

【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30年6月28日 (2018.6.28)

【公開番号】特開2017-171957(P2017-171957A)

【公開日】平成29年9月28日 (2017.9.28)

【年通号数】公開・登録公報2017-037

【出願番号】特願2016-56119(P2016-56119)

【国際特許分類】

B 2 2 F 1/00 (2006.01)

C 2 2 C 19/03 (2006.01)

B 2 2 F 1/02 (2006.01)

B 2 2 F 9/24 (2006.01)

H 0 1 B 1/00 (2006.01)

H 0 1 B 1/22 (2006.01)

H 0 1 B 5/00 (2006.01)

H 0 1 B 13/00 (2006.01)

【 F I 】

B 2 2 F 1/00 M

C 2 2 C 19/03 M

B 2 2 F 1/02 D

B 2 2 F 9/24 C

H 0 1 B 1/00 E

H 0 1 B 1/22 A

H 0 1 B 5/00 E

H 0 1 B 13/00 5 0 1 Z

【手続補正書】

【提出日】平成30年5月15日 (2018.5.15)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 5 2

【補正方法】変更

【補正の内容】

【 0 0 5 2 】

このような反応液中の薬剤に起因する窒素やアルカリ金属元素などの不純物は、晶析工程の後でニッケル粉末に純水による十分な洗浄を施しても、完全に除去されることはなく、ニッケル粉末中に一定量が残留するため、これらの不純物は、ニッケル粒子表面への付着にしているのではなく、ニッケル粒子中に取り込まれているものと考えられる。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 9 3

【補正方法】変更

【補正の内容】

【 0 0 9 3 】

アルカリ金属水酸化物の配合量は、ヒドラジンの還元力が十分に高まって、晶析反応速度が大きくなるように、反応液の pH が、反応温度において、9.5 以上、好ましくは 10.0 以上、さらに好ましくは 10.5 以上となるように調整されることが好ましい。なお、反応液の pH は、たとえば、25 と 80 程度における値を比較すると、高温の 80 の方が小さくなるため、この温度による pH の変動を考慮した上で、アルカリ金属水

酸化物の配合量を決定することが好ましい。

【手続補正 3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0108

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0108】

本発明における晶析工程での第1の実施形態において、ニッケル塩溶液と還元剤とpH調整剤の混合還元剤溶液の混合に要する時間（混合時間）、および、晶析工程の第2の実施形態において、ニッケル塩溶液と還元剤溶液との混合後のニッケルヒドラジン錯体粒子のスラリー液とアルカリ金属水酸化物溶液との混合に要する時間（混合時間）は、いずれも好ましくは2分以内、より好ましくは1分以内、さらに好ましくは30秒以内である。混合時間が2分を超えると、混合時間の範囲内で、水酸化ニッケル粒子やニッケルヒドラジン錯体粒子や初期核発生の均一性が阻害されて、ニッケル粉末の微細化が困難になったり、粒度分布が広くなり過ぎたりする可能性があるためである。

【手続補正 4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0140

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0140】

このように、めっき層は、単一のめっき層によって構成されることもでき、第2めっき層を最外層として第1めっき層の上に形成することもでき、さらには、第2めっき層上に他のめっき層を設けることもできる。いずれの場合も、めっき層1層あたりの厚みは、 $1\mu\text{m} \sim 50\mu\text{m}$ であることが好ましい。また、めっき層にはガラスが含まれないことが好ましい。めっき層の単位体積あたりの金属割合は99体積%以上であることが好ましい。めっき層は、その厚み方向に沿って粒子成長したものであり、柱状であることが好ましい。

【手続補正 5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0154

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0154】

（実施例1）

〔ニッケル塩溶液の調製〕

ニッケル塩として硫酸ニッケル6水和物（ $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 、分子量：262.85）448g、ニッケルよりも貴な金属の金属塩として硫酸銅5水和物（ $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 、分子量：249.7）1.97mg、および、塩化パラジウム（II）アンモニウム（別名：テトラクロロパラジウム（II）酸アンモニウム）（ $(\text{NH}_4)_2\text{PdCl}_4$ 、分子量：284.31）0.134mg、錯化剤としてクエン酸三ナトリウム2水和物（ $\text{Na}_3(\text{C}_3\text{H}_5\text{O}(\text{COO})_3) \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ）、分子量：294.1）228gを、純水1150mLに溶解して、主成分としてのニッケル塩と、ニッケルよりも貴な金属の金属塩である核剤と、錯化剤とを含有する水溶液である、ニッケル塩溶液を調製した。