことを特徴とする、チタン金属を生成するための方法。

【請求項 14】

以下の ( a ) , ( b ) の少なくとも 1 つを特徴とする、請求項 13 に記載の生成方法。

( a ) 前記融解塩電解質は、塩化カルシウムを含むこと

( b ) 前記融解塩電解質は、酸化カルシウムを含むこと