

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第6889831号
(P6889831)

(45) 発行日 令和3年6月18日 (2021.6.18)

(24) 登録日 令和3年5月26日 (2021.5.26)

(51) Int.Cl.

F 1

B 2 2 F 9/00 (2006.01)

B 2 2 F 9/00 B

B 2 2 F 1/00 (2006.01)

B 2 2 F 1/00 M

H 0 1 B 1/22 (2006.01)

H 0 1 B 1/22 A

H 0 1 B 13/00 (2006.01)

H 0 1 B 13/00 Z

C 0 9 K 15/06 (2006.01)

C 0 9 K 15/06

請求項の数 5 (全 10 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2017-49208 (P2017-49208)
 (22) 出願日 平成29年3月14日 (2017.3.14)
 (65) 公開番号 特開2018-150607 (P2018-150607A)
 (43) 公開日 平成30年9月27日 (2018.9.27)
 審査請求日 令和1年10月25日 (2019.10.25)

(73) 特許権者 000183303
 住友金属鉱山株式会社
 東京都港区新橋5丁目11番3号
 (74) 代理人 100123869
 弁理士 押田 良隆
 (72) 発明者 植田 貴広
 東京都青梅市末広町1-6-1 住友金属
 鉱山株式会社 材料事業本部内

審査官 池田 安希子

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ニッケル粉末の水スラリーとその製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

水とニッケル粉末と水溶性の抗酸化物質を含み、

前記抗酸化物質がポリフェノール類であり、前記ポリフェノール類がエピガロカテキンまたはエピガロカテキンガラートであることを特徴とするニッケル粉末の水スラリー。

【請求項 2】

前記ニッケル粉末の平均粒径が、10 nm ~ 150 nmであることを特徴とする請求項 1 に記載のニッケル粉末の水スラリー。

【請求項 3】

ニッケル粉末を得る第1の工程、

前記第1の工程で得られたニッケル粉末を、水又はアルコール類を用いて洗浄し、その後、洗浄後スラリーを得る第2の工程、

前記第2の工程で得られた洗浄後スラリーに含まれるニッケル粉末の含有量を調製してスラリーの濃度調製を行った調製後スラリーを形成した後、前記調製後スラリーに水溶性の抗酸化物質の水溶液を加えて攪拌して水スラリーを作製する第3の工程を経ることと

、
前記抗酸化物質が、ポリフェノール類であることを特徴とするニッケル粉末の水スラリーの製造方法。

【請求項 4】

前記ポリフェノール類が、エピガロカテキンまたはエピガロカテキンガラートである請

10

20

求項 3 に記載のニッケル粉末の水スラリーの製造方法。

【請求項 5】

前記ニッケル粉末の平均粒径が、 $10\text{ nm} \sim 150\text{ nm}$ であることを特徴とする請求項 3 又 4 に記載のニッケル粉末の水スラリーの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、粒径がナノレベルのニッケル粉末を含むニッケル粉末の水スラリーに関する。

【背景技術】

10

【0002】

ニッケル粉末は、厚膜導電体を作製するための導電ペーストの材料として使用されている。厚膜導電体は、電気回路の形成や、積層セラミックコンデンサおよび多層セラミック基板などの積層セラミック部品の電極などに用いられている。

【0003】

このような積層セラミック部品である積層セラミックコンデンサは、以下のような工程で製造されている。

まず、ニッケル粉末とエチルセルロースなどの樹脂とターピネオールなどの有機溶剤などとをロールミルやビーズミルなどの混練装置で混練した導電ペーストを誘電体グリーンシート上にスクリーン印刷する。印刷された導電ペーストが交互に重なるように誘電体グリーンシートを積層し圧着する。その後、積層体を所定の大きさにカットし、有機バインダとして使用したエチルセルロースなどの樹脂の燃焼、除去を行う脱バインダ処理を行って、 1300°C まで高温焼成する。そして、このセラミック体に外部電極を取り付けて積層セラミックコンデンサとする。

20

【0004】

近年、小型化、高容量化が求められている積層セラミックコンデンサは、内部電極、誘電体ともに薄層化が進められており、内部電極層と誘電体層が薄層化するに従って、内部電極層に使用されるニッケル粉末、誘電体層に使用されるチタン酸バリウムなどは微粒化する傾向にある。

この内部電極に使用されるニッケル粉末の合成方法には、液相中で合成される湿式法や還元ガスを用いて合成する乾式法などがあり、合成後のニッケル粉末は不純物を除去するための洗浄や湿式での表面処理などを行ってから乾燥される。またニッケルの乾燥粉末をそのまま用いてペースト化しようとする、乾燥凝集が強すぎて十分にニッケル粉末が分散したペーストにならないことがあるため、ペースト化の前にニッケル粉末は乾式分散機で解砕されることが多い。

30

【0005】

ところで、ニッケル粉末を含む内部電極用ペーストの最も簡便な製造方法は、乾燥工程や乾燥凝集を解消するための乾式分散処理工程が省略され、ニッケル粉末を乾燥させることなく湿式系での処理のみでペースト化する方法である。またこの簡便な製造方法であれば、ニッケル粉末の平均粒径が 100 nm 以下の際に高まる乾燥工程や乾式分散工程時の急激な表面酸化による発火の危険性も回避することが可能となる。

40

【0006】

そのため、特に平均粒径が 100 nm 以下となるニッケル粉末においては、ニッケル粉末の合成後から一貫して湿式系で処理した水スラリー状態のニッケル粉末が求められることがある。

【0007】

しかしながら、長期に渡って水中に保管されたニッケル粉末は、水中での酸化によりニッケル粉末の表面に突起状の水酸化ニッケルが発生しやすい。そのため、ニッケル粉末を水に浸漬した状態で保管する場合は、酸化防止を処方しておく必要がある。

このような水中での酸化を防止する方法として、当業者であれば、特許文献 1 や特許文

50

献 2 から、水にアルコールを添加しておく方法や溶存酸素を除去した水にて浸漬し封止する方法に容易に想到するが、本手法での水中酸化による水酸化ニッケルの発生抑制は不十分である。そのため、水スラリー中での水酸化ニッケルの発生を十分に抑制できる優れた酸化抑制方法が必要となっている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0008】

【特許文献 1】特開 2014 - 196531

【特許文献 2】特開 2010 - 043339

【発明の概要】

10

【発明が解決しようとする課題】

【0009】

純水を溶媒としたニッケル粉末の水スラリーにおいて、水中での酸化によってニッケル粉末表面に生じる突起状の水酸化ニッケルの発生が抑制されたニッケル粉末の水スラリーを提供する。

【課題を解決するための手段】

【0010】

本発明の第 1 の発明は、水とニッケル粉末と水溶性の抗酸化物質を含み、その抗酸化物質がポリフェノール類であり、前記ポリフェノール類がエピガロカテキンまたはエピガロカテキンガラートであることを特徴とするニッケル粉末の水スラリーである。

20

【0011】

本発明の第 2 の発明は、第 1 発明におけるニッケル粉末の平均粒径が、10 nm ~ 150 nmであることを特徴とするニッケル粉末の水スラリーである。

【0012】

本発明の第 3 の発明は、ニッケル粉末を得る第 1 の工程、前記第 1 の工程で得られたニッケル粉末を、水又はアルコール類を用いて洗浄し、その後、洗浄後スラリーを得る第 2 の工程、前記第 2 の工程で得られた洗浄後スラリーに含まれるニッケル粉末の含有量を調製してスラリーの濃度調製を行った調製後スラリーを形成した後、前記調製後スラリーに水溶性の抗酸化物質の水溶液を加えて攪拌して水スラリーを作製する第 3 の工程を経ることと、前記抗酸化物質が、ポリフェノール類であることを特徴とするニッケル粉末の水スラリーの製造方法である。

30

【0013】

本発明の第 4 の発明は、第 3 の発明におけるポリフェノール類が、エピガロカテキンまたはエピガロカテキンガラートであることを特徴とするニッケル粉末の水スラリーの製造方法である。

【0014】

本発明の第 5 の発明は、第 3 から第 4 の発明におけるニッケル粉末の平均粒径が、10 nm ~ 150 nmであることを特徴とするニッケル粉末の水スラリーの製造方法である。

【発明の効果】

【0015】

40

純水を溶媒としたニッケル粉末の水スラリーにおいて、抗酸化物質であるアスコルビン酸、ポリフェノール類を含む水溶液にてニッケル粉末を保管することで、ニッケル粉末表面に発生する突起状の水酸化ニッケルの発生を抑制することができる。

【図面の簡単な説明】

【0016】

【図 1】ニッケル粉末の表面評価の基準を示す SEM 像で、「異形状物有」判定を示している。

【図 2】ニッケル粉末の表面評価の基準を示す SEM 像で、「異形状物無」判定を示している。

【発明を実施するための形態】

50

【 0 0 1 7 】

本水スラリーは、ニッケル粉末を合成する第 1 の工程、合成されたニッケル粉末に含まれる不純物の除去および合成されたニッケル粉末の凝集体を解砕する第 2 の工程、水スラリー中のニッケル粉末の濃度調製と水スラリーに抗酸化物質を添加する第 3 の工程から構成されている。

【 0 0 1 8 】

[第 1 の工程]

適用されるニッケル粉末の合成方法は特に限定されず、150nm以下のニッケル粉末を得やすい気相法、湿式法、固相法のいずれでも良い。気相法としては微粉末を合成しやすいプラズマによる合成方法や化学気相法が適しており、湿式法としてはニッケルよりもイオン化傾向が小さい異種金属を核剤としてニッケルの化学種とヒドラジンなどの還元剤を用いた合成方法が適している。

10

【 0 0 1 9 】

湿式法によるニッケル粉末を合成する方法の一例を説明する。

還元を行う水溶液である還元工程水溶液の調製と、還元工程での反応について説明する。

【 0 0 2 0 】

次の 3 種類の水溶液を調製する。

水溶液Ⅰは、ニッケル塩の水溶液で、ニッケル塩に由来するニッケルの化学種が含まれる。

20

水溶液ⅠⅠはアルカリ性の水溶液である。

水溶液ⅠⅠⅠは、ニッケル塩に由来するニッケルの化学種に対して還元作用を有する水溶液である。

【 0 0 2 1 】

以上の 3 種類の水溶液を用いた還元工程水溶液の調製は、各水溶液を以下に示す順序で、混合することが望ましい。

水溶液ⅠⅠと水溶液Ⅰを予め混合し、その後水溶液ⅠⅠⅠを混合する順序、水溶液ⅠⅠと水溶液ⅠⅠⅠを予め混合し、その後、水溶液Ⅰを混合する順序、水溶液ⅠⅠを分割し、水溶液Ⅰおよび水溶液ⅠⅠⅠに混合した後に、水溶液ⅠⅠを混合した水溶液Ⅰと水溶液ⅠⅠを混合した水溶液ⅠⅠⅠを混合する順序のいずれかが望ましい。

30

すなわち、最終的に水溶液Ⅰと水溶液ⅠⅠⅠが混合されれば良く、両者の混合で還元工程水溶液を形成できる。

【 0 0 2 2 】

水溶液Ⅰ、水溶液ⅠⅠ、水溶液ⅠⅠⅠのいずれかに、ニッケルの化学種と錯イオンを形成する錯化剤が含まれていることが望ましい。

水溶液Ⅰ、水溶液ⅠⅠ、水溶液ⅠⅠⅠを混合して得られる還元工程水溶液で、ニッケル粉末が合成される際にニッケルの化学種と錯イオンを形成する錯化剤が含まれていれば、錯化剤の目的は達成される。

【 0 0 2 3 】

この錯化剤を含ませることで、ニッケルの化学種から還元されるニッケル粉末の形状は制御できる。錯化剤を添加しない場合、ニッケルの化学種から合成されるニッケル粉末はウニの様なとげを多方向に伸ばした局所的に成長した粉末となる。ニッケルの化学種が錯化剤とニッケルの錯イオンを形成していれば、錯化剤の配位の効果によりニッケル粉末の成長が全方向に略一定となる。錯化剤の効果は、ニッケルの錯イオンからニッケルの水酸化物を経由してニッケル粉末を合成する場合も同様である。

40

【 0 0 2 4 】

使用する錯化剤としては、有機物ならば、カルボキシル基、ヒドロキシル基、アミノ基などを有し、ニッケルの化学種と錯体を形成する効果を有するものであればよく、エチレンジアミンなどのアミン類、蟻酸、酢酸、酒石酸、クエン酸、リンゴ酸、アスコルビン酸などのカルボン酸類が挙げられる。また、無機物の錯化剤としてはアンモニアやシアンな

50

どが挙げられる。

【 0 0 2 5 】

ニッケル粉末の粒径を制御するニッケルよりもイオン化傾向の小さい異種金属は、水溶液Ⅰ、水溶液ⅠⅠ、水溶液ⅠⅠⅠのいずれかに含有させれば良く、その異種金属の水溶液または異種金属塩の形で加える。

ニッケルよりもイオン化傾向の小さい異種金属は、水溶液Ⅰ、水溶液ⅠⅠ、水溶液ⅠⅠⅠが混合されて得られる還元工程水溶液で、微粒子を形成していれば、異種金属の添加目的は達成される。

【 0 0 2 6 】

これら異種金属は、ニッケルよりもイオン化傾向が小さいため、水溶液ⅠⅠⅠに含まれる還元剤により、ニッケルの化学種よりも優先的に還元され、ニッケルの化学種から還元されて得られるニッケル粉末の核となる。

【 0 0 2 7 】

また、この異種金属の微粒子の数は、ニッケル粉末の核であるので、制御する必要がある。すなわち、異種金属のモル数を制御することで、ニッケルの化学種から還元されるニッケル粉末の粒径を制御することができる。

【 0 0 2 8 】

ニッケルよりもイオン化傾向の小さい異種金属としては、金、銀、パラジウム、ロジウム、イリジウム、銅などの各元素が挙げられ、特にニッケルと固溶するパラジウム、銅などが適している。その他の元素のうち、ニッケルと固溶しない元素は、ニッケルと固溶するパラジウムや銅といった元素と固溶しながらパラジウムや銅を微細化する効果を有しているので添加することが望ましい。

【 0 0 2 9 】

異種金属の微粒子の凝集を抑制するために保護コロイド剤が、還元工程水溶液に含まれることが望ましい。

保護コロイド剤としては、異種金属の微粒子（例えば、パラジウムからなるコロイド粒子）を取り囲み、保護コロイドの形成に寄与するものであればよく、特にゼラチンが好ましいが、その他、ポリビニルピロリドン、アラビアゴム、ヘキサメタリン酸ナトリウム、ポリビニルアルコールなどを用いることもできる。

保護コロイド剤の添加量は、ニッケル質量 1 0 0 % に対して、0 . 0 0 2 5 ~ 0 . 2 質量 % が望ましい。理由としては、ニッケル中に有機化合物である分散剤が不純物として残留しやすいためである。

【 0 0 3 0 】

さらに、異種金属のコロイド状の微粒子を作製する際の温度は、特に制限されないが、5 0 ~ 9 5 が好ましく、特に 6 0 ~ 8 5 が好ましく、極力攪拌されていることが望ましい。

加温する理由としては、保護コロイド剤のゼラチンの絡み合った高分子鎖が解され、所望の保護コロイド効果が発揮されやすいからである。また極力攪拌する理由としては、十分に攪拌されていない場合、微細な核が得られず、ニッケルの化学種から合成されるニッケル粉末の粒径が所望レベルに制御できないためである。

【 0 0 3 1 】

水溶液Ⅰと水溶液ⅠⅠⅠが混合されて得られる還元工程水溶液の p H は 1 0 以上であり、望ましくは 1 2 以上である。p H が 1 0 未満ではニッケルの化学種がニッケルに還元されにくくなるためである。

【 0 0 3 2 】

水溶液Ⅰ、水溶液ⅠⅠ、水溶液ⅠⅠⅠが混合される前の温度は、室温付近 2 5 として、その後加温保持してもよいし、混合前にも加温して、その後、更に加温保持しても良い。

還元工程水溶液の温度が、5 0 ~ 8 5 になれば還元反応が進行してニッケルの化学種がニッケルまで還元される。

10

20

30

40

50

このように還元工程水溶液中で、ニッケルの化学種がニッケルまで還元されてニッケル粉末を生じる工程が、本発明におけるニッケル還元工程であり、その還元処理の進行に伴い、還元工程水溶液中のニッケルの化学種と還元剤が消費され、ニッケル粉末が還元工程水溶液中に合成される。

【 0 0 3 3 】

ニッケルよりもイオン化傾向が小さい異種金属の水溶液、ニッケル塩水溶液、還元剤、錯化剤が、混合される際の反応器は、回分式反応器、半回分式反応器もしくは流通管型反応器のいずれでもよい。

合成したニッケル粉末は、公知の固液分離方法により、液体を分離すると、平均粒径 10 nm ~ 150 nm のニッケル粉末が得られる。

【 0 0 3 4 】

[第 2 の工程]

合成されたニッケル粉末は、不純物がニッケル粉末表面に残留し、かつ凝集体となっていることが多いので洗浄、解砕処理を行う。なお、ニッケル粉末に残留する不純物は、気相法、湿式法、固相法のいずれの場合も、原材料にニッケル塩を使用するため存在する。

【 0 0 3 5 】

不純物除去は、純水を媒体として所定時間攪拌した後に固液分離し、形成されたケーキ層を貫通洗浄することによってなされることが多い。不純物除去されたケーキ状態のニッケル粉末の解砕は、純水もしくはエタノールなどのアルコールを溶媒としてニッケル粉末が再スラリー化された後に、湿式分散機で行われることが多い。アルコールを溶媒として分散処理した際には、水スラリーとするために、再度、水置換すれば良い。

【 0 0 3 6 】

別の方法としては、純水を媒体としたニッケル粉末のスラリーを所定時間攪拌した後に、そのスラリーに更に一定量の純水を添加しながら、湿式分散機と限外ろ過器を経由させ、循環させてニッケル粉末のスラリーに含まれる不純物を低減する方法が考えられる。

十分にニッケル粉末が洗浄されたかは、得られたニッケルケーキを貫通した純水や限外ろ過器から排出された純水の電気伝導度を調べることで判定できる。例えば、 $50 \mu S / cm$ 以下であれば、洗浄できていると判定できる。

なお、不純物除去や凝集体の解砕の処理にかかる時間においては、ニッケル粉末の表面に水酸化ニッケルの突起が発生したり、水酸化ニッケル粉末が発生したりすることは確認されない。

【 0 0 3 7 】

[第 3 の工程]

不純物の除去および解砕されたニッケル粉末の水スラリーは、ニッケル粉末の濃度が 30 質量 % 以下であり、ニッケル粉末の濃度の調製（濃縮）を行う必要があることが多い。そのために静置沈降し上澄み液を除去する。固形分濃度が高くなり過ぎると、抗酸化物質を添加した際にニッケル粉末表面に抗酸化物質を均一に行き渡らせることが困難となるため、液体状の流動性が保てる程度に濃縮した調製後スラリーとすることが望ましい。

【 0 0 3 8 】

流動性が保持された調製後スラリーは、その後、固形の抗酸化物質を添加して攪拌して均質化しても良いし、固形の抗酸化物質を溶解した水溶液を添加して攪拌して均質化しても良い。なお、水溶液を添加して攪拌する方が均質化しやすいため好ましい。

その添加量は、「ニッケル量に対して 0 . 1 ~ 5 質量 % 」である。

【 0 0 3 9 】

水溶性の抗酸化物質としてはアスコルビン酸、グルタチオン、メラトニン、ポリフェノール類が知られている。このうち、アスコルビン酸の一部のアスコルビン酸化合物やポリフェノール類の一部のカテキン類は水に溶解し、有益である。

アスコルビン酸、アスコルビン酸ナトリウム、アスコルビン酸カルシウムなどのアスコルビン酸金属塩は水に溶解するので本発明で用いることができる。アスコルビン酸金属塩は、アスコルビン酸と同様抗酸化作用を備える。

カテキン類では、エピカテキン、エピガロカテキン、エピガロカテキンガラートが望ましく、水への溶解性からエピガロカテキン、エピガロカテキンガラートがより望ましい。

【 0 0 4 0 】

以上、説明してきたように、第 1 の工程から第 3 の工程を経て製造されたニッケル粉末の水スラリーは、純水とニッケル粉末のみのスラリーにおいてニッケル粉末表面に水酸化ニッケルが発生するタイミングとなっても、抗酸化物質が優先的に酸化されニッケル粉末表面に突起状の水酸化ニッケルが発生することはない。

抗酸化物質は、選択的に水酸基が酸化されアルデヒドになり、更にはカルボキシル基にまで酸化されることによって、ニッケル粉末の酸化が抑制されているものと推定される。

【 0 0 4 1 】

10

第 1 の工程から第 3 の工程を経て製造し 2 週間保管したニッケル粉末の水スラリーと、第 1 の工程から第 3 の工程のうち抗酸化物質を加えることのみ省略し 2 週間保管したニッケル粉末の水スラリーと、製造直後のニッケル粉末の水スラリーをサンプリングして、エネルギー分散型 X 線分光 (以下、E D X) が備え付けられた電界放出型走査型電子顕微鏡 (以下、F E - S E M) の試料台に塗布して室温にて乾燥し、それらを観察した。

抗酸化物質が加えられていない水スラリーでは、製造直後のニッケル粉末の水スラリーでは観察されないニッケル粉末表面の突起状の異形状物質が確認された。確認された突起状の異形状物質および針状の異形状物質の組成分析を E D X で行ったところ、異形状物質が確認された部分は、異形状物質が存在しないニッケル粉末の部分よりも酸素に帰属する強いピークが確認された。更に、これらの物質を同定するために、X 線回折装置 (以下、X R D) で X R D パターンを確認したところ、ニッケルおよび水酸化ニッケルに帰属するピークが確認された。

20

以上から、発生している針状物質は主に水酸化ニッケルであると推定される。

【 0 0 4 2 】

なお、本発明に係るニッケル粉末の水スラリーは、水を導電ペーストに用いるタービネオールなどの有機溶剤に置換することで、導電ペーストとすることができる。

すなわち、本発明によって、異形状物質が含まれず十分に分散した平均粒径 1 0 n m ~ 1 5 0 n m のナノレベルのニッケル粉末の水スラリーを得ることができ、導電ペーストを製造することができる。更には、ロールミルなどの混練装置による混練工程を経ることなく、導電ペーストを得ることも可能となる。

30

【実施例】

【 0 0 4 3 】

以下、実施例によって本発明を更に詳細に説明するが、本発明は、これらの実施例によって何ら限定されるものではない。

ニッケル粉末の平均粒径の評価、ニッケル粉末表面に発生する突起状の水酸化ニッケルの有無の評価手段を以下に示す。

【 0 0 4 4 】

(1) ニッケル粉末表面の突起状の水酸化ニッケルの有無の評価

所定時間が経過したニッケル粉末のスラリーからサンプリングを行い、F E - S E M の試料台に塗布して室温にて乾燥する。その後、S E M にて試料台を観察して、ニッケル粉末の表面に突起物が存在しているか否かを確認した。

40

図 1、2 はニッケル粉末表面評価の基準を示す S E M 像で、図 1 と同様な状態の像が得られた場合は、表面に突起物が存在しているとして「異形状物有」と判定し、図 2 と同様な状態の像が得られた場合は、表面に異常突起物は存在していないとして「異形状物無」と判定した。

【 0 0 4 5 】

(2) ニッケル粉末の平均粒径

ニッケル粉末を F E - S E M により倍率 1 0 0 , 0 0 0 倍で観察して粒子形状を測定した。また平均粒径は、その観察像の写真を撮影し、写真中の粒子形状の全様が見える粒子の面積を測定し、面積から各粒子の直径を求め、その平均値により定めた。

50

【実施例 1】

【0046】

[第1の工程]

水溶液ⅠⅠⅠの調製には、純水600Lにゼラチン0.5gを溶解させた後、ヒドラジン濃度が0.02g/Lとなるようにヒドラジンを混合した。

次に、ニッケルに対してパラジウムが500質量ppmとなるようにジクロロテトラアンミンパラジウムとニッケルに対して銀が5質量ppmとなるクロロジアンミン銀とを含む混合水溶液を作製し、ゼラチンとヒドラジンが含まれる先に作製した水溶液ⅠⅠⅠに滴下してコロイド溶液を得た。このコロイド溶液に水酸化ナトリウムを添加し、pHを10以上とした後、更にヒドラジン濃度が26g/Lとなるまでヒドラジンを添加して、パラジウムと微量の銀からなる複合コロイド粒子が混合された水溶液ⅠⅠⅠと水溶液ⅠⅠの混合液のアルカリ性ヒドラジン溶液を作製し、ニッケルを還元するためのアルカリ性ヒドラジン溶液とした。

10

【0047】

そして、水溶液ⅠⅠⅠと水溶液ⅠⅠの混合液のアルカリ性コロイド溶液に、酒石酸800gを添加した後に、水溶液Ⅰであるニッケル水溶液としてニッケル濃度100g/Lの塩化ニッケル水溶液を50L滴下して、ニッケルの化学種の還元を行って、ニッケル粉末を合成した。

得られたニッケル粉末の平均粒径は100nmであった。

20

【0048】

[第2の工程]

得られたニッケル粉末を静置沈降し、反応後液を極力除去した後に、純水600Lを添加して混合攪拌した上澄み液600Lを除去するデカンテーションを3回繰り返した後にデンバー濾過器にて固液分離を行った。その後、100L掛け水洗浄し、得られたケーキに純水30Lを添加して再スラリー化して、湿式のジェットミルにて水中分散した。

【0049】

[第3の工程]

水中分散状態を、静置沈降して上澄み液を除去した後に、0.1μm孔径のフィルターを用いて水分が60質量%になるまで濃縮した調製後スラリーを作製した。

【0050】

30

その後、調製後スラリーに、アスコルビン酸25gと純水100gの混合溶液を添加、攪拌して、水と抗酸化物質とニッケル粉末を含む所望の水スラリーを得た。

【0051】

[試験・評価]

製造した直後、製造して7日経過、14日経過したスラリーに含まれるニッケル粉末の表面状態をFE-SEMで観察し、突起状の異物が発生しているかを確認した。

その結果を表1に示す。

【実施例 2】

【0052】

実施例1と同様に第1の工程、第2の工程を実施した。

40

その後、第3の工程としてエピガロカテキン25gと純水100gの混合溶液を添加、攪拌して、水と抗酸化物質とニッケル粉末の水スラリーを得た。

実施例1と同様に試験・評価を行い、その結果を表1に示す。

【0053】

(比較例1)

実施例1と同様に第1の工程、第2の工程を実施した。

その後、第3の工程として抗酸化物質を含まない純水100gを添加して攪拌して、ニッケル粉末の水スラリーを得た。

実施例1と同様に試験・評価を行い、その結果を表1に示す。

【0054】

50

【表 1】

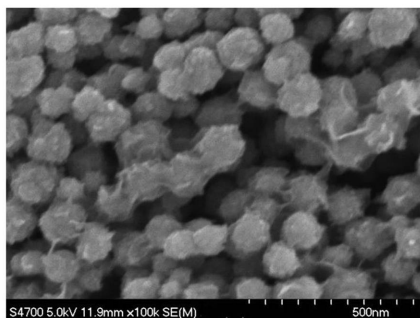
	異形状物の 確認 (製造直後)	異形状物の 確認 (7日経過後)	異形状物の 確認 (14日経過後)
実施例 1	無	無	無
実施例 2	無	無	無
比較例 1	無	有	有

10

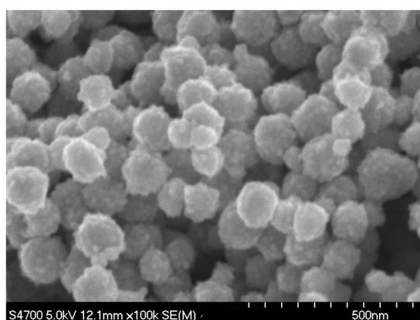
【0055】

本発明にかかる実施例 1、2 では製造後 14 日経過しても異形状物の発生は確認できなかった。一方、比較例 1 では 7 日経過後で、すでに異形状物の発生が見られ、本発明による効果が顕著に表れた。

【図 1】



【図 2】



 フロントページの続き

(51)Int.Cl.			F I		
C 0 9 K	15/08	(2006.01)	C 0 9 K	15/08	
B 2 2 F	9/24	(2006.01)	B 2 2 F	9/24	C

(56)参考文献 特表 2 0 1 3 - 5 0 4 6 9 2 (J P , A)
 国際公開第 2 0 1 5 / 1 6 3 2 5 8 (W O , A 1)
 国際公開第 2 0 1 0 / 0 7 1 1 1 1 (W O , A 1)
 国際公開第 0 1 / 0 5 7 8 8 5 (W O , A 1)

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

B 2 2 F	9 / 0 0
B 2 2 F	1 / 0 0
B 2 2 F	9 / 2 4
C 0 9 K	1 5 / 0 6
C 0 9 K	1 5 / 0 8
H 0 1 B	1 / 2 2
H 0 1 B	1 3 / 0 0