

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第5666785号
(P5666785)

(45) 発行日 平成27年2月12日 (2015. 2. 12)

(24) 登録日 平成26年12月19日 (2014. 12. 19)

(51) Int. Cl.	F I
B 2 2 F 9/12 (2006. 01)	B 2 2 F 9/12 Z
B 8 2 B 3/00 (2006. 01)	B 8 2 B 3/00
B 2 2 F 9/02 (2006. 01)	B 2 2 F 9/02 Z
B 2 2 F 1/02 (2006. 01)	B 2 2 F 1/02 D

請求項の数 7 (全 11 頁)

(21) 出願番号 特願2009-67355 (P2009-67355)
 (22) 出願日 平成21年3月19日 (2009. 3. 19)
 (65) 公開番号 特開2010-1563 (P2010-1563A)
 (43) 公開日 平成22年1月7日 (2010. 1. 7)
 審査請求日 平成24年3月19日 (2012. 3. 19)
 (31) 優先権主張番号 12/143, 398
 (32) 優先日 平成20年6月20日 (2008. 6. 20)
 (33) 優先権主張国 米国 (US)

(73) 特許権者 507342261
 トヨタ モーター エンジニアリング ア
 ンド マニュファクチャリング ノース
 アメリカ, インコーポレイティド
 アメリカ合衆国, ケンタッキー 4101
 8, アーランガー, アトランティック ア
 ベニュー 25
 (73) 特許権者 509078182
 エスティーシー, ユーエヌエム
 アメリカ合衆国, ニューメキシコ 871
 06, アルバカーキ, サウスイースト, ユ
 ニバーシティ プールバード 801 ス
 イート 104, シー/オー リサーチ
 アンド テクノロジー ロー

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 コア-シェル構造のナノ粒子の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

コア - シェル構造のナノ粒子を含む複合材料の製造方法であって、
錫であるコア材料及び炭素であるシェル材料を含む前駆体を提供すること、
 この前駆体をエアロゾルガスに懸濁し、エアロゾルを形成すること、
 ホットゾーンを有するプラズマを提供すること、
 このエアロゾルをプラズマのホットゾーンに通すこと、
 エアロゾル中のコア材料の少なくとも一部及びシェル材料の少なくとも一部を気化させ
 ること、

気化したコア材料及びシェル材料をプラズマのホットゾーンから取り出すこと、及び
 気化したコア材料及びシェル材料を、1種の原子からなるコアを有するコア - シェル構
 造のナノ粒子に凝縮させること
 を含む方法。

【請求項 2】

前記前駆体が、粉末、液体、液体の蒸気、及びこれらの組み合わせからなる群より選ば
 れる、請求項 1 記載の方法。

【請求項 3】

前記エアロゾルガスが不活性ガスである、請求項 1 又は 2 に記載の方法。

【請求項 4】

前記不活性ガスがアルゴンである、請求項 3 記載の方法。

10

20

【請求項 5】

前記エアロゾルが、プラズマのホットゾーン内を末端とするチューブを通過する、請求項 1 ~ 4 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 6】

プラズマのホットゾーンを通過するプラズマガスを供給することをさらに含む、請求項 1 ~ 5 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 7】

前記コア - シェル構造のナノ粒子が 500 nm 未満の平均外径を有する、請求項 1 ~ 6 のいずれか 1 項に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

10

【技術分野】**【0001】**

本発明は、米国エネルギー省より与えられた契約番号 DE-AC52-06NA25396 に基づき政府支援により行われた。政府はこの発明に一定の権利を有する。

【0002】

本発明は、ナノ粒子の製造方法に関し、詳細には、コア - シェル構造のナノ粒子の製造方法に関する。

【背景技術】**【0003】**

ナノ粒子の開発及び製造は、少なくとも最近の 10 年間は、バルク材と原子もしくは分子構造体の間の隙間を埋める挙動を示すナノ粒子の特性について研究が行われてきた。例えば、ナノ粒子は粒子のサイズによって異なる特性を示し、融点、熱及び / 又は電気伝導性、物理的硬度等の特性は、同じ化学組成を有するバルク材と比較して大きく異なっている。

20

【発明の概要】**【発明が解決しようとする課題】****【0004】**

金属ナノ粒子の製造に用いられる方法は、ガス蒸発、機械的磨耗、スパッタリング、有機金属化合物の熱分解、有機金属化合物のマイクロ波プラズマ分解等を含む。乾燥前駆体粉末のプラズマ分解はナノ粒子の製造に有効な方法であることが証明された。それは、乾燥前駆体粉末は材料取り扱いを簡潔にし、比較的狭い粒度範囲のものが得られ、好ましい製造速度が達成できるからである。しかしながら、コア - シェル構造のナノ粒子の従来の製造方法は、粒度分布が大きくかつ製造速度が遅いという方法に限られていた。従って、従来の欠点を有しないコア - シェル構造のナノ粒子の製造方法が望まれている。

30

【課題を解決するための手段】**【0005】**

コア - シェル構造のナノ粒子を含む複合材料の製造方法が開示される。この方法は、コア材料及びシェル材料を含む乾燥前駆体粉末、液体及び / 又は液体の蒸気の形態の前駆体を提供すること、この前駆体をエアロゾルガスに懸濁して前駆体を含むエアロゾルを形成することを含む。さらに、この方法は、ホットゾーンを有するプラズマを提供すること、前記エアロゾルをプラズマのホットゾーンに通すことを含む。エアロゾルがプラズマのホットゾーンを通過すると、エアロゾル中のコア材料の少なくとも一部及びシェル材料の少なくとも一部は気化する。

40

【0006】

ある場合には、エアロゾル蒸気は前駆体をプラズマのホットゾーンに移す。このホットゾーンは、高周波、マイクロ波もしくは直流放電により発生した高電磁エネルギーの領域である。前駆体からの原子、及びときにはエアロゾルガスからの原子の再構成により、このホットゾーンにおいて新たな粒子が形成される。その後、エアロゾルガスはこの新たな粒子をホットゾーンから、急速な冷却が行われるプラズマアフターグロー領域に移す。次いでこの粒子は、プラズマ系から粒子が取り出される（通常はフィルターによって）近室

50

温の領域に移される。

【図面の簡単な説明】

【0007】

【図1】コア・シェル構造のナノ粒子の製造方法を説明する流れ図である。

【図2】コア・シェル構造のナノ粒子の製造に用いる装置の略図である。

【図3】本発明の一態様により製造されたコア・シェル構造のナノ粒子の略図である。

【図4】本発明の一態様により製造されたコア・シェル構造のナノ粒子の透過型電子顕微鏡写真である。

【図5】コア・シェル構造のナノ粒子の製造に用いる装置の略図である。

【図6】本発明の一態様により製造されたコア・シェル構造のナノ粒子の透過型電子顕微鏡写真である。

10

【発明を実施するための形態】

【0008】

本発明は、コア・シェル構造のナノ粒子を含む複合材料の製造方法を含む。このコア・シェル構造のナノ粒子は、電気活性材料、触媒材料、水素貯蔵材料等として用いることができる。従って、本発明は材料の製造方法としての実用性を有する。

【0009】

この方法は、コア材料及びシェル材料を含む乾燥前駆体粉末、液体及び／又は液体の蒸気の形態の前駆体を提供することを含む。コア材料がコアの前駆体であり、シェル材料がシェルの前駆体であることが理解される。乾燥前駆体粉末、液体及び／又は液体の蒸気をエアロゾルガスに懸濁し、コア材料とシェル材料を含むエアロゾルを形成する。本発明において、エアロゾルとは、微細な固体粒子及び／又は液滴の気体懸濁体を意味する。この方法はまた、ホットゾーンを有するプラズマを提供することを含む。エアロゾルはプラズマのホットゾーンを通過する。そこでコア材料の少なくとも一部及びシェル材料の少なくとも一部が気化する。このホットゾーンは、高周波、マイクロ波エネルギーもしくは直流放電を用いて発生する高電磁エネルギーの領域である。

20

【0010】

前駆体からの原子、及びときにはエアロゾルガス及び／又はプラズマガスからの原子の再構成により、ホットゾーンにおいて新たな粒子が形成する。その後、エアロゾルガスはこの新たな粒子をホットゾーンからプラズマアフターグロー領域に送る。このアフターグロー領域は、新たな粒子構造に衝撃を与える急速冷却を起こす、ホットゾーンの下流にある空間である。このアフターグロー領域から出ると、粒子は近室温の領域に受け入れられ、そこでホットゾーン及びアフターグロー領域において形成した、前駆体の原子構造から大きく変化した粒子が系から取り出される（典型的にはフィルターにより）。この粒子は、ここに開示のように処理した場合、コア・シェル粒子であり、ある場合には単一の元素からなるコアを有する。

30

【0011】

プラズマは非酸化プラズマであってよく、時にはカップラー内でマイクロ波エネルギーを集中させることにより発生した低消費電力大気圧もしくは近大気圧プラズマである。エアロゾルガスは不活性ガスであってよく、具体的にはヘリウム、アルゴン及びこれらの組み合わせを含む。この方法はさらに、エアロゾルに加えて、プラズマガスをプラズマのホットゾーンに通すことを含み、このプラズマガスも不活性ガスであってよい。ある場合には、コア材料はリチウム合金化材料であり、錫、珪素、アルミニウム、ゲルマニウム、これらの組み合わせ等の元素を含んでいてもよい。他の場合、コア材料は、リチウム合金化材料をリチウムと合金した事前にリチウム化された材料であってよい。シェル材料は、炭素、窒素、酸素これらの組み合わせ等より選ばれる元素を含んでいてよい。具体的には、炭素、炭化物、窒化物、酸化物等を含む。

40

【0012】

本発明の少なくとも1つの実施態様は、平均外径が500nm未満であるコア・シェル構造のナノ粒子の製造方法を提供する。ある場合には、平均外径が200nm未満である

50

コア - シェル構造のナノ粒子を製造することができるが、他の場合には、平均外径が 1 0 0 n m 未満であるコア - シェル構造のナノ粒子を製造することができる。さらに他の場合には、平均外径が 5 0 n m 未満であるコア - シェル構造のナノ粒子を製造することができる。このコア - シェル構造のナノ粒子の外部シェルの平均壁厚は 1 0 0 n m 未満であり、5 0 n m 未満であってもよく、さらにある場合には 2 0 n m 未満であってもよい。

【 0 0 1 3 】

所望により、コア - シェル構造のナノ粒子を製造し、次いで処理してコアのサイズを外部シェル以内に低減させ、それにより外部シェルの内容積の 5 ~ 9 9 パーセントを占めるコアを提供する方法を一態様として含む。複数の複合コア - シェル構造のナノ粒子を、例えばバインダにより集合させ、電極を製造することができる。

10

【 0 0 1 4 】

ここで同一の符号は同一の要素を示す図面を参照し、図 1 は番号 1 0 で示される、コア - シェル構造のナノ粒子を含む複合材料の製造工程を示す。この方法 1 0 は、工程 1 0 0 において、粉末、液体及び / 又は液体の蒸気の形態の前駆体を提供すること、工程 1 1 0 において、この前駆体をプラズマトーチに通すこと、を含む。工程 1 1 0 において前駆体をプラズマトーチに通すと、前駆体内に含まれるシェル材料の少なくとも一部及びコア材料の少なくとも一部は気化する。次いで、工程 1 2 0 において、気化したコア材料及びシェル材料を含む蒸気は凝縮され、コア - シェル構造のナノ粒子を形成する。

【 0 0 1 5 】

図 2 は、番号 3 0 で示される、コア - シェル構造のナノ粒子の製造装置の略図である。この図に示されているように、エアロゾルガス 3 0 0 は入り口チューブ 3 1 0 を通り、前駆体 3 2 2 を含む前駆体容器 3 2 0 に入る。エアロゾルガス 3 2 2 は十分な流速で前駆体容器 3 2 0 に流れることにより、エアロゾルガス 3 0 0 内に前駆体 3 2 2 を懸濁し、エアロゾルを形成する。この前駆体 3 2 2 はコア材料及びシェル材料を含む。前駆体 3 2 2 は製造されるコア - シェル構造のナノ粒子のコア及び / 又はシェル内に導入されないが、全体の工程の助けとなる元素を含んでいてもよい。

20

【 0 0 1 6 】

エアロゾルを形成した後、出口チューブ 3 3 0 を通過する。この出口チューブ 3 3 0 の少なくとも一部は石英プラズマトーチ 3 4 0 を通過する。ある場合には、出口チューブ 3 3 0 は導波管 3 6 0 の中央を終点とするセラミック部分 3 3 2 を有する。この導波管 3 6 0 は、マイクロ波エネルギーをプラズマトーチ 3 4 0 に結びつけるために用いられる。プラズマトーチ 3 4 0 内であるが、エアロゾルが通過する出口チューブ 3 3 0 のセラミック部分 3 3 2 の外部を通るプラズマガス 3 5 0 を含んでいてもよい。導波管 3 6 0 内でプラズマトーチ 3 4 0 にマイクロ波エネルギーを集中させると、プラズマトーチ 3 4 0 内のホットゾーン 3 4 2 内でプラズマが発生する。前駆体 3 2 2 を含むエアロゾルはプラズマトーチ 3 4 0 のホットゾーン 3 4 2 を通過する際、ホットゾーン 3 4 2 の温度は前駆体液体 3 2 2 の少なくとも一部が蒸発する温度である。蒸発した前駆体 3 2 2 はプラズマトーチ 3 4 0 のホットゾーン 3 4 2 から出て、チムニー領域 3 7 0 に入る。ホットゾーン 3 4 2 から出ると、蒸発した前駆体の原子は固体粒子に凝縮する。

30

【 0 0 1 7 】

前駆体 3 2 2 がコア材料及びシェル材料を含む場合、エアロゾルがプラズマトーチ 3 4 0 のホットゾーン 3 4 2 を通過すると、コア材料の少なくとも一部及びシェル材料の少なくとも一部が気化する。コア - シェル構造のナノ粒子は、粒子フィルター 3 9 0 から、チムニー領域 3 7 0 の内部側壁から、及び / 又は粒子トラップ (図示していない) から集められる。

40

【 0 0 1 8 】

理論付けようとするものではないが、コア - シェル構造のナノ粒子の形成のメカニズムは、コア材料原子及びシェル原料原子が凝縮し、核生成工程をへて粒子を形成すると考えられる。凝縮したコア材料原子及びシェル材料原子は同じ核上に集まるが、2 つの材料の間の相対的混和性に基づき、シェル材料原子はコア材料から排斥され、内部コアの周囲に

50

表面もしくはシェルを形成する。このシェル材料原子の排斥は冷却が行われるまで及び／又は材料がアフターグロー領域 3 4 4 に達するまで行われるか又は行われなくてもよい。ホットゾーンを出た後、コア - シェル構造のナノ粒子は装置のアフターグロー領域 3 4 4 に入り、そこではさらなる成長は起こらない。従って、アフターグロー領域において、コア - シェル構造のナノ粒子は、外部シェルを有するコアを有する、その最終形状に「凍結」される。

【 0 0 1 9 】

本発明の態様をさらに説明するため、コア - シェル構造のナノ粒子を製造する方法の例を以下に示す。

【 実施例 】

【 0 0 2 0 】

実施例 1

図 2 を参照し、錫粒子と結晶性アントラセン粒子の混合物を手で粉砕することにより、乾燥前駆体粉末 3 2 2 を調製した。錫：アントラセンの重量比は 5 0 : 1 であり、錫粒子の平均粒径は 5 0 μm であり、錫粒子とアントラセン結晶の混合物は完全に均一とみえる生成物が得られるまで手で粉砕した。乾燥前駆体粉末 3 2 2 を前駆体粉末容器 3 2 0 内に入れた。標準温度及び圧力 (S T P) において 2 0 0 cm^3/min の流速のアルゴンをプラズマガス 3 5 0 に用い、プラズマトーチ 3 4 0 に通した。

【 0 0 2 1 】

乾燥前駆体粉末 3 2 2 を含むエアロゾルを調製するため、S T P において流速 3 0 0 cm^3/min のアルゴンガスをエアロゾルガス 3 0 0 として用い、前駆体粉末容器 3 2 0 に入れた。前駆体粉末容器 3 2 0 に入れ、出口チューブ 3 3 0 から出すと、エアロゾルガス 3 0 0 は、乾燥前駆体粉末 3 2 2 から錫粒子及びアントラセン粒子を得て、エアロゾルを形成した。錫及びアントラセン粒子を含むエアロゾルは出口チューブ 3 3 0 のセラミック部分 3 3 2 から出て、通常は導波管 3 6 0 の中央にあるプラズマのホットゾーンに入った。導波管部位 3 6 0 はマイクロ波エネルギーをプラズマトーチ 3 4 0 に結合させ、約 9 0 0 ワットの吸収されたパワーが存在した。この例において、プラズマトーチは石英チューブ製であった。プラズマ自体は石英トーチ 3 4 0 内に閉じ込められ、プラズマガス及びエアロゾルの滞留時間は比較的短く、例えば 1 秒未満である。その後、新たな粒子がホットゾーンからアフターグロー領域へ、そして最後に近室温にある領域に移った。これらのパラメータを用い、平均ナノ粒子粒径が 5 0 nm であり、サイズ分布が比較的密である、錫コア及びグラファイトシェルを有するコア - シェル構造のナノ粒子が製造された。図 3 は番号 2 1 0 で示すナノ粒子を示し、このコア - シェル構造のナノ粒子 2 1 0 は、内部コア 2 1 2 及び外部シェル 2 1 4 を有しており、図 4 は上記パラメータを用いて製造した錫コア - カーボンシェルナノ粒子の透過型電子顕微鏡 (T E M) 写真を示している。

【 0 0 2 2 】

上記例では錫 - グラファイトナノ粒子を製造したが、他のコア - シェル構造のナノ粒子を製造するために他の粉末材料を用いてもよい。例えば、コア材料としてリチウム合金化材料を用い、シェル材料として炭素、窒素、酸素、リン、硫黄等を含む化合物を用いてよい。ある場合には、コア材料は錫、珪素、アルミニウム、ゲルマニウム、これらの組み合わせ等の元素を含む。コア材料は、乾燥前駆体粉末 3 2 2 中のコア材料がリチウムと合金化されたリチウム合金化材料である事前にリチウム化された材料であってもよい。この事前にリチウム化された材料をプラズマトーチ 3 4 0 のホットゾーン 3 4 2 に通すことによって気化し、その後事前にリチウム化されたコアに凝縮する。

【 0 0 2 3 】

実施例 2

図 2 に示す要素と同一の番号は同一の要素を示す図 5 を参照し、ヘキサン (C_6H_{14}) 及び／又はその蒸気の形態の液体炭素源に加え、例 1 に記載の乾燥前駆体粉末を用意した。ヘキサンは室温において無色の液体であり、- 9 5 において溶融し、6 9 において沸騰し、2 0 、1 atm において 1 3 2 mmHg の蒸気圧を有する。さらに、他の液体炭素源

10

20

30

40

50

及び液滴及び／又はその蒸気を不活性ガスに導入する他の方法（例えば、ヘキサンを超音波振動により直接ヘキサンエアロゾルを形成する）も本発明の範囲内である。

【 0 0 2 4 】

図 5 に示すように、液体炭素源 3 2 7 を容器 3 2 5 に入れ、容器 3 2 7 中及び炭素源 3 2 7 上にエアロゾルガス 3 0 2 を流した。又は、エアロゾルガス 3 0 2 を容器 3 2 5 に入れ、液体炭素源 3 2 7 に吹き込んでよい。こうして、エアロゾルガスが容器 3 2 5 から容器 3 2 0 に流れる際に、液体炭素源 3 2 7 の液滴及び／又はその蒸気がエアロゾルガス 3 0 2 に懸濁される。エアロゾルガス源 3 0 0 は、所望により乾燥前駆体粒子の量及び／又は容器 3 2 0 から出てプラズマトーチ 3 4 0 に送られるガス流を調整するように含めてもよい。この場合、プラズマトーチ 3 4 0 において約 9 0 0 ワットの吸収されたパワーが存在し、プラズマ及びエアロゾルガスとしてアルゴンが用いられた。さらに、プラズマガス 3 5 0 に 2 5 0 cc/min の、エアロゾルガス 3 0 2 に 3 0 cc/min の、そしてエアロゾルガス 3 0 0 に 1 6 0 cc/min の流速が、図 6 に示す錫コア - 炭素シェルナノ粒子を与えた。

10

【 0 0 2 5 】

本発明は特定の流速、組成もしくは形態に限定されるものではない。さらに、上記例は、各ガス流が異なる組成を有しかつプラズマホットゾーンにおいてのみ混合される 2 つのガス流システムを有する方法を開示しているが、他のガス流及び／又はプラズマシステムも本発明の範囲内に含まれる。例えば、エアロゾルガス及びプラズマガスが同じである 1 つのガス流システムを有する直流（DC）放電プラズマを用いる方法も本発明の範囲内である。この方法は、上記実施例に示すように、エアロゾルガスとプラズマガスをホットゾーンの中央において互いに混合する 2 つのガス流システムとは異なり、ホットゾーンに達する前にすべてのガスがプラズマを通過し、前駆体がよく混合される。

20

【 0 0 2 6 】

上記記載及び図面は本発明の特定の態様を説明するものであり、本発明を限定するものではない。本発明の多くの変形は当業者に明らかであろう。本発明の実施態様の一部を以下の項目 [1] - [2 7] に記載する。

[1]

コア - シェル構造のナノ粒子を含む複合材料の製造方法であって、
コア材料及びシェル材料を含む前駆体を提供すること、
この前駆体をエアロゾルガスに懸濁し、エアロゾルを形成すること、
このエアロゾルをプラズマのホットゾーンに通すこと、
エアロゾル中のコア材料の少なくとも一部及びシェル材料の少なくとも一部を気化させること、

30

気化したコア材料及びシェル材料をプラズマのホットゾーンから取り出すこと、及び
気化したコア材料及びシェル材料を、1 種の原子からなるコアを有するコア - シェル構造のナノ粒子に凝縮させること

を含む方法。

[2]

前記前駆体が粉末である、項目 1 記載の方法。

[3]

前記前駆体が液体である、項目 1 記載の方法。

40

[4]

前記前駆体が液体の蒸気である、項目 1 記載の方法。

[5]

前記前駆体が、粉末、液体、液体の蒸気、及びこれらの組み合わせからなる群より選ばれる、項目 1 記載の方法。

[6]

前記コア材料がリチウム合金化材料である、項目 1 記載の方法。

[7]

前記コア材料が、錫、珪素、アルミニウム、ゲルマニウム及びこれらの組み合わせから

50

なる群より選ばれる、項目 6 記載の方法。

[8]

前記コア材料が事前にリチウム化された材料である、項目 6 記載の方法。

[9]

前記シェル材料が、炭素、窒素及び酸素からなる群より選ばれた元素を含む、項目 1 記載の方法。

[10]

前記エアロゾルガスが不活性ガスである、項目 1 記載の方法。

[11]

前記不活性ガスがアルゴンである、項目 10 記載の方法。

10

[12]

前記エアロゾルが、プラズマのホットゾーン内を末端とするチューブを通過する、項目 11 記載の方法。

[13]

プラズマのホットゾーンを通過するプラズマガスを供給することをさらに含む、項目 12 記載の方法。

[14]

前記プラズマが非酸化プラズマである、項目 1 記載の方法。

[15]

前記プラズマが、カップラー内に集中したマイクロ波エネルギーを有する低消費電力大気圧もしくは近大気圧プラズマである、項目 1 記載の方法。

20

[16]

前記コア - シェル構造のナノ粒子が 500 nm 未満の平均外径を有する、項目 1 記載の方法。

[17]

前記コア - シェル構造のナノ粒子を処理して、コアのサイズをコア - シェル構造のナノ粒子のシェル以内にすることをさらに含む、項目 16 記載の方法。

[18]

コア - シェル構造のナノ粒子を含む複合材料の製造方法であって、

コア材料及びシェル材料を含む前駆体を提供すること、

30

この前駆体をエアロゾルガスに懸濁し、エアロゾルを形成すること、

プラズマトーチを提供すること、

プラズマトーチ内を末端とするエアロゾルチューブを提供すること、

エアロゾルチューブの外にあるプラズマトーチを通過するプラズマガスを提供すること

、

プラズマガスを用いて、ホットゾーンを有するプラズマを発生させること、

エアロゾルチューブにエアロゾルを通すこと、このエアロゾルはエアロゾルチューブを出て、プラズマのホットゾーンに入る、

プラズマのホットゾーン中のエアロゾル中のコア材料の少なくとも一部及びシェル材料の少なくとも一部を気化させること、

40

気化したコア材料及びシェル材料をプラズマのホットゾーンからアフターグロー領域に通すこと、及び

気化したコア材料及びシェル材料を、1 種の原子からなるコアを有するコア - シェル構造のナノ粒子に凝縮させること

を含む方法。

[19]

前記前駆体が粉末である、項目 18 記載の方法。

[20]

前記前駆体が液体である、項目 18 記載の方法。

[21]

50

前記前駆体が液体の蒸気である、項目 1 8 記載の方法。

[2 2]

前記前駆体が、粉末、液体、液体の蒸気、及びこれらの組み合わせからなる群より選ばれる、項目 1 8 記載の方法。

[2 3]

前記コア材料がリチウム合金化材料である、項目 1 8 記載の方法。

[2 4]

前記コア材料が、錫、珪素、アルミニウム、ゲルマニウム及びこれらの組み合わせからなる群より選ばれる、項目 2 3 記載の方法。

[2 5]

前記コア材料が事前にリチウム化された材料である、項目 2 3 記載の方法。

[2 6]

前記シェル材料が、炭素、窒素及び酸素からなる群より選ばれた元素を含む、項目 1 8 記載の方法。

[2 7]

コア - シェル構造のナノ粒子を含む複合材料の製造方法であって、

リチウム合金化材料からなるコア材料及び炭素、窒素、酸素及び硫黄からなる群より選ばれる元素を含むシェル材料を含む前駆体を提供すること、

この前駆体をエアロゾルガスに懸濁し、エアロゾルを形成すること、

プラズマトーチを提供すること、

プラズマトーチを通過するプラズマガスを提供すること、

プラズマトーチ内を末端とするエアロゾルチューブを提供すること、

プラズマガスを用いて、ホットゾーンを有するプラズマを発生させること、

エアロゾルチューブにエアロゾルを通すこと、このエアロゾルはエアロゾルチューブを出て、プラズマのホットゾーンに入る、

プラズマのホットゾーン中のエアロゾル中のコア材料の少なくとも一部及びシェル材料の少なくとも一部を気化させること、

気化したコア材料及びシェル材料をプラズマのホットゾーンからアフターグロー領域に通すこと、及び

気化したコア材料及びシェル材料を、1 種の原子からなるコアを有するコア - シェル構造のナノ粒子に凝縮させること

を含む方法。

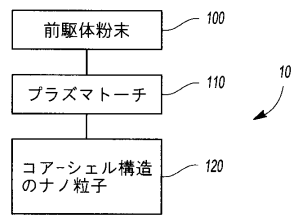
10

20

30

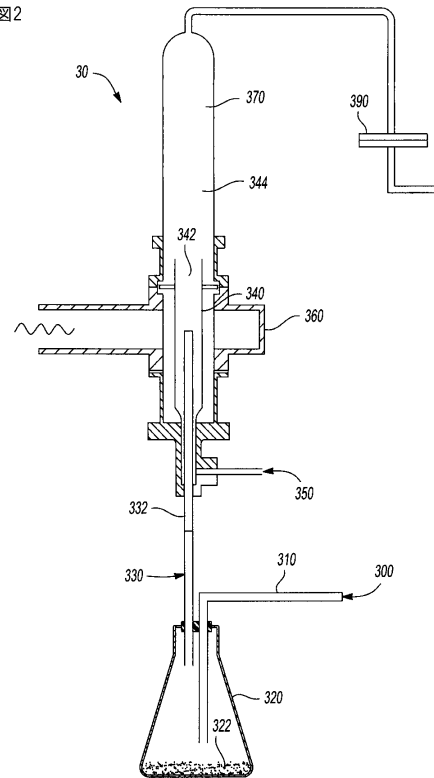
【図 1】

図1



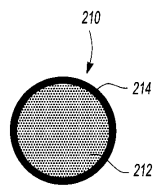
【図 2】

図2



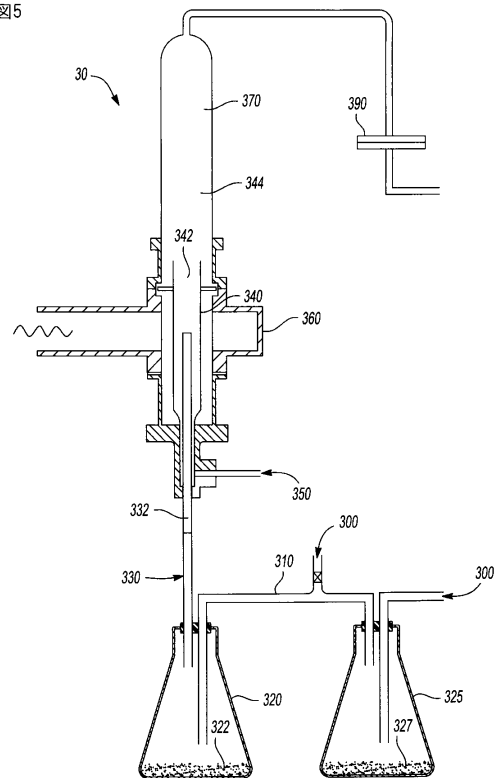
【図 3】

図3



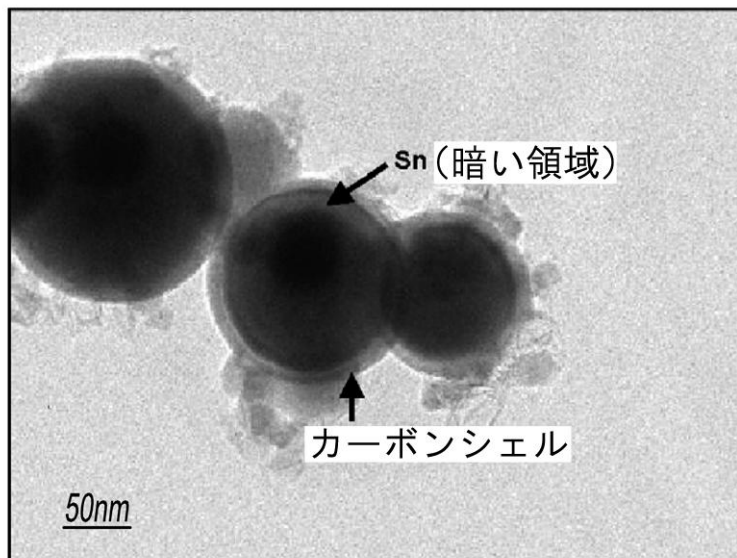
【図 5】

図5



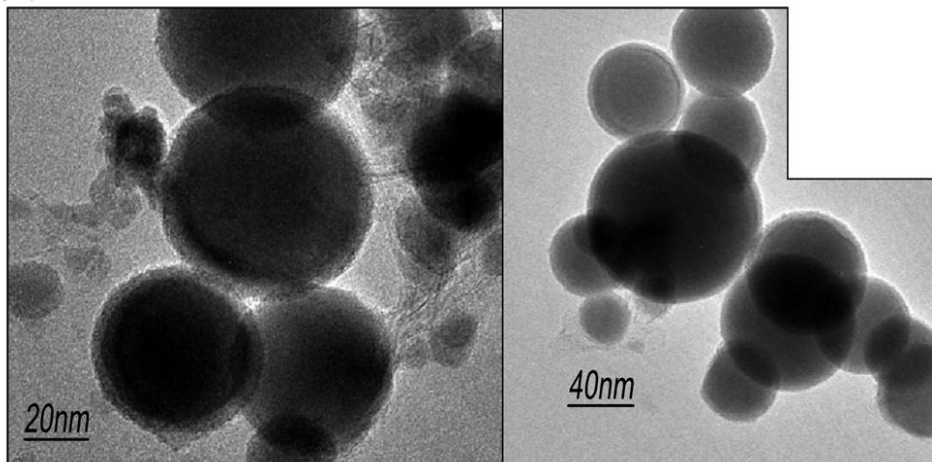
【図 4】

図4



【図 6】

図6



フロントページの続き

- (74)代理人 100099759
弁理士 青木 篤
- (74)代理人 100077517
弁理士 石田 敬
- (74)代理人 100087413
弁理士 古賀 哲次
- (74)代理人 100111903
弁理士 永坂 友康
- (74)代理人 100102990
弁理士 小林 良博
- (74)代理人 100128495
弁理士 出野 知
- (72)発明者 クラウディア ルールス
アメリカ合衆国, ニューメキシコ 87144, リオ ランチョ, マンザノ ループ ノースイースト 2397
- (72)発明者 ジョナサン フィリップス
アメリカ合衆国, ニューメキシコ 87144, リオ ランチョ, マンザノ ループ ノースイースト 2397
- (72)発明者 モニク エヌ・リチャード
アメリカ合衆国, ミシガン 48103, アナーバー, ノース ベイ ドライブ 1326

審査官 河口 展明

- (56)参考文献 特開2000-219901(JP, A)
国際公開第2007/149881(WO, A2)
特開2008-095197(JP, A)
特開2007-211332(JP, A)
特開2009-068084(JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

B22F 1/02

B22F 9/00 - 9/30