

【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 2 部門第 1 区分

【発行日】平成22年2月12日 (2010.2.12)

【公表番号】特表2009-518167(P2009-518167A)

【公表日】平成21年5月7日 (2009.5.7)

【年通号数】公開・登録公報2009-018

【出願番号】特願2008-543663(P2008-543663)

【国際特許分類】

B 0 1 J 19/00 (2006.01)

B 8 2 B 3/00 (2006.01)

C 0 1 G 23/053 (2006.01)

C 0 1 G 25/02 (2006.01)

【F I】

B 0 1 J 19/00 N

B 8 2 B 3/00

C 0 1 G 23/053

C 0 1 G 25/02

【手続補正書】

【提出日】平成21年12月10日 (2009.12.10)

【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】

ナノサイズ材料が半連続式又は連続式に製造される方法であって、下記の工程：

- 第 1 流体を加圧し、そして前記第 1 流体をその臨界温度より高い温度に加熱すること、
 - 第 2 流体を加圧し、そして少なくとも 1 種の前駆体および / 又は反応剤を含む前記第 2 流体を第 1 温度未満で且つ前記前駆体および / 又は反応剤の熱分解温度未満の第 2 温度まで加熱すること、そして
 - 前記前駆体および / 又は反応剤を予め決めた特性を持つナノサイズ材料に転化させる温度の流体混合物を提供するため、第 1 混合ゾーン内で第 1 流体と第 2 流体との混合を制御すること、
 - 流体が混合ゾーン内にある間は、予め決めた反応時間、前記流体混合物を前記温度に維持すること、
 - 前記流体混合物を 100 未満の温度に冷却すること、
 - 前記流体混合物を 1 つ以上の工程で膨張させること
- を含み、該方法において、
- 生成した材料を前記流体混合物内で懸濁状態に保つために前記ナノ材料を含む前記流体混合物のゼータ電位が - 20 mV ~ - 65 mV の範囲又は 20 mV ~ 65 mV の範囲であるように前記流体混合物のゼータ電位が制御され、混合流体のゼータ電位の制御は酸および / 又は塩基の添加による前記流体混合物の pH 値の制御によって行われそして / 又は前記流体混合物内に存在する電解質の濃度の制御によって制御され、
 - 前記第 1 混合ゾーンの上流の複数の液体の平均速度の前記第 1 混合ゾーン中の平均速度に対する比 (V / V_{mix}) が少なくとも 8 である、
- ナノサイズ材料の製造のための合成方法。

【請求項 2】

前記第 1 混合ゾーンの上流の複数の流体の平均速度の前記第 1 混合ゾーン中の平均速度に対する比 (V/V_{mix}) が少なくとも 1.6 であり、且つ

前記第 1 混合ゾーンの上流の流体の平均速度が、問題の流体流の体積流量を流体が混合ゾーンに通過して入る混合ゾーンへの入口の断面積で割ったものとして測定され、

前記混合ゾーン内の平均速度が混合ゾーンを通過する全体積流量を混合ゾーンの特性断面積で割ったものとして測定され、この特性断面積が典型的には、

- 一定した断面積を有するチューブ形状の混合ゾーン、例えばシリンダー形状の混合ゾーンの、底面の面積、

- ロート形状の混合ゾーンの、流体が混合ゾーンに入るところの面積と混合流体が混合ゾーンを出るところの面積との平均値、

- ベンチュリー形状の混合ゾーンの、収縮部前の断面積、

である請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

混合ゾーンを通過する全体積流量と混合ゾーンの体積との比が $1/s$ より大、例えば $2/s$ より大きく、好適には $5/s$ より大きく、例えば $10/s$ より大きい請求項 1 又は 2 に記載の方法。

【請求項 4】

前記複数の流体の少なくとも 1 つが、生成した前記ナノ材料を含む流体混合物との熱交換によって少なくとも部分的に加熱され、よって、生成した前記ナノサイズ材料を含む前記流体混合物の冷却をもたらす請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 5】

前記流体混合物の前記冷却が、前記の第 1 冷却工程に続いてさらなる冷却工程を含む請求項 1 ~ 4 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 6】

予め決めた特性値を持つナノサイズ材料が、前記第 1 混合ゾーン内の圧力および温度の制御によって得られ、且つ

前記ナノサイズ材料の予め決めた特性値が、結晶粒度および / 又は結晶化度および / 又は結晶相および / 又は結晶粒度分布および / 又は、結晶組成、および / 又は結晶形状を制御することを包含する請求項 1 ~ 5 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 7】

酸および / 又は塩基の添加が、混合前の第 1 流体および / 又は第 2 流体になされる請求項 1 ~ 6 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 8】

前記流体混合物中に存在する電解質濃度の制御が、混合前の第 1 流体および / 又は第 2 流体への 1 種以上の電解質の添加によってなされる請求項 1 ~ 7 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 9】

前記流体混合物を予め決めた反応時間で前記温度で維持することが、混合ゾーン内の混合流体について実質的均一温度が得られるような方法で前記の混合ゾーン内の混合流体に熱を添加することを含む請求項 1 ~ 8 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 10】

前記流体混合物の圧力が、100 ~ 1000 パールの範囲、例えば 150 ~ 500 パールの範囲、そして好適には 150 ~ 350 パールの範囲、例えば 150 ~ 300 パールの範囲である請求項 1 ~ 9 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 11】

流体混合物の圧力が、前記ナノサイズ材料の形状およびモルフォロジーを制御するために用いられる請求項 1 ~ 10 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 12】

前記第 1 流体が、前記第 1 混合ゾーンに入る前に少なくとも 450 の温度、例えば少なくとも 500 の温度に、そして好適には少なくとも 550 の温度、例えば少なくと

も 600 に加熱され、そして前記第 2 流体を最高 250 の温度に、例えば最高 200 に加熱し、そして前記第 1 混合ゾーン中での高速混合と予め決めた温度を得るために前記流体流の質量流量比が制御される請求項 1 ~ 11 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 13】

前記第 1 混合ゾーン中の温度が 100 ~ 600 の範囲、例えば 100 ~ 500 の範囲、そして好適には 150 ~ 450 の範囲、例えば 150 ~ 400 の範囲、そしてさらに好適には 175 ~ 400 の範囲、例えば 250 ~ 400 の範囲内である請求項 1 ~ 12 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 14】

前記第 1 混合ゾーン中の温度が 100 より高い、例えば 150 より高い、そして好適には 200 より高い、例えば 250 より高い、そしてさらに好適には 300 より高い、例えば 350 より高い請求項 1 ~ 13 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 15】

前記ナノサイズ材料を製造するための前記予め決めた反応時間が 0.01 秒 ~ 5 分、例えば 0.1 秒 ~ 2 分の範囲、そして好適には 5 秒 ~ 1 分、例えば 5 秒 ~ 30 秒の範囲そしてさらに好適には 10 秒 ~ 25 秒の範囲、例えば 10 ~ 20 秒の範囲である請求項 1 ~ 14 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 16】

流体混合物の pH 値が、6 未満、例えば 5 未満、そして好適には 4 未満、例えば 3 未満、そしてさらに好適には 2.5 未満、例えば 2 である請求項 1 ~ 15 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 17】

流体混合物の pH 値が、8 より大きい、例えば 9 より大きい、そして好適には 10 より大きい、例えば 10.5 より大きいそしてさらに好適には 11 より大きい、例えば 12 より大きい請求項 1 ~ 15 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 18】

前記反応が、少なくとも 1 種のゾル - ゲルタイプの反応を含み、前記前駆体および / 又は反応剤が少なくとも 1 種のアルコキシドを含み、且つ前記前駆体および / 又は反応剤が水を含む請求項 1 ~ 17 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 19】

前記流体の 1 種が、それに分散又は懸濁したナノサイズ微粒子材料を含み、且つ前記ナノサイズ材料が分散した又は懸濁した材料が本方法により製造されそして前記第 1 混合地点に再循環される請求項 1 ~ 18 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 20】

予め加熱された第 3 流体が導入されそして前記第 1 流体および第 2 流体を含む前記流体混合物と混合され、且つ前記第 3 流体が安定化剤および / 又は触媒および / 又は他の前駆体および / 又は反応剤を含む請求項 1 ~ 19 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 21】

前記第 3 流体の前記導入が、前記第 1 流体と前記第 2 流体との混合のための前記第 1 混合ゾーン中で行われる請求項 1 ~ 20 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 22】

1 種以上のさらなる流体が前記第 1 混合地点の下流の地点で導入され、その際前記流体がさらに 1 種以上の前駆体および / 又は反応剤を含む請求項 1 ~ 21 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 23】

形成された前記ナノ材料の結晶化度が 30 % より大きく、例えば 50 % より大きく、そして好適には 60 % より大きく、例えば 70 % より大きく、そしてさらに好適には 80 % より大きく、例えば 90 % より大きい請求項 1 ~ 22 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 24】

前記ナノ材料が、30 ナノメートル未満、例えば 25 ナノメートル未満、そして好適に

は 20 ナノメートル未満、例えば 15 ナノメートル未満そしてさらに好適には 10 ナノメートル未満、例えば 5 ナノメートル未満の平均粒径を有する請求項 1 ~ 23 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 25】

前記ナノ材料が、コア - シェル構造を含む請求項 1 ~ 24 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 26】

ナノ材料が好適には流体中に懸濁している請求項 1 ~ 25 のいずれか 1 項に記載の方法によって得られるナノサイズ材料。