

【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27年1月8日(2015.1.8)

【公開番号】特開2014-74222(P2014-74222A)

【公開日】平成26年4月24日(2014.4.24)

【年通号数】公開・登録公報2014-021

【出願番号】特願2013-78158(P2013-78158)

【国際特許分類】

B 22 F 9/24 (2006.01)

【F I】

|        |      |   |
|--------|------|---|
| B 22 F | 9/24 | Z |
| B 22 F | 9/24 | C |
| B 22 F | 9/24 | E |

【手続補正書】

【提出日】平成26年11月14日(2014.11.14)

【手続補正1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】

少なくとも2種類の被処理流動体を用いるものであり、

そのうちで少なくとも1種類の被処理流動体は、少なくとも1種類の金属及び／又は金属化合物を含む流体であり、

上記以外の被処理流動体で少なくとも1種類の被処理流動体は、少なくとも1種類の還元剤を含む流体であり、

上記の被処理流動体を、対向して配設された、接近・離反可能な、少なくとも一方が他方に対して相対的に回転する少なくとも2つの処理用面間にできる薄膜流体中で混合し、金属微粒子を析出させるものであり、

上記少なくとも1種類の金属及び／又は金属化合物を含む流体と、上記少なくとも1種類の還元剤を含む流体との、少なくとも何れか一方の被処理流動体は、水を含み、上記少なくとも1種類の金属及び／又は金属化合物を含む流体と、上記少なくとも1種類の還元剤を含む流体との、少なくとも何れか一方の被処理流動体は、ポリオールを含み、かつ、1価のアルコールを含まないものであり、

上記の混合した後の被処理流動体に含まれる水の比率を制御することによって、析出させる金属微粒子の粒子径及びその変動係数を制御することを特徴とする、金属微粒子の製造方法。

【請求項2】

上記変動係数を5%未満に制御することを特徴とする、請求項1に記載の金属微粒子の製造方法。

【請求項3】

上記少なくとも1種類の金属及び／又は金属化合物を含む流体と、上記少なくとも1種類の還元剤を含む流体との、少なくとも何れか一方の被処理流動体は、水とポリオールとを混合させた水含有ポリオールを含み、かつ、1価のアルコールを含まないものであり、上記水含有ポリオールに含まれる水の比率を制御することによって、析出させる金属微粒子の粒子径及びその変動係数を制御することを特徴とする、請求項1または2に記載の金属微粒子の製造方法。

**【請求項 4】**

上記少なくとも 1 種類の金属及び／又は金属化合物を含む流体と、上記少なくとも 1 種類の還元剤を含む流体との、何れか一方の被処理流動体は、上記水含有ポリオールを含み、かつ、1 倍のアルコールを含まないことを特徴とする、請求項 3に記載の金属微粒子の製造方法。

**【請求項 5】**

上記少なくとも 1 種類の金属及び／又は金属化合物を含む流体は、上記水含有ポリオールを含み、かつ、1 倍のアルコールを含まないことを特徴とする、請求項 4に記載の金属微粒子の製造方法。

**【請求項 6】**

上記少なくとも 1 種類の金属及び／又は金属化合物を含む流体と、上記少なくとも 1 種類の還元剤を含む流体との、双方の被処理流動体は、上記水含有ポリオールを含み、かつ、1 倍のアルコールを含まないことを特徴とする、請求項 3に記載の金属微粒子の製造方法。

**【請求項 7】**

上記ポリオールが、エチレングリコール、プロピレングリコール、トリメチレングリコール、テトラエチレングリコール、ポリエチレングリコール、ジエチレングリコール、グリセリン、ポリプロピレングリコールから選ばれる少なくとも何れか 1 種であることを特徴とする、請求項 1 ~ 6 の何れかに記載の金属微粒子の製造方法。

**【請求項 8】**

上記少なくとも 1 種類の金属及び／又は金属化合物を含む流体と上記少なくとも 1 種類の還元剤を含む流体とのうちの何れか一方の被処理流動体が、上記薄膜流体を形成しながら上記両処理用面間を通過し、

上記何れか一方の被処理流動体が流される流路とは独立した別途の導入路を備えており、上記少なくとも 2 つの処理用面の少なくとも何れか一方に上記別途の導入路に通じる開口部を少なくとも一つ備え、

上記少なくとも 1 種類の金属及び／又は金属化合物を含む流体と上記少なくとも 1 種類の還元剤を含む流体とのうちの何れか他方の被処理流動体を、上記開口部から上記少なくとも 2 つの処理用面の間に導入して、上記少なくとも 1 種類の金属及び／又は金属化合物を含む流体と上記少なくとも 1 種類の還元剤を含む流体とを、上記薄膜流体中で混合することを特徴とする、請求項 1 ~ 7 の何れかに記載の金属微粒子の製造方法。

**【請求項 9】**

上記金属及び／又は金属化合物は、ニッケル、銀、ニッケル化合物、銀化合物から選ばれる少なくとも何れか 1 種であり、

上記還元剤は、ニッケル、銀から選ばれる少なくとも何れか 1 種を析出させるための還元剤であることを特徴とする、請求項 1 ~ 8 の何れかに記載の金属微粒子の製造方法。

**【請求項 10】**

上記少なくとも 1 種類の金属化合物がニッケル化合物であり、上記少なくとも 1 種類の還元剤がニッケルを析出させるための還元剤であり、上記析出させるニッケル微粒子の粒子径の平均値が 350 nm 以下であることを特徴とする、請求項 1 ~ 9 の何れかに記載の金属微粒子の製造方法。

**【手続補正 2】**

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0007

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0007】

上記課題を解決するために、本発明は、少なくとも 2 種類の被処理流動体を用いるものであり、そのうちで少なくとも 1 種類の被処理流動体は、少なくとも 1 種類の金属及び／又は金属化合物を含む流体であり、上記以外の被処理流動体で少なくとも 1 種類の被処理

流動体は、少なくとも 1 種類の還元剤を含む流体であり、上記の被処理流動体を、対向して配設された、接近・離反可能な、少なくとも一方が他方に対して相対的に回転する少なくとも 2 つの処理用面間にできる薄膜流体中で混合し、金属微粒子を析出させるものであり、上記少なくとも 1 種類の金属及び／又は金属化合物を含む流体と、上記少なくとも 1 種類の還元剤を含む流体との、少なくとも何れか一方の被処理流動体は、水を含み、上記  
少なくとも 1 種類の金属及び／又は金属化合物を含む流体と、上記少なくとも 1 種類の還  
元剤を含む流体との、少なくとも何れか一方の被処理流動体は、ポリオールを含み、かつ  
、1 倍のアルコールを含まないものであり、上記の混合した後の被処理流動体に含まれる  
水の比率を制御することによって、析出させる金属微粒子の粒子径及びその変動係数を制御することを特徴とする、金属微粒子の製造方法を提供する。

また、本発明は、上記変動係数を 5 % 未満に制御するものとして実施することができる。

また、本発明は、上記少なくとも 1 種類の金属及び／又は金属化合物を含む流体と、上記少なくとも 1 種類の還元剤を含む流体との、少なくとも何れか一方の被処理流動体は、水とポリオールとを混合させた水含有ポリオールを含み、かつ、1 倍のアルコールを含ま  
ないものであり、上記水含有ポリオールに含まれる水の比率を制御することによって、析  
出させる金属微粒子の粒子径及びその変動係数を制御するものとして実施するこ  
とができる。

### 【手続補正 3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0012

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0012】

本発明は、少なくとも 1 種類の金属及び／又は金属化合物を含む流体と少なくとも 1 種類の還元剤を含む流体とを、対向して配設された、接近・離反可能な、少なくとも一方が他方に対して相対的に回転する少なくとも 2 つの処理用面の間にできる薄膜流体中で混合し、金属微粒子を析出させるものであって、少なくとも 1 種類の金属及び／又は金属化合物を含む流体と、少なくとも 1 種類の還元剤を含む流体との、少なくとも何れか一方の被  
処理流動体は水を含み、少なくとも 1 種類の金属及び／又は金属化合物を含む流体と、上  
記少なくとも 1 種類の還元剤を含む流体との、少なくとも何れか一方の被処理流動体はポ  
リオールを含み、かつ、1 倍のアルコールを含まず、上記の混合した後の被処理流動体に  
含まれる水の比率を制御することによって、析出させる金属微粒子の粒子径及びその変動係数を制御すること、具体的には、少なくとも 1 種類の金属及び／又は金属化合物を含む  
流体と、少なくとも 1 種類の還元剤を含む流体との、少なくとも何れか一方の流体には水  
とポリオールとを混合させた水含有ポリオールを含み、かつ、1 倍のアルコールを含まず  
、水含有ポリオール中の水の比率を制御することによって、析出させる金属微粒子の粒子径及びその変動係数を制御できることを見出し、水含有ポリオール中の水の比率を制御す  
ることによって、その変動係数を 5 % 未満とできることを見出した。また、少なくとも 1  
種類の金属及び／又は金属化合物を含む流体に水含有ポリオールを含み、水含有ポリオー  
ル中の水の比率を高くすることによって、単位時間当たりの金属微粒子の生成量を増加できることを見出し、従来の製造方法では困難であった、粒子径を制御された金属微粒子の連続的且つ安定的な大量生産を可能とした。さらに、少なくとも 1 種類の金属及び／又は  
金属化合物を含む流体と、少なくとも 1 種類の還元剤を含む流体との、少なくとも何れか  
一方に含まれる水含有ポリオール中の水の比率を制御することによって、金属微粒子を析出させる際の反応温度を低下させることも可能となり、これまで以上に低コスト、低エネルギーで異なる粒子径の金属微粒子を制御して作製する事が可能となり、安価且つ安定的に金属微粒子を提供することができるほか、分散性の良い金属微粒子を提供することができたものである。