

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号  
特許第7506883号  
(P7506883)

(45)発行日 令和6年6月27日(2024.6.27)

(24)登録日 令和6年6月19日(2024.6.19)

(51)国際特許分類		F I			
B 0 1 D	9/02 (2006.01)	B 0 1 D	9/02	6 0 2 Z	
C 0 7 C	231/24 (2006.01)	B 0 1 D	9/02	6 0 1 K	
C 0 7 C	233/25 (2006.01)	B 0 1 D	9/02	6 0 1 J	
C 0 7 D	277/32 (2006.01)	B 0 1 D	9/02	6 0 3 A	
		B 0 1 D	9/02	6 0 4	
請求項の数 4 (全9頁) 最終頁に続く					
(21)出願番号 特願2022-535999(P2022-535999)		(73)特許権者 000004064			
(86)(22)出願日 令和2年7月13日(2020.7.13)				日本碍子株式会社	
(86)国際出願番号 PCT/JP2020/027256				愛知県名古屋瑞穂区須田町 2 番 5 6 号	
(87)国際公開番号 WO2022/013919		(73)特許権者 504176911			
(87)国際公開日 令和4年1月20日(2022.1.20)				国立大学法人大阪大学	
審査請求日 令和5年3月7日(2023.3.7)				大阪府吹田市山田丘 1 番 1 号	
		(74)代理人 110000017			
				弁理士法人アイテック国際特許事務所	
		(72)発明者 藤内 謙光			
				大阪府吹田市山田丘 1 番 1 号 国立大学	
				法人大阪大学内	
		(72)発明者 加藤 大貴			
				愛知県名古屋瑞穂区須田町 2 番 5 6 号	
				日本碍子株式会社内	
		(72)発明者 近藤 良夫			
				最終頁に続く	

(54)【発明の名称】 精製方法

(57)【特許請求の範囲】

【請求項 1】

複数の結晶形を持つ化合物の特定の結晶形を選択的に得る精製方法であって、  
前記化合物は、フェブキソスタット又はアセトアミノフェンであり、  
前記複数の結晶形の赤外線吸収スペクトルにおいて前記特定の結晶形の吸収率に対する  
前記特定の結晶形以外の結晶形の吸収率の比が 1 . 3 以上である赤外線波長を目標波長に  
設定し、前記目標波長を含む赤外線を放出可能な赤外線放出装置を用いて、前記溶液に前  
記目標波長を含む赤外線を照射させながら前記溶媒を蒸発させて前記特定の結晶形を選択  
的に析出させる、

精製方法。

【請求項 2】

前記赤外線放出装置は、板状の放射体と、熱源としての面状ヒーターとを有する、  
請求項 1 に記載の精製方法

【請求項 3】

前記赤外線放出装置は、前記目標波長にピークを有する赤外線を放出可能である、  
請求項 1 又は 2 に記載の精製方法。

【請求項 4】

前記赤外線放出装置は、外から内に向かって金属パターンと誘電体層と金属基板とがこ  
の順に積層された構造体から前記目標波長にピークを有する赤外線を放出するものであり  
、前記金属パターンは、前記誘電体層上に同じ形状で同じサイズの金属電極が互いに等間

隔に配列されたものであり、前記金属電極の幅に応じて放射する赤外線のパーク波長が変化する、

請求項 3 に記載の精製方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、精製方法に関する。

【背景技術】

【0002】

目的とする有機化合物を精製する方法として、蒸留、再結晶、クロマトグラフィ、抽出などが一般的に知られている。また、レーザ光を利用した有機化合物の精製方法が特許文献 1 に開示されている。特許文献 1 では、結晶形として安定形及び準安定形を含む物質の溶液から準安定形の物質を選択的に製造するにあたり、溶液中へレーザ光を照射することにより気泡を発生させて準安定形結晶核を発生させ、準安定形結晶を選択的に製造している。

10

【先行技術文献】

【特許文献】

【0003】

【文献】特開 2014 - 189462 号公報

【発明の概要】

20

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

しかしながら、特許文献 1 では、レーザ光照射は溶液中に気泡を発生させるために行っており、物質に特有の赤外吸収波長光については着目されていない。

【0005】

本発明はこのような課題を解決するためになされたものであり、特定の結晶形を選択的に得ることを主目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0006】

本発明の精製方法は、

30

複数の結晶形を持つ化合物の特定の結晶形を選択的に得る精製方法であって、

前記複数の結晶形の赤外線吸収スペクトルにおいて前記特定の結晶形の吸収率に対する前記特定の結晶形以外の結晶形の吸収率の比が 1 . 3 以上である赤外線波長を目標波長に設定し、前記目標波長を含む赤外線を放出可能な赤外線放出装置を用いて、前記溶液に前記目標波長を含む赤外線を照射させながら前記溶媒を蒸発させて前記特定の結晶形を選択的に析出させる、

ものである。

【0007】

この精製方法によれば、特定の結晶形を選択的に得ることができる。特定の結晶形が選択的に得られる理由は明らかではないが、以下のように考えられる。すなわち、特定の結晶形の吸収率に対する特定の結晶形以外の結晶形の吸収率の比が 1 . 3 以上である目標波長を含む赤外線が溶液に照射されると、溶液中の特定の結晶形以外の結晶形は特定の結晶形に比べて熱振動が活発になり結晶核が生成されにくくなり、その結果特定の結晶形が選択的に析出すると考えられる。

40

【図面の簡単な説明】

【0008】

【図 1】精製装置 1 の斜視図（一部を断面で示した）。

【図 2】赤外線ヒーター 10 の部分底面図。

【図 3】フェブキソスタットの赤外線吸収スペクトルを示すグラフ。

【図 4】アセトアミノフェンの赤外線吸収スペクトルを示すグラフ。

50

## 【発明を実施するための形態】

## 【0009】

以下に本発明の好適な実施形態について説明する。

## 【0010】

本実施形態の精製方法は、複数の結晶形を持つ化合物の特定の結晶形を選択的に得る精製方法であって、複数の結晶形の赤外線吸収スペクトルにおいて特定の結晶形の吸収率に対する特定の結晶形以外の結晶形の吸収率の比が1.3以上である赤外線波長を目標波長に設定し、目標波長を含む赤外線を放出可能な赤外線放出装置を用いて、溶液に目標波長を含む赤外線を照射させながら溶媒を蒸発させて特定の結晶形を選択的に析出させるものである。

10

## 【0011】

例えば、2つの結晶形a, bを持つ有機化合物Xが溶媒に溶解した溶液から、溶媒を蒸発させて特定の結晶形aを選択的に析出させる場合について説明する。ここでは、結晶形a, bの赤外線吸収スペクトルの所定の波長 $[\mu\text{m}]$ における吸収率を $A_a$ ,  $A_b$ としたとき、 $A_b/A_a \geq 1.3$ の関係を満たすものとする。この場合、所定の波長 $[\mu\text{m}]$ を目標波長に設定し、その波長 $[\mu\text{m}]$ を含む赤外線を放出可能な赤外線放出装置を用いて、溶液にその赤外線を照射させながら溶媒を蒸発させる。これにより、結晶形aが選択的に析出する。結晶形aが選択的に析出する理由は明らかではないが、以下のように考えられる。すなわち、波長 $[\mu\text{m}]$ における結晶形aの吸収率に対する結晶形bの吸収率の比( $A_b/A_a$ )が1.3以上であるため、その波長 $[\mu\text{m}]$ を含む赤外線が溶液に照射されると、溶液中の結晶形bは結晶形aに比べて熱振動が活発になり結晶核が生成されにくくなり、その結果結晶形aが選択的に析出すると考えられる。なお、 $A_b/A_a$ が1.3未満になると、結晶形aが選択的に析出しにくくなるため、好ましくない。例えば、波長 $[\mu\text{m}]$ を含む赤外線として波長 $[\mu\text{m}]$ にピークを有する赤外線を用いてもよい。

20

## 【0012】

本実施形態の精製方法で精製可能な化合物としては、特に限定するものではないが、例えば、フェブキシソタットやアセトアミノフェンなどが挙げられる。化合物を溶解させる溶媒としては、特に限定するものではないが、例えば2-プロパノールなどが挙げられる。

## 【0013】

本実施形態の精製方法では、波長 $[\mu\text{m}]$ を含む赤外線を放出可能な赤外線放出装置であれば、どのようなものでも用いることができる。例えば、赤外線放出装置としては、板状の放射体と、熱源としての面状ヒーターとを有するものを用いることができる。また、赤外線放出装置としては、波長 $[\mu\text{m}]$ にピークを有する赤外線、特に波長 $[\mu\text{m}]$ にピークを有する半値幅の狭い赤外線を放出可能な赤外線放出装置を用いることが好ましい。そのような赤外線放出装置としては、例えば、メタマテリアルエミッターやフィルタ付きの赤外線放出装置などが挙げられる。メタマテリアルエミッターとしては、MIM (Metal-Insulator-Metal) タイプ、マイクロキャピティタイプ、メタアトムタイプ、積層タイプなどが挙げられる。MIMタイプについては、例えば参考文献1 (JSME TED Newsletter, No.74, pp.7-10, 2014) に記載されたものを用いることができる。このMIMタイプについては、後で詳述する。マイクロキャピティタイプやメタアトムタイプとしては、例えば参考文献2 (JSME TED Newsletter, No.74, pp.2-6, 2014) に記載されたものを用いることができる。積層タイプとしては、例えば参考文献3 (ACS Cent. Sci., Vol.5, pp319-326, 2019) に記載されたものを用いることができる。フィルタ付きの赤外線放出装置としては、例えば特許第6442355号公報に記載された赤外線ヒーターを用いることができる。

30

40

## 【0014】

図1は、精製装置1の斜視図であり、一部を断面で示した。図2は、赤外線ヒーター10の部分底面図である。なお、左右方向、前後方向及び上下方向は、図1に示した通りとする。

50

## 【 0 0 1 5 】

精製装置 1 は、赤外線ヒーター 1 0 を用いてフラットシャーレ 2 0 内の溶液 2 2 から特定の結晶形を析出させる装置である。溶液 2 2 は、複数の結晶形を持つ化合物を溶媒に溶解させたものである。

## 【 0 0 1 6 】

赤外線ヒーター 1 0 は、M I M タイプのメタマテリアルエミッターの一例であり、ヒーター本体 1 1 と、構造体 3 0 と、ケーシング 7 0 とを備えている。この赤外線ヒーター 1 0 は、下方に配置されたフラットシャーレ 2 0 内の溶液 2 2 に向けて赤外線を放射する。

## 【 0 0 1 7 】

ヒーター本体 1 1 は、いわゆる面状ヒーターとして構成されており、線状の部材をジグザグに湾曲させた発熱体 1 2 と、発熱体 1 2 に接触して発熱体 1 2 の周囲を覆う絶縁体である保護部材 1 3 とを備えている。発熱体 1 2 の材質としては、例えば W , M o , T a , F e - C r - A l 合金及び N i - C r 合金などが挙げられる。保護部材 1 3 の材質としては、例えばポリイミドなどの絶縁性の樹脂やセラミックス等が挙げられる。ヒーター本体 1 1 は、ケーシング 7 0 の内部に配置されている。発熱体 1 2 の両端は、ケーシング 7 0 に取り付けられた図示しない一対の入力端子にそれぞれ接続されている。この一対の入力端子を介して、発熱体 1 2 に外部から電力を供給可能である。なお、ヒーター本体 1 1 は、絶縁体にリボン状の発熱体を巻き付けた構成の面状ヒーターとしてもよい。

10

## 【 0 0 1 8 】

構造体 3 0 は、発熱体 1 2 の下方に配設された板状の放射体である。構造体 3 0 は、赤外線ヒーター 1 0 の下方外側から内側に向かって、第 1 導体層 3 1 ( 金属パターン ) と、誘電体層 3 4 と、第 2 導体層 3 5 ( 金属基板 ) と、支持基板 3 7 とがこの順に積層されている。構造体 3 0 は、ケーシング 7 0 の下方の開口を塞ぐように配置されている。

20

## 【 0 0 1 9 】

第 1 導体層 3 1 は、図 2 に示すように、誘電体層 3 4 上に同じ形状で同じサイズの金属電極 3 2 が互いに等間隔に配設された周期構造をもつ金属パターンとして構成されている。具体的には、第 1 導体層 3 1 は、複数の四角形状の金属電極 3 2 が誘電体層 3 4 上で左右方向に間隔 D 1 ずつ離れて互いに等間隔に配設されると共に前後方向に間隔 D 2 ずつ離れて互いに等間隔に配設された金属パターンとして構成されている。金属電極 3 2 は、厚さ ( 上下高さ ) が横幅 W 1 ( 左右方向の幅 ) 及び縦幅 W 2 ( 前後方向の幅 ) よりも小さい形状をしている。金属パターンの横方向の周期は  $1 = D 1 + W 1$ 、縦方向の周期は  $2 = D 2 + W 2$  である。ここでは D 1 と D 2 とは等しく、W 1 と W 2 とは等しいとする。金属電極 3 2 の材料としては、例えば金、アルミニウム ( A l ) などが挙げられる。金属電極 3 2 は、図示しない接着層を介して誘電体層 3 4 に接合されている。接着層の材質としては、例えばクロム ( C r )、チタン ( T i )、ルテニウム ( R u ) などが挙げられる。

30

## 【 0 0 2 0 】

誘電体層 3 4 は、上面が第 2 導体層 3 5 に接合された平板状の部材である。誘電体層 3 4 は、第 1 導体層 3 1 と第 2 導体層 3 5 との間に挟まれている。誘電体層 3 4 の下面のうち金属電極 3 2 が配設されていない部分は、対象物に赤外線を放射する放射面 3 8 となっている。誘電体層 3 4 の材質としては、例えばアルミナ ( A l <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) , シリカ ( S i O <sub>2</sub> ) などが挙げられる。

40

## 【 0 0 2 1 】

第 2 導体層 3 5 は、上面が支持基板 3 7 に図示しない接着層を介して接合された金属板である。第 2 導体層 3 5 の材質は、第 1 導体層 3 1 と同様の材質を用いることができる。接着層の材質としては、例えばクロム ( C r )、チタン ( T i )、ルテニウム ( R u ) などが挙げられる。

## 【 0 0 2 2 】

支持基板 3 7 は、ケーシング 7 0 の内部に図示しない固定具などにより固定された平板状の部材であり、第 1 導体層 3 1、誘電体層 3 4 及び第 2 導体層 3 5 を支持する。支持基板 3 7 の材質としては、例えば S i ウェハ、ガラスなどのように、平滑面が維持しやすく

50

、耐熱性が高く、熱反りが低い素材が挙げられる。支持基板 37 は、ヒーター本体 11 の下面に接触していてもよいし、接触せず空間を介して上下に離間して配設されていてもよい。支持基板 37 とヒーター本体 11 とが接触している場合には両者は接合されていてもよい。

#### 【0023】

こうした構造体 30 は、特定の波長の赤外線を選択的に放射する特性を有するメタマテリアルエミッターとして機能する。この特性は、マグネティックポラリトン (Magnetic polariton) で説明される共鳴現象によるものと考えられている。なお、マグネティックポラリトンとは、上下 2 層の導体 (第 1 導体層 31 及び第 2 導体層 35) 間の誘電体 (誘電体層 34) 内において強い電磁場の閉じ込め効果が得られる共鳴現象のことである。これにより、構造体 30 では、誘電体層 34 のうち第 2 導体層 35 と金属電極 32 とによって挟まれる部分が赤外線の放射源となる。そして、その放射源から放たれる赤外線は金属電極 32 をまわり込んで、誘電体層 34 のうち金属電極 32 が配設されていない部分 (すなわち放射面 38) から周囲環境に放射される。また、この構造体 30 では、第 1 導体層 31、誘電体層 34 及び第 2 導体層 35 の材質や、第 1 導体層 31 の形状及び周期構造を調整することで、共鳴波長を調整することができる。これにより、構造体 30 の放射面 38 から放射される赤外線は、特定の波長の赤外線の放射率が高くなる特性を示す。本実施形態では、構造体 30 が、波長  $0.9 \mu\text{m}$  以上  $2.5 \mu\text{m}$  以下 (好ましくは  $2.5 \mu\text{m}$  以上  $2.5 \mu\text{m}$  以下 ( $4000 \sim 400 \text{ cm}^{-1}$ )) の範囲内に半値幅が  $2.0 \mu\text{m}$  以下 (好ましくは  $1.5 \mu\text{m}$  以下、より好ましくは  $1.0 \mu\text{m}$  以下) で放射率が  $0.7$  以上 (好ましくは  $0.8$  以上) の最大ピークを有する赤外線を放射面 38 から放射する特性を有するように、上述した材質、形状及び周期構造などが調整される。すなわち、構造体 30 は、半値幅が比較的小さく放射率が比較的高い急峻な最大ピークを有する赤外線を放射する特性を有する。半値幅は、特に限定するものではないが、例えば  $2.0 \mu\text{m}$  以下が好ましく、 $1.5 \mu\text{m}$  以下がより好ましく、 $1.0 \mu\text{m}$  以下が更に好ましい。

#### 【0024】

ケーシング 70 は、内部に空間を有し且つ底面が開放された略直方体の形状をしている。このケーシング 70 内部の空間に、ヒーター本体 11 及び構造体 30 が配置されている。ケーシング 70 は、発熱体 12 から放出される赤外線を反射するように金属 (例えば SUS やアルミニウム) で形成されている。

#### 【0025】

こうした精製装置 1 の使用例を以下に説明する。先ほど述べたように、2 つの結晶形 a, b を持つ有機化合物 X が溶媒に溶解した溶液から、溶媒を蒸発させて特定の結晶形 a を選択的に析出させる場合を例にとって説明する。ここでも、結晶形 a, b の赤外線吸収スペクトルの所定の波長  $[\mu\text{m}]$  における吸収率を  $A_a$ ,  $A_b$  としたとき、 $A_b / A_a$   $1.3$  の関係を満たすものとする。

#### 【0026】

まず、赤外線ヒーター 10 の第 1 導電層 31 の下方位置に溶液 22 の入ったフラットシャーレ 20 を配置する。溶液 22 は、有機化合物 X が溶媒に溶解したものである。次に、図示しない電源から入力端子を介して発熱体 12 の両端に電力を供給する。電力の供給は、発熱体 12 の温度が予め設定された温度 (特に限定するものではないが、例えば数百) になるように行う。所定の温度に達した発熱体 12 からは、伝導・対流・放射の伝熱 3 形態のうち 1 以上の形態によって周囲にエネルギーが伝達され、構造体 30 が加熱される。その結果、構造体 30 は所定温度に上昇し、二次放射体となって、赤外線を放射するようになる。

#### 【0027】

この場合、所定の波長  $[\mu\text{m}]$  を目標波長に設定し、その波長  $[\mu\text{m}]$  にピークを有する赤外線が構造体 30 から放射されるように設定する。具体的には、構造体 30 から放射される赤外線が所定の波長  $[\mu\text{m}]$  にピークを有する赤外線となるように、構造体 30 の金属電極 32 の間隔  $D_1$ ,  $D_2$ 、金属電極 32 の幅  $W_1$ ,  $W_2$  及び金属パターンの

周期 1, 2 を設定する。フラットシャーレ 20 内の溶液 22 に波長 [  $\mu\text{m}$  ] にピークを有する赤外線照射すると、時間の経過と共に溶液 22 の溶媒が蒸発し、最終的に結晶形 a の有機化合物 X の結晶が選択的に析出する。

【0028】

上述した赤外線ヒーター 10 は、目的波長の赤外線を主として放射するように設計されているが、構造体 30 の赤外線放射において、目的波長以外の放射をすべて除外することは困難であり、また大気下では、ヒーター各部からの周囲への対流放熱も予測される。したがって、実際のプロセスを構成する場合、こうした付随の熱流動が起因となって原料等が過度に温度上昇しないよう、装置形状等に各種考慮がなされるべきである。

【0029】

以上詳述した本実施形態の精製方法によれば、特定の結晶形を選択的に得ることができる。また、MIMタイプの赤外線ヒーター 10 を用いるため、放射する赤外線のピーク波長を目的波長に精度よく合うように設計することができる。ここで、赤外線ヒーター 10 の第 1 導体層 31 は、同じ形状で同じサイズの金属電極 32 が互いに等間隔に配設された周期構造をもつ金属パターンとして構成されている。赤外線ヒーター 10 は、金属電極 32 の横幅 W1 及び縦幅 W2 に応じて放射する赤外線のピーク波長が変化する。金属電極 32 の横幅 W1 及び縦幅 W2 は、例えば周知の電子線描画装置による描画とリフトオフにより設計値通りに精度よく作ることができる。そのため、赤外線ヒーター 10 から放射される赤外線のピーク波長を目的波長に合わせる作業を、比較的簡単に且つ精度よく行うことができる。

【0030】

なお、本発明は上述した実施形態に何ら限定されることはなく、本発明の技術的範囲に属する限り種々の態様で実施し得ることはいうまでもない。

【0031】

上述した実施形態では、金属電極 32 を四角形状としたが、円形状としてもよい。この場合、円形状の金属電極 32 の直径が横幅 W1 や縦幅 W2 に相当する。

【実施例】

【0032】

[ 実施例 1 ]

フェブキソスタットは、複数の結晶形 F1, F2, H1 を有することが知られている。各結晶形の赤外線吸収スペクトルのグラフを図 3 に示す。各結晶形の赤外線吸収スペクトルの波長 3.7  $\mu\text{m}$  における吸収率を表 1 に示す。表 1 には、H1 の吸収率に対する F1, F2 の吸収率の比も併せて示す。

【0033】

【表 1】

フェブキソスタットの結晶形	波長 3.7 $\mu\text{m}$ における吸収率※
F1	0.27 (9.0)
F2	0.21 (7.0)
H1	0.03 (1.0)

※( )内は H1 の吸収率を 1 としたときの比率

【0034】

フェブキソスタット (製品コード F0847, 東京化成工業) 25 mg をフラットシャーレ (32 mm  $\times$  16 mm) に量り取り、2-プロパノール (シグマアルドリッチ) 1 mL を加え、80 に調温したホットプレート上で 2 分間加温し、軽く攪拌しながら溶解させることにより試験サンプルを作製した。試験サンプルに波長 3.7  $\mu\text{m}$  を含む赤外線 (ここでは波長 3.7  $\mu\text{m}$  にピークを持つ赤外線) (放射源温度 400 ) を 30 分間放

射することで溶媒を蒸発させ結晶を析出させた。赤外線は、MIMタイプの赤外線ヒーター10を用いて放射した。Au製の第1導体層31（金属電極32）の高さhを100nm、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>製の誘電体層34の厚みdを100nm、Au製の第2導体層35の高さfを200nm、金属電極32の横幅W1と縦幅W2を840nm、間隔D1、D2を1160nm、周期 $\lambda_1$ 、 $\lambda_2$ を2000nmに設定し、波長3.7 $\mu$ mにピークを持つ赤外線（半値幅0.5 $\mu$ m）を放射させた。析出した結晶について、XRD分析によって結晶形を同定したところ、結晶形はH1であった。XRD分析は、X線回折装置（製品名Ultima IV, Rigaku）を用いて行った。

【0035】

波長3.7 $\mu$ mにおける結晶形H1の吸収率に対する結晶形F1、F2の吸収率の比はそれぞれ9.0、7.0であるため、波長3.7 $\mu$ mにピークを有する赤外線が溶液に照射されると、溶液中の結晶形F1、F2は結晶形H1に比べて熱振動が活発になり結晶核が生成されにくくなり、その結果結晶形H1が選択的に析出したと考えられる。

10

【0036】

[実施例2]

アセトアミノフェンは、複数の結晶形F1、F2を有することが知られている。各結晶形の赤外線吸収スペクトルのグラフを図4に示す。各結晶形の赤外線吸収スペクトルの波長6.7 $\mu$ mにおける吸収率を表1に示す。表1には、F2の吸収率に対するF1の吸収率の比も併せて示す。

【0037】

20

【表2】

アセトアミノフェンの結晶形	波長6.7 $\mu$ mにおける吸収率※
F1	0.62 (1.3)
F2	0.46 (1.0)

※( )内はF2の吸収率を1としたときの比率

【0038】

30

フェブキソスタット25mgの代わりにアセトアミノフェン（製品コードH0190、東京化成工業）25mgを用いたことと、波長3.7 $\mu$ mを含む赤外線の代わりに波長6.7 $\mu$ mを含む赤外線（ここでは波長6.7 $\mu$ mにピークを持つ赤外線）を用いたことと、放射源温度を600℃にしたこと以外は、実施例1と同様にして試験サンプルを作製し、XRD分析によって結晶形を同定した。そうしたところ、結晶形はF2であった。実施例2では、赤外線ヒーター10の第1導体層31（ここでは円形の金属電極32を有する層）の高さhを50nm、誘電体層34の厚みdを190nm、第2導体層35の高さfを100nm、円形の金属電極32の直径（W1、W2に相当）を2.16 $\mu$ m、金属電極同士の間隔（D1、D2に相当）を1.84 $\mu$ m、周期（ $\lambda_1$ 、 $\lambda_2$ に相当）を4.0 $\mu$ mに設定し、波長6.7 $\mu$ mにピークを持つ赤外線（半値幅0.5 $\mu$ m）を放射させた。

40

【0039】

波長6.7 $\mu$ mにおける結晶形F2の吸収率に対する結晶形F1の吸収率の比は1.3であるため、波長6.7 $\mu$ mにピークを有する赤外線が溶液に照射されると、溶液中の結晶形F1は結晶形F2に比べて熱振動が活発になり結晶核が生成されにくくなり、その結果結晶形F2が選択的に析出したと考えられる。

【産業上の利用可能性】

【0040】

本発明は、複数の結晶形を有する化合物の特定の結晶形を選択的に得るのに利用可能である。

【符号の説明】

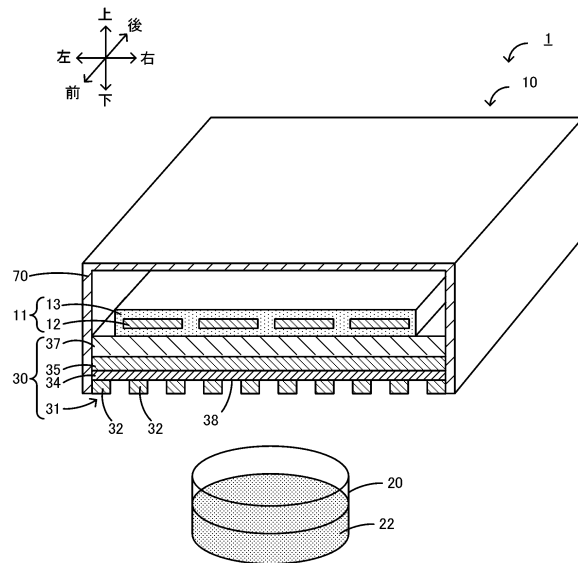
50

## 【 0 0 4 1 】

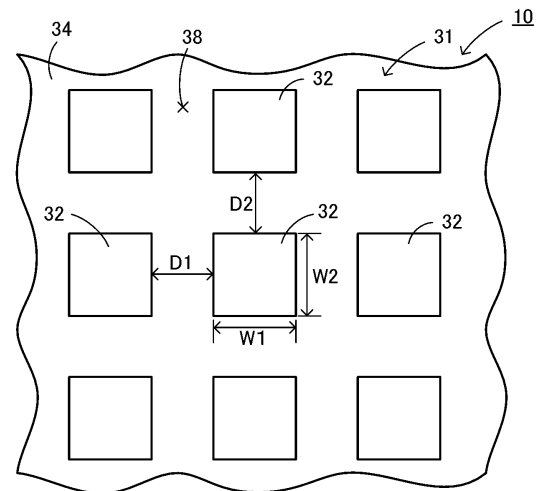
1 精製装置、10 赤外線ヒーター、11 ヒーター本体、12 発熱体、13 保護部材、20 フラットシャーレ、22 溶液、30 構造体、31 第1導体層、32 金属電極、34 誘電体層、35 第2導体層、37 支持基板、38 放射面、70 ケーシング、W1 横幅、W2 縦幅、D1、D2 間隔。

## 【 図 面 】

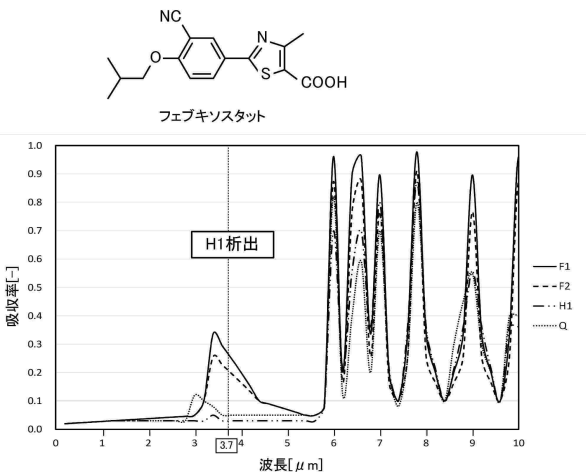
## 【 図 1 】



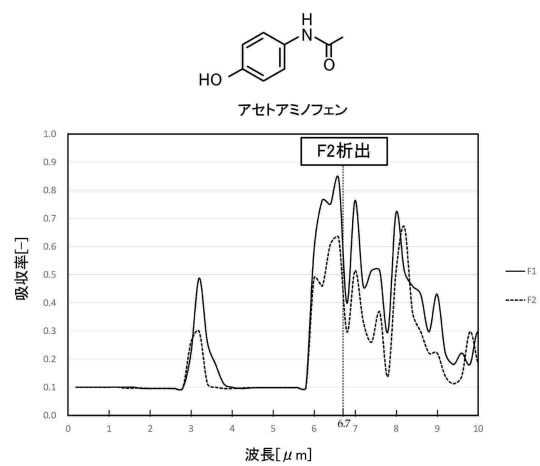
## 【 図 2 】



## 【 図 3 】



## 【 図 4 】



10

20

30

40

50



フロントページの続き

(51)国際特許分類 F I  
B 0 1 D 9/02 6 0 5  
B 0 1 D 9/02 6 0 9 Z  
C 0 7 C 231/24  
C 0 7 C 233/25  
C 0 7 D 277/32

愛知県名古屋市瑞穂区須田町 2 番 5 6 号 日本碍子株式会社内  
(72)発明者 山田 和成  
愛知県名古屋市瑞穂区須田町 2 番 5 6 号 日本碍子株式会社内  
審査官 小久保 勝伊

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

(58)調査した分野 (Int.Cl. , D B 名)  
B 0 1 D 9 / 0 2  
C 0 7 C 2 3 1 / 2 4  
C 0 7 C 2 3 3 / 2 5  
C 0 7 D 2 7 7 / 3 2