

【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 3 区分

【発行日】平成28年9月8日 (2016.9.8)

【公開番号】特開2015-163675(P2015-163675A)

【公開日】平成27年9月10日 (2015.9.10)

【年通号数】公開・登録公報2015-057

【出願番号】特願2014-231476(P2014-231476)

【国際特許分類】

C 0 9 K 11/08 (2006.01)

C 0 9 K 11/61 (2006.01)

C 0 9 K 11/67 (2006.01)

C 0 9 K 11/68 (2006.01)

【 F I 】

C 0 9 K 11/08 A

C 0 9 K 11/61 C P F

C 0 9 K 11/67

C 0 9 K 11/68

【手続補正書】

【提出日】平成28年7月21日 (2016.7.21)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 2 6

【補正方法】変更

【補正の内容】

【 0 0 2 6 】

[ 実施例 3 ]

4 0 質量 % のチタンフッ化水素酸 ( $\text{H}_2\text{TiF}_6$ ) 水溶液 (森田化学工業 (株) 製) 4 3  $\text{cm}^3$  を、まず 5 0 質量 %  $\text{HF}$  2 , 4 5 8  $\text{cm}^3$  と混合した。これに、実施例 1 と同じ予  $\text{K}_2\text{MnF}_6$  粉末を 1 4 . 8 g 加えて攪拌し溶解させた (第 1 の溶液:  $\text{Ti} - \text{F} - \text{Mn}$ )。

これとは別に、 $\text{KHF}_2$  4 6 8 . 6 g を純水 1 , 9 1 0  $\text{cm}^3$  と混合し溶解させた (第 2 の溶液:  $\text{K} - \text{H} - \text{F}$ )。

両液を実施例 2 と同様に容器ごと冷水浴につけ、1 0 に冷却した。

第 1 の溶液を攪拌翼とモーターを用いて攪拌しながら、第 2 の溶液を 1 分 3 5 秒かけて少しずつ加えていった。液の温度は 2 2 になり、淡橙色の沈殿 ( $\text{K}_2\text{TiF}_6 : \text{Mn}$ ) が生じた。更に 1 0 分攪拌を続けたのち、この沈殿をブフナー漏斗で濾別し、できるだけ脱液した。更にアセトンで洗浄し、脱液、真空乾燥して、 $\text{K}_2\text{TiF}_6 : \text{Mn}$  の粉末製品 2 5 0 . 2 g を得た。

ここまでの反応に用いた原料の仕込み量から計算すると、混合後の全液中の  $\text{Ti}$  の濃度は 0 . 2 9 7 モル / リットル、 $\text{K} / (\text{Ti} + \text{Mn}) = 3 . 8 5$  (モル比)、フッ化水素の量は全体の 2 5 . 8 質量 % であった。

実施例 1 と同様にして測定した粒度分布の結果は、 $D_{10} = 1 7 . 2 \mu\text{m}$ 、 $D_{50} = 5 7 . 3 \mu\text{m}$ 、 $D_{90} = 1 1 3 . 5 \mu\text{m}$  であった。