

【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 09 K 11/08 (2006.01)

C 09 K 11/61 (2006.01)

C 09 K 11/67 (2006.01)

C 09 K 11/68 (2006.01)

【F I】

C 09 K 11/08 A

C 09 K 11/61 C P F

C 09 K 11/67

C 09 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】0026

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0026】

【実施例3】

40質量%のチタンフッ化水素酸(H_2TiF_6)水溶液(森田化学工業(株)製)43.6cm³を、まず50質量%HF2, 45.8cm³と混合した。これに、実施例1と同じ予K₂MnF₆粉末を14.8g加えて攪拌し溶解させた(第1の溶液: Ti-F-Mn)。

これとは別に、KHF₂46.8.6gを純水1, 91.0cm³と混合し溶解させた(第2の溶液: K-H-F)。

両液を実施例2と同様に容器ごと冷水浴につけ、10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35秒かけて少しずつ加えていった。液の温度は22になり、淡橙色の沈殿(K₂TiF₆: Mn)が生じた。更に10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、K₂TiF₆: Mnの粉末製品250.2gを得た。

ここまで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Tiの濃度は0.297モル/リットル、K/(Ti+Mn)=3.85(モル比)、フッ化水素の量は全体の25.8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、D10=17.2μm、D50=57.3μm、D90=113.5μmであった。