

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4702515号  
(P4702515)

(45) 発行日 平成23年6月15日(2011.6.15)

(24) 登録日 平成23年3月18日(2011.3.18)

(51) Int.Cl. F I  
C O I G 23/00 (2006.01) C O I G 23/00 C

請求項の数 3 (全 12 頁)

(21) 出願番号	特願2004-103188 (P2004-103188)	(73) 特許権者	000166443
(22) 出願日	平成16年3月31日 (2004.3.31)		戸田工業株式会社
(65) 公開番号	特開2005-289668 (P2005-289668A)		広島県大竹市明治新開1番4
(43) 公開日	平成17年10月20日 (2005.10.20)	(72) 発明者	黒川 晴己
審査請求日	平成18年12月15日 (2006.12.15)		山口県小野田市新沖1丁目1番1号 戸田工業株式会社小野田工場内
		(72) 発明者	藤田 電次
			山口県小野田市新沖1丁目1番1号 戸田工業株式会社小野田工場内
		(72) 発明者	三島 祐司
			山口県小野田市新沖1丁目1番1号 戸田工業株式会社小野田工場内
		(72) 発明者	岡崎 精二
			山口県小野田市新沖1丁目1番1号 戸田工業株式会社小野田工場内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 正方晶系チタン酸バリウム微粒子粉末及びその製造法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

正方晶系チタン酸バリウム微粒子であって、一次粒子の平均一次粒子径が20～150nmであって球形度が1.00～1.18であり、平均一次粒子径と平均二次粒子径との比が0.7以上2以下であることを特徴とする正方晶系チタン酸バリウム微粒子粉末。

【請求項2】

バリウム塩水溶液にチタン化合物含有水溶液を添加し、pH調整及び加熱処理して、立方晶系のチタン酸バリウム粒子を生成させ、該立方晶系のチタン酸バリウム粒子を含有する反応溶液を1倍を超えて10倍以下に濃縮し、100～250の温度範囲で水熱処理を行うことを特徴とする請求項1記載の正方晶系チタン酸バリウム微粒子粉末の製造法。

【請求項3】

バリウム塩水溶液にチタン化合物含有水溶液を添加し、pH調整及び加熱処理して、立方晶系のチタン酸バリウム粒子を生成させ、該立方晶系のチタン酸バリウム粒子を含有する反応溶液を1倍を超えて10倍以下に濃縮し、100～250の温度範囲で水熱処理を行った後、500～900の温度範囲で仮焼することを特徴とする請求項1記載の正方晶系チタン酸バリウム微粒子粉末の製造法。

10

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、凝集が抑制され、分散性に優れるとともに結晶性が高いチタン酸バリウム微粒子粉末を得ることを目的とするとともに、経済的、且つ工業的に有利なチタン酸バリウム微粒子粉末の製造方法に関するものである。

## 【背景技術】

## 【0002】

近年、各種電子機器の小型化、高性能化及び軽量化に伴い、電子機器部品、例えば積層コンデンサなどの誘電材料に用いられるチタン酸バリウム粒子粉末についても特性改善が要求されている。

10

## 【0003】

周知の通り、積層コンデンサには高い誘電率を有するペロブスカイト化合物のチタン酸バリウム粒子粉末が多用されており、積層コンデンサに用いられるチタン酸バリウム粒子粉末は、凝集がなく分散性に優れ、結晶性が高いことが強く要求されている。

## 【0004】

殊に、正方晶のチタン酸バリウムは、強誘電体として用いられ、セラミックコンデンサ、ポジティブスーパーミスター、高周波振動子などの電子部品に用いられる

## 【0005】

例えば、温度依存性の少ない積層コンデンサを作製するとき、チタン酸バリウム原料粉体の粒成長を抑制する場合がある。その際、大容量コンデンサを得るために、原料粉体の状態で正方晶である必要がある。

20

## 【0006】

また、分散性に優れた粒子粉末とするためには、球状、殊に、可及的に真球状であることが望まれる。

## 【0007】

チタン酸バリウム粒子粉末の製造法としては、チタン化合物とバリウム化合物を混合して1000以上の高温で焼成する固相反応及び溶液中でバリウムとチタンを反応させる湿式反応が知られている。

## 【0008】

前記固相反応で得られるチタン酸バリウム粒子粉末は、平均粒子径が大きいので、焼成した粉末を粉砕して用いることから、粒度分布が悪く分散に適しているとは言い難いものであった。

30

## 【0009】

一般に、正方晶のチタン酸バリウム粒子粉末を得るためには、「準安定な立方晶から安定な正方晶へ変わる温度は約800以上である」(BULLETIN OF THE CHEMICAL SOCIETY OF JAPAN, Vol. 47(5), 1168-1171(1974)なる記載の通り、高温で加熱処理して結晶化させる必要があった。

## 【0010】

従来、チタン酸バリウム粒子粉末を固相反応によって製造する方法(特許文献1)、湿式反応によって製造する方法(特許文献2~5)等の各方法が知られている。

40

## 【0011】

【特許文献1】特開2001-316114号公報

【特許文献2】特開昭61-31345号公報

【特許文献3】特開平7-277710号公報

【特許文献4】WO00/35811号公報

【特許文献5】特開2002-211926号公報

## 【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

50

## 【 0 0 1 2 】

前記諸特性を満たすチタン酸バリウムは現在最も要求されているところであるが、経済的且つ工業的な製造法では未だ得られていない。

## 【 0 0 1 3 】

即ち、前出特許文献 1 には、混合された炭酸バリウムと酸化チタンを低酸素分圧で熱処理を行い、チタン酸バリウム粒子を得る方法が記載されているが、後出比較例に示す通り、高温熱処理品は粒子形状が多角形であり、粒子間焼結が存在するため、必ずしも高分散性とは言い難いものである。

## 【 0 0 1 4 】

また、前出特許文献 2 には、水熱反応でチタン酸バリウム粒子粉末を製造することが記載されているが、結晶性及び一次粒子の凝集状態については考慮されておらず、分散性に優れるとは言い難いものである。

10

## 【 0 0 1 5 】

また、前出特許文献 3 には、一次粒子径と二次粒子径が同程度であるチタン酸バリウム粒子粉末が記載されているが、得られるチタン酸バリウム粒子粉末は立方晶であり、結晶性が高いとは言い難いものである。

## 【 0 0 1 6 】

また、前出特許文献 4 には、ブルーカイト型酸化チタンとバリウムを含むアルカリ性溶液を加熱処理してチタン酸バリウム微粉末合成を生成しているが、得られる粉末は立方晶系であり、結晶性が高いとは言い難いものである。

20

## 【 0 0 1 7 】

また、前出特許文献 5 には、水熱反応で立方晶チタン酸バリウム粒子粉末を製造した後、仮焼して正方晶系チタン酸バリウム粒子粉末を得ることが記載されているが、結晶化させるために仮焼温度を高くする必要があり、粒子間の焼結が起こり分散性に優れるとは言い難いものである。

## 【 0 0 1 8 】

そこで、本発明は、凝集がなく分散性に優れ、しかも誘電特性に優れている球状チタン酸バリウム微粒子粉末を経済的、且つ工業的に有利に製造することを技術的課題とする。

## 【課題を解決するための手段】

## 【 0 0 1 9 】

前記技術的課題は、次の通りの本発明によって達成できる。

30

## 【 0 0 2 0 】

即ち、本発明は、一次粒子の平均一次粒子径が 20 ~ 150 nm であって球形度が 1.00 ~ 1.18 であり、平均一次粒子径と平均二次粒子径との比が 0.7 以上 5 未満であることを特徴とする正方晶系チタン酸バリウム微粒子粉末である。

## 【 0 0 2 1 】

また、本発明は、バリウム塩水溶液にチタン化合物含有水溶液を添加し、pH 調整及び加熱処理して、立方晶系のチタン酸バリウム粒子を生成させ、該立方晶系のチタン酸バリウム粒子を含有する反応溶液を 1 倍を超えて 10 倍以下に濃縮し、100 ~ 250 の温度範囲で水熱処理を行うことを特徴とする前記正方晶系チタン酸バリウム微粒子粉末の製造法である。

40

## 【 0 0 2 2 】

また、本発明は、バリウム塩水溶液にチタン化合物含有水溶液を添加し、pH 調整及び加熱処理して、立方晶系のチタン酸バリウム粒子を生成させ、該立方晶系のチタン酸バリウム粒子を含有する反応溶液を 1 倍を超えて 10 倍以下に濃縮し、100 ~ 250 の温度範囲で水熱処理を行った後、500 ~ 900 の温度範囲で仮焼することを特徴とする前記正方晶系チタン酸バリウム微粒子粉末の製造法である。

## 【発明の効果】

## 【 0 0 2 3 】

本発明に係る正方晶系チタン酸バリウム微粒子粉末は、球状であって、一次粒子径と二

50

次粒子径が同程度であるので、容易に単分散することができるとともに、正方晶であることから誘電特性にも優れたものである。

【0024】

また、本発明に係る正方晶系チタン酸バリウム微粒子粉末の製造法によれば、高濃度反応の水熱処理法で経済的且つ工業的に有利な製法であり、凝集が抑制され分散性に優れるとともに、高い結晶性を有するチタン酸バリウム粒子粉末を得ることができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0025】

本発明の構成を詳述すれば、次の通りである。

【0026】

本発明に係る正方晶系チタン酸バリウム微粒子粉末の平均一次粒子径 ( $r_1$ ) は 20 ~ 150 nm である。20 nm 未満のチタン酸バリウム微粒子粉末は現製法で工業的に製造することが困難である。150 nm を超えるチタン酸バリウム微粒子粉末の結晶性を高めるには、さらに高い水熱処理温度が必要となり、工業的とは言い難い。好ましくは 25 ~ 145 nm、より好ましくは 30 ~ 140 nm である。

【0027】

本発明に係る正方晶系チタン酸バリウム微粒子粉末の球形度 (長軸径 / 短軸径) は 1.00 ~ 1.18 である。球形度が 1.18 を超える場合には球状とは言い難く、分散性が低下する。好ましくは 1.00 ~ 1.15、より好ましくは 1.00 ~ 1.10 である。

【0028】

本発明に係る正方晶系チタン酸バリウム微粒子粉末は結晶系が正方晶である。結晶系が立方晶の場合には、結晶性が不十分なために、チタン酸バリウム粒子粉末の電気的特性や物理的特性が低下する。

【0029】

本発明に係る正方晶系チタン酸バリウム微粒子粉末の結晶性は、格子定数の a 軸長 (a) 及び c 軸長 (c) を用いて格子定数比  $c/a$  で示した場合に、1.0020 ~ 1.0100 が好ましい。格子定数比  $c/a$  が 1 に近いほど結晶系が立方晶に近いことを示すものである。格子定数比  $c/a$  は 1.0040 ~ 1.0100 であることがより好ましい。

【0030】

本発明に係る正方晶系チタン酸バリウム微粒子粉末の平均二次粒子径 ( $D_{50}$ ) は 14 ~ 750 nm が好ましい。平均二次粒子径が 14 nm 未満の正方晶系チタン酸バリウム微粒子粉末を工業的に得ることは困難である。750 nm を越える場合には高分散とは言い難い。より好ましくは 19 ~ 300 nm である。

【0031】

本発明に係る正方晶系チタン酸バリウム微粒子の平均一次粒子径 ( $r_1$ ) と平均二次粒子径 ( $D_{50}$ ) との比 ( $D_{50}/r_1$ ) は 0.7 ~ 5.0 である。二次粒子は一次粒子の凝集体であることから、一次粒子径と二次粒子径との比の下限值は理論的には 1.0 であるが、測定上の誤差及び精度を考慮すると 0.7 程度である。また、平均一次粒子径と平均二次粒子径との比 ( $D_{50}/r_1$ ) が 5.0 を超えると高分散とは言い難い。好ましくは 0.9 ~ 3.0、より好ましくは 0.95 ~ 2.0 である。

【0032】

本発明に係る正方晶系チタン酸バリウム微粒子粉末のバリウムとチタンの組成比 ( $Ba/Ti$ ) は 0.99 ~ 1.01 が好ましく、より好ましくは可及的に 1.0 に近いものであり、異相を含まないものである。 $Ba/Ti$  比が前記範囲外の場合には、目的とする高い誘電特性を有するチタン酸バリウム粒子粉末を得ることが困難となる。

【0033】

本発明に係る正方晶系チタン酸バリウム微粒子粉末の比表面積は 5 ~ 70  $m^2/g$  が好ましい。5  $m^2/g$  未満の場合には、粒子粉末が粗大となり、粒子相互間で焼結が生じた粒子となっており、バインダを混合する場合に、分散性が損なわれやすい。比表面積値が 70  $m^2/g$  を超える場合には、サイズ効果のため結晶性が低下し、立方晶となる。

10

20

30

40

50

## 【0034】

次に、本発明に係る正方晶系チタン酸バリウム微粒子粉末の製造法について述べる。

## 【0035】

本発明に係る正方晶系チタン酸バリウム微粒子粉末は、過剰バリウム塩溶液にチタン化合物含有溶液を添加混合してpH調整し、立方晶系のチタン酸バリウム粒子を生成させ、次いで、該チタン酸バリウム粒子を含むアルカリ性溶液を1倍を超えて10倍以下に濃縮した後、100～250の温度範囲で水熱処理を行い、余剰成分を水洗して得ることができる。

## 【0036】

バリウム塩水溶液としては、水酸化バリウム、塩化バリウム及び硝酸バリウム等を使用することができる。水酸化バリウム以外はアルカリ性水溶液により中和し塩基性として使用することが好ましい。

10

## 【0037】

本発明におけるチタン化合物含有溶液は、チタン塩水溶液をアルカリ性水溶液で中和、或いは加水分解して得ることができるチタン酸塩であり、それらを熱処理して酸化チタンを溶媒に懸濁したのもでも可能である。チタン塩水溶液としては、四塩化チタン、硫酸チタン及びチタンアルコキシド等を使用することができる。

## 【0038】

アルカリ性水溶液としては、水酸化ナトリウム水溶液、水酸化カリウム水溶液、水酸化バリウム、アンモニア水等を使用することができる。

20

## 【0039】

アルカリ性水溶液の添加量は、前記チタンのモル数に対して0.1～10が好ましい。

## 【0040】

チタンとバリウムの仕込み組成(Ba/Ti)は、バリウムが過剰となるように混合するものであり、1.0～4.0が好ましい。1.0未満の場合にはチタン酸バリウム核粒子の生成収率が低下し、4.0を越える場合には、過剰バリウムの水洗が困難となり、バリウムの回収、再利用を行わない限り、経済的且つ環境的に好ましくない。より好ましくは1.0～3.0である。

## 【0041】

立方晶系のチタン酸バリウム粒子生成させる反応溶液は、pHが9～14が好ましく、温度範囲は50～95が好ましい。

30

## 【0042】

立方晶系のチタン酸バリウム粒子生成させる反応溶液の反応濃度はチタン化合物換算で0.1～0.7mol/Lが好ましい。0.1mol/L未満の場合、収率が低く工業的ではなく、0.7mol/L以上の場合、バリウム塩水溶液中のバリウムの溶解度が低いため、Ba(OH)<sub>2</sub>が析出し、均一な液相反応を行うことが困難である。

## 【0043】

反応中は窒素をフローさせて、バリウム化合物と空気中の炭酸ガス等とが反応しないようにする必要がある。

## 【0044】

立方晶系のチタン酸バリウム粒子は平均一次粒子径が20～150nmの球状粒子であることが好ましい。

40

## 【0045】

本発明においては、前記立方晶チタン酸バリウム粒子粉末を含有するスラリーに対し濃縮処理を行う。濃縮処理では、1倍を超えて10倍以下となるように行う。1倍以下の場合には、濃縮した効果がない。10倍を超える場合には、濃縮及び水熱処理が困難である。好ましくは2～5倍である。

## 【0046】

濃縮後の反応溶液の濃度は0.5～1.5mol/Lが好ましい。

## 【0047】

50

次いで、前記立方晶系のチタン酸バリウム粒子を含む反応溶液を水熱処理する。水熱処理の反応温度は100～250が好ましい。100未満の場合には、緻密な球状チタン酸バリウム粒子を得ることが困難となる。250を超える場合、水熱容器の設計が困難である。好ましくは120～200である。

【0048】

水熱処理後の粒子は、常法に従って水洗、乾燥する。水洗することによって、過剰のバリウムを洗い流すことができる。また、不純物であるNa、K、及びClなども同時に除去することができる。

【0049】

また、本発明においては、水熱反応後の正方晶系チタン酸バリウム微粒子粉末を500～900の温度範囲で熱処理してもよい。熱処理を行うことによって、より結晶性に優れたチタン酸バリウム粒子粉末が得られる。なお、熱処理後、粉碎・解砕処理を行ってもよい。

【0050】

<作用>

本発明に係る正方晶系チタン酸バリウム微粒子粉末が、粒子形状が球状であって、高い結晶性を有すると共に、分散性に優れた理由として本発明者は下記のとおり推定している。

【0051】

即ち、本発明において、球状粒子であって正方晶系のチタン酸バリウム粒子粉末が得られたのは、立方晶チタン酸バリウム粒子粉末を含有するスラリーを濃縮した後、水熱反応することによって、立方晶チタン酸バリウム粒子粉末の形態を維持したまま、結晶系を正方晶に変態させることができたことによるものと本発明者は推定している。

しかも、本発明に係るチタン酸バリウム粒子粉末は、一次粒子径と二次粒子径とが同程度であるので、凝集粒子がほとんど存在しておらず、一次粒子が単独で挙動することが可能である。

従って、一次粒子が球状であって、しかも、凝集粒子がほとんど存在しないことによって、分散性に優れたチタン酸バリウム粒子粉末とすることができたものである。

【0052】

また、本発明においては、球状であって分散性に優れたチタン酸バリウム粒子粉末を熱処理するので、熱処理を行っても焼結が抑制されており、分散性に優れたチタン酸バリウム粒子粉末が得られる。

【実施例】

【0053】

本発明の代表的な実施の形態は、次の通りである。

【0054】

本発明において、「一次粒子」とは電子顕微鏡等で観察可能な単独で存在することができる最小粒子を表し、「二次粒子」とは複数の一次粒子が凝集又は融着して形成された溶媒中での挙動する上での最小粒子を意味する。

【0055】

粒子粉末の平均一次粒子径( $r_1$ )は、走査型電子顕微鏡((株)日立製作所S-4300)によって観察した写真(倍率5万倍)について、約200個の粒子から粒子径を計測した。また、球形度は、前記電子顕微鏡写真から測定した粒子の長軸径/短軸径で示した。

【0056】

結晶構造は、「X線回折装置 RADI IA」(理学電機工業(株)製)(管球:Cu)を使用し、 $2\theta$ が $10\sim 86^\circ$ の範囲で測定し、Rietveld解析を用いて格子定数比( $c/a$ )を算出した。

【0057】

平均二次粒子径( $D_{50}$ )は、チタン酸バリウム粒子粉末100mgをヘキサメタリン

10

20

30

40

50

酸ナトリウム水溶液（濃度 0.2 wt%）に分散させ、動的光散乱法（「NIKKISO MICROTRAC UPA150：日機装社製」）又はレーザー回折・散乱法（「NIKKISO MICROTRAC HRA、MODEL9320-X100：日機装社製」）を用いて、各粒子粉末の体積換算の粒度分布から平均二次粒子径  $D_{50}$  を測定した。ここで、 $D_{50}$  とは粒子粉末の全体積を 100% とし、粒子径に対する累積割合を求めたときの累積割合が 50% となる粒子径である。

【0058】

Ba/Ti 組成比は、「蛍光 X 線分析装置 Simultix 12」（理学電機（株）製）を使用して測定した。

【0059】

比表面積値は BET 法により測定した値で示した。

【0060】

<チタン酸バリウム粒子粉末の製造>

実施例 1

水酸化バリウム八水塩（関東化学（株）製、97%  $Ba(OH)_2 \cdot 8H_2O$  試薬特級）2.54 kg を水に溶解、精製し、温度 75、pH 12.5 で窒素雰囲気下の反応容器中に保持した。次に、含水酸化チタン（硫酸チタンルを熱加水分解で作製したもの  $TiO_2 \cdot H_2O$ ）481 g を水に邂逅し含水酸化チタンスラリーを作製し、前記水酸化バリウム水溶液に 5 分間かけて投入した。該混合溶液を 75 で 3 時間かけて立方晶系チタン酸バリウムを生成した。該粒子沈殿させ、2.4 倍に濃縮し、120 で 8 時間水熱処理を行い、室温まで冷却した後、ヌッチェで濾液に Ba イオンが認められなくなるまで水洗し、濾過、乾燥を行って正方晶系チタン酸バリウム微粒子粉末を得た。

【0061】

得られたチタン酸バリウム粒子粉末は平均一次粒子径 ( $r_1$ ) が 35 nm であって、球形度が 1.08 の球状粒子であり、Ba/Ti モル比が 1.001、格子定数比  $c/a$  が 1.0044 であった。平均二次粒子径 ( $D_{50}$ ) は 60 nm であり、一次粒子径と二次粒子径との比は 1.70 であった。

【0062】

実施例 2 ~ 5、比較例 1 ~ 3 :

チタン塩化合物の種類及び添加量、バリウム塩の溶液の種類及び添加量、濃縮の程度、水熱処理の反応温度を種々変化させた以外は、前記実施例 1 と同様にしてチタン酸バリウム粒子粉末を得た。

【0063】

このときの製造条件を表 1 に、得られたチタン酸バリウム粒子粉末の諸特性を表 2 に示す。

【0064】

なお、比較例 2 は実施例 4 における水熱処理前の立方晶チタン酸バリウム粒子粉末である。

【0065】

10

20

30

【 表 1 】

	立方晶チタン酸バリウム粒子粉末の製造						濃縮仕様			水熱処理仕様		
	反応濃度 (mol/L)	仕込み Ba/Ti比 (mol ratio)	Ba 原料種	Ti 原料種	反応条件		沈降 濃縮倍率 (倍)	反応 濃度 (mol/L)	水熱 温度 (°C)	水熱 時間 (時間)		
					温度 (°C)	時間 (時間)						
実施例 1	0.50	1.56	Ba(OH) <sub>2</sub> ・8H <sub>2</sub> O	TiO <sub>2</sub> ・H <sub>2</sub> O	75	3	2.4	1.2	120	8		
実施例 2	0.40	1.075	BaCl <sub>2</sub> ・2H <sub>2</sub> O+NaOH	TiCl <sub>2.85</sub> OH <sub>1.15</sub> +NaOH	70	2	2.7	1.1	150	5		
実施例 3	0.50	1.56	Ba(OH) <sub>2</sub> ・8H <sub>2</sub> O	TiO <sub>2</sub> ・H <sub>2</sub> O	70	3	2.6	1.3	180	8		
実施例 4	0.50	1.56	Ba(OH) <sub>2</sub> ・8H <sub>2</sub> O	TiO <sub>2</sub> ・H <sub>2</sub> O	75	3	2.6	1.3	150	8		
実施例 5	0.50	1.56	Ba(OH) <sub>2</sub> ・8H <sub>2</sub> O	TiO <sub>2</sub> ・H <sub>2</sub> O	70	2	2.8	1.4	250	8		
実施例 6	0.40	3.00	Ba(OH) <sub>2</sub> ・8H <sub>2</sub> O	TiCl <sub>2.85</sub> OH <sub>1.15</sub>	70	2	2.0	0.8	200	8		
実施例 7	0.50	1.20	Ba(OH) <sub>2</sub> ・8H <sub>2</sub> O	チタニウムイソプロポキシド	70	2	2.0	1.0	200	8		
比較例 1	0.50	1.50	Ba(OH) <sub>2</sub> ・8H <sub>2</sub> O	TiO <sub>2</sub> ・H <sub>2</sub> O	70	3	1.0	0.5	150	8		
比較例 2	0.50	1.56	Ba(OH) <sub>2</sub> ・8H <sub>2</sub> O	TiO <sub>2</sub> ・H <sub>2</sub> O	75	3	-	-	-	-		

【 0 0 6 6 】

10

20

30

40

【表 2】

	チタン酸バリウム粒子粉末の諸特性						
	BET	平均一次粒子径	球形度	Ba/Ti比	格子定数比	平均二次粒子径	D <sub>50</sub> /r <sub>1</sub>
	(m <sup>2</sup> /g)	r <sub>1</sub> (nm)	(-)	(mol ratio)	c/a (-)	D <sub>50</sub> (nm)	(一次粒径と二次粒径の比)
実施例 1	31.9	35	1.08	1.001	1.0044	60	1.70
実施例 2	18.3	70	1.18	1.004	1.0042	72	1.03
実施例 3	17.3	70	1.05	0.994	1.0060	105	1.50
実施例 4	25.1	44	1.09	0.993	1.0050	81	1.85
実施例 5	11.7	91	1.08	0.992	1.0069	137	1.51
実施例 6	12.3	90	1.06	1.001	1.0070	140	1.56
実施例 7	11.0	95	1.07	0.995	1.0068	135	1.42
比較例 1	14.4	87	1.26	0.994	1.0041	130	1.49
比較例 2	49.4	21	1.04	0.990	1.0000	756	35.98

\*比較例2は実施例4の水熱処理前の立方晶チタン酸バリウム

## 【 0 0 6 7 】

表 2 に示すとおり、本発明に係るチタン酸バリウム粒子粉末は、平均一次粒子径と平均二次粒子径とがほぼ同程度であるので、凝集しておらず、分散性に優れていることが確認された。

## 【 0 0 6 8 】

実施例 8 及び 9、比較例 3

実施例 4 のチタン酸バリウム粒子粉末を種々の温度で熱処理を行った。このときの製造条件及び得られたチタン酸バリウム粒子粉末の諸特性を表 3 に示す。なお、実施例 8 は、実施例 4 のチタン酸バリウム粒子粉末を 6 0 0 で仮焼後、粉碎したものであり、実施例 9 は、実施例 4 のチタン酸バリウム粒子粉末を 8 0 0 で仮焼後、粉碎したものであり、比較例 3 は、実施例 4 のチタン酸バリウム粒子粉末を 1 0 0 0 で仮焼後、粉碎したものである。

## 【 0 0 6 9 】

10

20

30

【表 3】

	加熱 処理 温度 (°C)	チタン酸バリウム粒子粉末の諸特性						
		BET (m <sup>2</sup> /g)	平均一次 粒子径 r <sub>1</sub> (nm)	球形度 (-)	Ba/Ti比 (mol ratio)	格子 定数比 c/a (-)	平均二次粒 子径 D <sub>50</sub> (nm)	D <sub>50</sub> /r <sub>1</sub>  (一次粒径と 二次粒径の 比)
実施例 8	600	22.9	45	1.08	0.9931	1.0039	89	1.97
実施例 9	800	18.0	52	1.05	0.9931	1.0043	131	2.51
比較例 3	1000	7.6	110	1.22	0.9931	1.0079	287	2.61

10

\*\*実施例8は実施例4の水熱品を600°C仮焼、粉碎したもの

\*\*\*実施例9は実施例4の水熱品を800°C仮焼、粉碎したもの

\*\*\*\*比較例3は実施例4の水熱品を1000°C仮焼、粉碎したもの

#### 【産業上の利用可能性】

#### 【0070】

本発明に係るチタン酸バリウム粒子粉末は、凝集が抑制され分散性に優れるとともに、高い結晶性を有するので、各種誘電材料に好適に用いることができる。

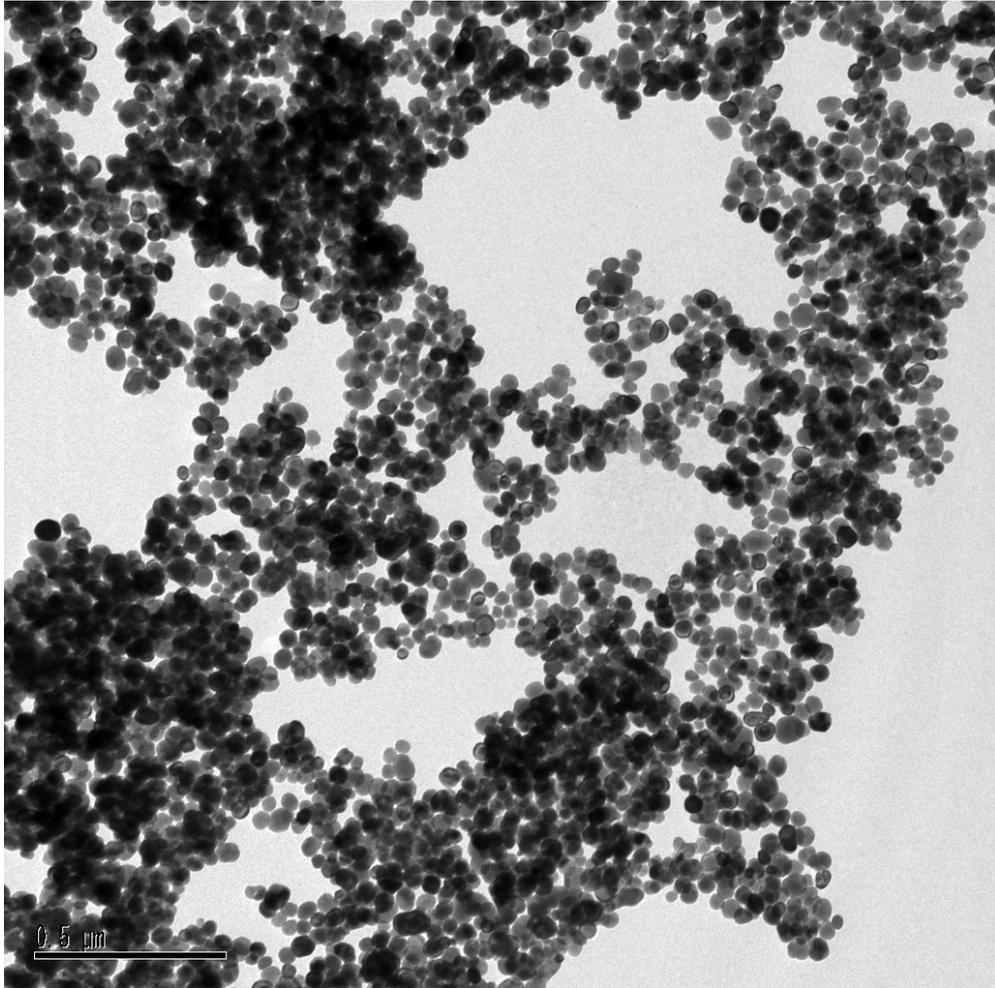
20

#### 【図面の簡単な説明】

#### 【0071】

【図1】実施例1で得られたチタン酸バリウム粒子粉末の粒子形状を示す透過型電子顕微鏡写真(50,000倍)

【 図 1 】



## フロントページの続き

- (72)発明者 宇根本 英知  
山口県小野田市新沖1丁目1番1号 戸田工業株式会社小野田工場内
- (72)発明者 神田 弘一郎  
山口県小野田市新沖1丁目1番1号 戸田工業株式会社小野田工場内

審査官 壺内 信吾

- (56)参考文献 特開2002-211926(JP,A)  
特開2005-272295(JP,A)  
特開平05-330824(JP,A)  
特開平07-232923(JP,A)  
特開平11-116242(JP,A)  
特開昭64-018904(JP,A)  
S.Naka et al., Change from Metastable Cubic to Stable Tetragonal Form of Submicron Barium Titanate, Bulletin of the Chemical Society of Japan, 日本, 日本化学会, 1974年5月15日, Vol.47, No.5, pp.1168-1171  
R. VIVEKANANDAN et al., Characterization of Barium Titanate Fine Powders Formed From Hydrothermal Crystallization, Powder Technology, Elsevier Sequoia, 1989年, Vol.57, No.3, pp.181-192  
B.Begg et al., Effect of Particle Size on the Room-Temperature Crystal Structure of Barium Titanate, Journal of the American Ceramic Society, American Ceramic Society, 1994年12月, Vol.77, No.12, pp.3186-3192

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C01G1/00-23/08

Science Citation Index Expanded(Web of Science)