

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第5275342号
(P5275342)

(45) 発行日 平成25年8月28日 (2013. 8. 28)

(24) 登録日 平成25年5月24日 (2013. 5. 24)

(51) Int. Cl.

F I

B O 1 J 19/08 (2006. 01)
B 8 2 B 3/00 (2006. 01)B O 1 J 19/08 K
B 8 2 B 3/00

請求項の数 25 (全 16 頁)

(21) 出願番号 特願2010-508378 (P2010-508378)
 (86) (22) 出願日 平成20年5月8日 (2008. 5. 8)
 (65) 公表番号 特表2010-526662 (P2010-526662A)
 (43) 公表日 平成22年8月5日 (2010. 8. 5)
 (86) 国際出願番号 PCT/US2008/006003
 (87) 国際公開番号 W02008/140786
 (87) 国際公開日 平成20年11月20日 (2008. 11. 20)
 審査請求日 平成23年5月9日 (2011. 5. 9)
 (31) 優先権主張番号 60/928, 946
 (32) 優先日 平成19年5月11日 (2007. 5. 11)
 (33) 優先権主張国 米国 (US)

(73) 特許権者 506352359
 エスディーシー マテリアルズ インコー
 ポレイテッド
 アメリカ合衆国 アリゾナ州 85281
 テンペ サウス パーク レーン 94
 O スイート ナンバー2
 (74) 代理人 100067736
 弁理士 小池 晃
 (74) 代理人 100096677
 弁理士 伊賀 誠司
 (74) 代理人 100106781
 弁理士 藤井 稔也
 (74) 代理人 100113424
 弁理士 野口 信博

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 粒子生産システム及び粒子生産方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

プラズマ流を生成するプラズマ生成チャンバと、

上記プラズマ生成チャンバに流体的に接続され、噴射口を有し、上記プラズマ生成チャンバから上記プラズマ流が供給され、該プラズマ流によって前駆体物質を蒸発させて、該プラズマ流に飛沫同伴された蒸発前駆体物質を含む反応混合物流を生成し、該反応混合物流を該噴射口に供給する反応チャンバと、

広い端部と、狭い端部と、上記反応チャンバの噴射口から離れる方向に、該広い端部から該狭い端部に向けて徐々に狭くなる截頭円錐面と、該狭い端部に形成された冷却混合物アウトレットと、該噴射口と該冷却混合物アウトレット間に形成された急冷領域とを有し、該急冷領域は、該反応チャンバの噴射口に流体的に接続され、該反応チャンバの噴射口から上記反応混合物流が供給され、該反応混合物流を冷却して、冷却混合物流を形成し、該冷却混合物流を該冷却混合物アウトレットに供給する急冷チャンバと、

上記反応チャンバの噴射口に配設され、上記反応混合物流が該反応チャンバの噴射口を介して流れる際に、該反応混合物流に調整流体を直接流し、これによって、該反応混合物流の流れを妨害して、上記急冷領域内に乱流を発生させ、該反応混合物流を冷却して、凝縮ナノ粒子を含む冷却混合物流を形成する調整流体噴射リングとを備える粒子生産システム。

【請求項 2】

上記反応チャンバの周辺と上記截頭円錐面間に配設され、上記急冷領域に流体的に接続

10

20

され、上記調整流体噴射リングを介する調整流体の流れとは異なる経路に沿って、調整流体を環状形状で該急冷領域に供給する環状供給部を更に備える請求項 1 記載の粒子生産システム。

【請求項 3】

上記環状供給部は、上記反応チャンバの周辺に環状形状に配置された複数の供給口を備えることを特徴とする請求項 2 記載の粒子生産システム。

【請求項 4】

上記環状供給部は、上記反応チャンバの周辺に環状形状に配設された 1 つの連続する供給口を備えることを特徴とする請求項 2 記載の粒子生産システム。

【請求項 5】

上記調整流体噴射リングは、上記調整流体を、上記反応混合物流の流れに略垂直な角度で該反応混合物流に直接流すことを特徴とする請求項 1 記載の粒子生産システム。

【請求項 6】

上記プラズマ生成チャンバは、処理ガスを励起することによって、上記プラズマ流を生成することを特徴する請求項 1 記載の粒子生産システム。

【請求項 7】

上記プラズマ生成チャンバは、上記前駆体物質を、それが蒸発する前に、該プラズマ生成チャンバに直接供給する前駆体供給口を備えることを特徴とする請求項 1 記載の粒子生産システム。

【請求項 8】

上記反応チャンバは、上記前駆体物質を、それが蒸発する前に、該反応チャンバに直接供給する前駆体供給口を備えることを特徴とする請求項 1 記載の粒子生産システム。

【請求項 9】

上記反応チャンバは、断熱材から形成されていることを特徴とする請求項 1 記載の粒子生産システム。

【請求項 10】

上記反応チャンバは、セラミック材料から形成されていることを特徴とする請求項 9 記載の粒子生産システム。

【請求項 11】

上記冷却混合物アウトレットと略同じ直径を有する導管によって、上記急冷チャンバの冷却混合物アウトレットに流体的に接続され、上記急冷領域から上記冷却混合物流が供給され、該冷却混合物流から凝縮ナノ粒子を分離する回収装置を更に備える請求項 1 記載の粒子生産システム。

【請求項 12】

均一な粒子を生成する粒子生成方法において、

プラズマ生成チャンバ内でプラズマ流を生成するステップと、

上記プラズマ流を前駆体物質に作用させるステップと、

上記プラズマ生成チャンバに流体的に接続され、噴射口を有する反応チャンバ内で、上記プラズマ流によって上記前駆体物質を蒸発させて、該プラズマ流に飛沫同伴された蒸発前駆体物質を含む反応混合物流を形成するステップと、

広い端部と、狭い端部と、上記反応チャンバの噴射口から離れる方向に、該広い端部から該狭い端部に向けて徐々に狭くなる截頭円錐面と、該狭い端部に形成された冷却混合物アウトレットと、該噴射口と該冷却混合物アウトレット間に形成された急冷領域とを有する急冷チャンバの該急冷領域に、上記噴射口を介して上記反応混合物流を流すステップと、

上記反応混合物流が上記反応チャンバの噴射口を介して流れる際に、該反応チャンバの噴射口に配設された調整流体噴射リングを介して、該反応混合物流に調整流体を、上記冷却混合物アウトレットに対する負の圧力差によって直接流し、これによって、該反応混合物流の流れを妨害して、上記急冷領域内に乱流を発生させるステップと、

上記急冷領域内で上記反応混合物流を急冷して、凝縮ナノ粒子を含む冷却混合物流を形

10

20

30

40

50

成するステップと、

上記冷却混合物流を、上記急冷チャンバの冷却混合物アウトレットを介して流すステップとを有する粒子生成方法。

【請求項 1 3】

上記急冷チャンバは、上記反応チャンバの周辺と上記截頭円錐面間に配設された環状供給部を更に備え、

上記環状供給部によって、上記調整流体噴射リングを介する調整流体の流れとは異なる経路に沿って、調整流体を環状形状で上記急冷領域に供給するステップを更に有する請求項 1 2 記載の粒子生成方法。

【請求項 1 4】

上記環状供給部は、上記反応チャンバの周辺に環状形状に配置された複数の供給口を備えることを特徴とする請求項 1 3 記載の粒子生成方法。

【請求項 1 5】

上記環状供給部は、上記反応チャンバの周辺に環状形状に配設された 1 つの連続する供給口を備えることを特徴とする請求項 1 3 記載の粒子生成方法。

【請求項 1 6】

上記調整流体噴射リングは、上記調整流体を、上記反応混合物流の流れに略垂直な角度で該反応混合物流に直接流すことを特徴とする請求項 1 2 記載の粒子生成方法。

【請求項 1 7】

上記調整流体は、液化ガスであることを特徴とする請求項 1 2 記載の粒子生成方法。

【請求項 1 8】

上記調整流体は、液体窒素であることを特徴とする請求項 1 2 記載の粒子生成方法。

【請求項 1 9】

上記調整流体は、液体ヘリウムであることを特徴とする請求項 1 2 記載の粒子生成方法。

【請求項 2 0】

上記プラズマ生成チャンバは、処理ガスを励起することによって、上記プラズマ流を生成することを特徴とする請求項 1 2 記載の粒子生成方法。

【請求項 2 1】

上記前駆体物質を、それが蒸発する前に、上記プラズマ生成チャンバの前駆体供給口を介して該プラズマ生成チャンバに直接流すステップを更に有する請求項 1 2 記載の粒子生成方法。

【請求項 2 2】

上記前駆体物質を、それが蒸発する前に、上記反応チャンバの前駆体供給口を介して、該反応チャンバに直接流すステップを更に有する請求項 1 2 記載の粒子生成方法。

【請求項 2 3】

上記反応チャンバは、断熱材からなり、これによって、該反応チャンバ内に熱量維持領域を形成し、

上記反応混合物流の熱量を、上記反応チャンバの熱量維持領域内に暫時維持するステップを更に有する請求項 1 2 記載の粒子生成方法。

【請求項 2 4】

上記反応チャンバは、セラミック材料からなることを特徴とする請求項 2 3 記載の粒子生成方法。

【請求項 2 5】

上記急冷チャンバの冷却混合物アウトレットには、該冷却混合物アウトレットと略同じ直径を有する導管によって、回収装置が流体的に接続されており、

上記急冷領域から、上記冷却混合物流を上記回収装置に供給するステップと、

上記回収装置によって、上記冷却混合物流から凝縮粒子を分離するステップとを更に有する請求項 1 2 記載の粒子生成方法。

【発明の詳細な説明】

10

20

30

40

50

【関連出願】

【0001】

本出願は、2005年4月19日に出願され、係属中の米国特許出願番号第11/110,341号、発明の名称「HIGH THROUGHPUT DISCOVERY OF MATERIALS THROUGH VAPOR PHASE SYNTHESIS」及び2007年5月11日出願され、係属中の米国仮特許出願番号第60/928,946号、発明の名称「MATERIAL PRODUCTION SYSTEM AND METHOD」の優先権を主張し、これらは何れも、引用することによって、本願に援用される。

【技術分野】

【0002】

本発明は、気体又は気相を含む反応媒体を急冷し、均一な超微細のナノ粒子を生成する方法及び装置に関する。

10

【背景技術】

【0003】

気体又は気相粒子生成 (gas or vapor phase particle production) は、人工ナノ粒子 (engineered nanoparticles) を生成するための重要な技術である。粒子生成反応器 (particle-producing reactor) では、基本的な生成種 (basic product species) は、エネルギー供給ゾーン (energy delivery zone) から高温の反応媒体が噴出された後の非常に短時間に形成される。エネルギー供給ゾーンから反応媒体を噴出した後、更なる形成機構が最終生成物の最終的な特性を決定する。

【0004】

20

化学反応、例えば、前駆体物質内の核生成及び表面成長は、主にエネルギー供給の間に起こり、これらの形成機構は、噴出に続く第1の短時間においても活発に行われる。噴出後の時間 (post-ejection time period) においてより支配的になるのは、バルク形成機構、例えば凝固 (coagulation) 及び合体 (coalescence) であり、これは、既に形成された粒子に対して作用する。エネルギー供給ゾーンからの噴出に続く高温の反応媒体のあらゆる適切な条件は、所望の特性を有する最終生成物を形成するために、これらの及び他の形成機構を考慮する必要がある。ある場合、高過ぎる温度で反応混合物 (reactive mixture) を維持すると、最終生成物において、余りにも凝集した粒子が生じることがある。

【0005】

粒子形成に加えて、適切な条件では、生成物の形成後処理 (post-formation processing) を考慮する必要がある。粒子は、一旦形成されると、放射熱損失によって急速に冷却されるが、形成後に粒子を飛沫同伴させる残留ガスは、特に、閉じ込められている場合、冷却速度が遅い。閉込め (Confinement) は、あらゆる制御環境 (controlled environment) の処理システムにおいてもある程度必要であり、通常、経済的配慮のために、小さく閉じ込められた制御環境が要求される。したがって、このような処理システムは、システム内の回収点への生成物の効率的な輸送を提供するとともに、気体粒子生成物 (gas-particle product) の全体の冷却のための効率的な機構を提供しなければならない。

30

【0006】

ガス流 (gas stream) 内での粒子の輸送は、粒子の飛沫同伴 (entrainment) に依存し、これは、主に粒子特性 (particle properties)、例えば質量、温度、密度及び粒子間反応性 (inter-particle reactivity) と、気体物性 (gas properties)、例えば密度、速度、温度、粘性と、合成特性 (composite properties)、例えば粒子ガス反応性 (particle-gas reactivity) との関数である。気体の冷却は、定義上、気体温度に影響するが、質量を除く上に列挙した他の特性も容易に変化させる。

40

【0007】

効率的な冷却と気体粒子生成物の輸送をバランスさせる方法及び装置が望まれており、このためには、プロセスパラメータの慎重な最適化が必要である。

【発明の概要】

【課題を解決するための手段】

【0008】

50

本発明の実施の形態には、反応混合物の、気相から固相への非常に急速な急冷 (quenching) を確実にして、この結果、一様なナノ粒子を生成する特徴及び方法が含まれる。

【 0 0 0 9 】

本発明は、一側面として、粒子生産システム (particle production system) を提供する。粒子生産システムは、プラズマ流 (plasma stream) を生成するプラズマ生成チャンバを備える。プラズマ生成チャンバには、噴射口 (ejection port) を有する反応チャンバが流体的に接続されている。反応チャンバは、プラズマ生成チャンバからプラズマ流が供給され、プラズマ流によって前駆体物質を蒸発させて、プラズマ流に飛沫同伴された蒸発前駆体物質を含む反応混合物流を生成し、反応混合物流を噴射口に供給する。粒子生産システムは、更に、広い端部と、狭い端部と、反応チャンバの噴射口から離れる方向に、
10 広い端部から狭い端部に向けて徐々に狭くなる截頭円錐面と、狭い端部に形成された冷却混合物アウトレットと、噴射口と冷却混合物アウトレット間に形成された急冷領域 (quench region) とを有する急冷チャンバ (quench chamber) を備える。急冷領域は、反応チャンバの噴射口に流体的に接続され、反応チャンバの噴射口から反応混合物流が供給され、
20 反応混合物流を冷却して、冷却混合物流を形成し、冷却混合物流を冷却混合物アウトレットに供給する。反応チャンバの噴射口には、調整流体噴射リングが配設され、調整流体噴射リングは、反応混合物流が反応チャンバの噴射口を介して流れる際に、反応混合物流に調整流体を直接流し、これによって、反応混合物流の流れを妨害して、急冷領域内に乱流を発生させ、反応混合物流を冷却して、凝縮ナノ粒子を含む冷却混合物流を形成する。

【 0 0 1 0 】

本発明は、他の側面として、均一な粒子を生成する粒子生成方法を提供する。粒子生成方法は、プラズマ生成チャンバ内でプラズマ流を生成するステップと、プラズマ流を前駆体物質に作用させるステップと、反応チャンバ内で、プラズマ流によって前駆体物質を蒸発させて、
30 プラズマ流に飛沫同伴された蒸発前駆体物質を含む反応混合物流を形成するステップとを有する。反応チャンバは、プラズマ生成チャンバに流体的に接続され、噴射口を有する。反応混合物流は、噴射口を介して、急冷チャンバの急冷領域に流される。急冷チャンバは、広い端部と、狭い端部と、反応チャンバの噴射口から離れる方向に、広い端部から狭い端部に向けて徐々に狭くなる截頭円錐面と、狭い端部に形成された冷却混合物アウトレットと、噴射口と冷却混合物アウトレット間に形成された急冷領域とを有する。
40 調整流体は、反応チャンバの噴射口に配設された調整流体噴射リングを介して流される。この調整流体は、反応混合物流が反応チャンバの噴射口を介して流れる際に、反応混合物流に直接流され、これによって、反応混合物流の流れが妨害され、急冷領域内に乱流が発生する。反応混合物流は、急冷領域内で急冷され、凝縮ナノ粒子を含む冷却混合物流が生成される。冷却混合物流は、急冷チャンバの冷却混合物アウトレットを介して流される。

【 0 0 1 1 】

好ましい実施の形態においては、急冷チャンバは、反応チャンバの周辺と截頭円錐面間に配設された環状供給部 (annular supply portion) を更に備える。環状供給部は、調整流体噴射リングを介する調整流体の流れとは異なる経路に沿って、環状形状で、急冷領域に調整流体を供給する。幾つかの実施の形態においては、環状供給部は、反応チャンバの
50 周辺に環状形状に配置された複数の供給口を備える。他の実施の形態においては、環状供給部は、反応チャンバの周辺に環状形状に配設された1つの連続する供給口を備える。

【 0 0 1 2 】

好ましい実施の形態においては、調整流体噴射リングは、反応混合物流の流れに略垂直な角度で、調整流体を反応混合物流に直接流す。

【 0 0 1 3 】

幾つかの実施の形態では、調整流体は、ガスである。幾つかの実施の形態では、調整流体は、超冷却ガス (super-cooled gas)、すなわち液化ガス (liquid gas) であり、以下に限定されるわけではないが、液体窒素及び液体ヘリウムが含まれる。調整流体噴射リングを流れる調整流体の種類及び形態は、環状供給部を流れる調整流体と同じであっても異な
60 っていてよい。

10

20

30

40

50

【 0 0 1 4 】

プラズマ流は、様々な方法で生成できる。なお、好ましい実施の形態では、プラズマ生成チャンバは、処理ガスを励起することによってプラズマ流を生成する。

【 0 0 1 5 】

幾つかの実施の形態では、プラズマ生成チャンバ上の前駆体供給口を介して蒸発前の前駆体物質がプラズマ生成チャンバに直接流される。これに加えて又はこれに代えて、反応チャンバ上の前駆体供給口を介して、蒸発前の前駆体物質を反応チャンバに直接流してもよい。

【 0 0 1 6 】

好ましい実施の形態においては、反応チャンバは、断熱材から形成され、これによって、反応チャンバ内に熱量維持領域を形成する。これによって、反応チャンバの熱量維持領域内で、一定の期間、反応混合物流の熱量を所定の閾値レベルに維持できる。反応チャンバは、好ましくは、セラミック材料から形成される。

10

【 0 0 1 7 】

好ましい実施の形態では、急冷チャンバの冷却混合物アウトレットに、導管によって回収装置が流体的に接続される。導管は、冷却混合物アウトレットと略同じ直径を有する。回収装置は、急冷領域から冷却混合物流が供給され、冷却混合物流から凝縮粒子を分離する。これらの凝縮粒子は、理想的には、ナノ粒子である。

【 図面の簡単な説明 】

【 0 0 1 8 】

20

【 図 1 】 本発明の原理に基づく、急冷チャンバを用いて一様なナノ粒子を生成するシステムの一実施の形態の概略図である。

【 図 2 】 本発明の実施の形態において、材料が導入され、蒸発され、冷却される時間及び距離に対する平均混合物温度を示すグラフである。

【 図 3 】 本発明の原理に基づき、乱流急冷チャンバ内で、急冷気体を用いて、一様なナノ粒子を生成するシステムの一実施の形態の概略図である。

【 図 4 】 本発明の原理に基づき、乱流急冷チャンバ内で、液体調整流体を用いて、一様なナノ粒子を生成するシステムの一実施の形態の略図である。

【 図 5 】 本発明の原理に基づいて一様なナノ粒子を生成する方法の一実施の形態を示すフローチャートである。

30

【 発明を実施するための形態 】

【 0 0 1 9 】

以下の説明は、本発明の幾つかの実施の形態に関するものである。好ましい実施の形態について、図面を参照しながら説明する。しかしながら、本発明の範囲は、図示する実施の形態にも、説明する実施の形態にも制限されない。本発明の範囲は、特許請求の範囲の文言に基づいて、可能な限り広く解釈される。

【 0 0 2 0 】

以下の説明では、説明の目的のために、数多くの詳細及び代替を説明する。なお、本発明が、これらの具体的詳細を使用することなく、実施できることは当業者には明らかである。他の例では、不要な詳細によって本発明の説明が不明瞭になることを避けるために、周知の構造及び機器は、ブロック図の形式で示している。

40

【 0 0 2 1 】

この説明では、粒子 (particles) 及び粉末 (powders) の両方について言及する。この 2 つの用語は、単一の「粉末」が粒子の集合を示すとの特別な記載がある場合を除き、同義である。本発明は、様々な粉末及び粒子に適用することができる。本発明の範囲に含まれる粉末としては、以下に限定されるものではないが、例えば、以下のような粉末がある。(a) 平均粒径が 250 nm 未満、アスペクト比が 1 ~ 100 万のナノ構造粉末 (nano-structured powders、ナノ粉末)。(b) 平均粒径が 1 μm 未満、アスペクト比が 1 ~ 100 万のサブミクロン粉末 (submicron powders)。(c) 平均粒径が 100 μm 未満、アスペクト比が 1 ~ 100 万の超微粉末 (ultra-fine powders)。(d) 平均粒径が 5

50

00 μm 未満、アスペクト比が1～100万の微粉末(fine powders)。

【0022】

本発明は、添付の図面を参照する以下の詳細な記述によって容易に理解される。参照符号のようにこの説明を明瞭にするために、同様の要素には同様の符号を付す。

【0023】

本発明の急冷チャンバの寸法は、好ましくは、以下のような普遍的な関係を有する。広い端部の直径は、反応チャンバの噴射口の直径よりも大幅に大きく、1つ以上の調整流体供給口の直径は、噴射口の直径よりも大幅に小さく、狭窄チャンバ(constricting chamber)の狭い端部の直径は、広い端部の直径よりも大幅に小さく、噴射口の直径に略等しい。更に、環状のより小さいポートが含まれるため、噴射口の直径は、急冷チャンバの広い端部の直径よりも小さい必要がある。より詳しくは、狭窄チャンバは、好ましくは、約12インチの第1の寸法を有し、24インチの距離に亘って、第2の寸法である約2インチまで窄まっている。好ましいアスペクト比、すなわち、第1の直径対第1の端部と第2の端部間の距離は、1対3～1対2である。

【0024】

1つ以上の供給口への調整流体の流れは、好ましくは、冷却混合物アウトレットによる負の圧力差の形成によって引き起こされ、これは、狭窄チャンバを通る混合物の流れを維持することにも役立つ。この負の圧力差は、好ましくは、冷却混合物アウトレットに吸気発生器(suction generator)又は真空発生装置(vacuum formation system)を流体的に接続することによって形成される。他の実施の形態として、調整流体の能動的流入も想到されるが、この方式には、真空によってシステムに調整流体を受動的に引き込む場合と比べて、多くの短所がある。

【0025】

本発明は、好ましくは、1つ以上の供給口を介する調整流体の流れを駆動するために、圧力差を用いるので、1つ以上の供給口が組み合わされた表面積を変更すれば、調整流体の流量を変化させることができる。後述するように、幾つかの構成では、調整流体シースと反応気体蒸気との流量の差は、流体の調整効果に貢献する。したがって、調整流体の流量の調整によって、流量差分が提供する調整効果を最適化することができる。

【0026】

本発明の範囲内において、チャンバの狭窄を滑らかに変化させる多くの構成が想到される。好ましい実施の形態では、これらの狭窄は、流体の流れを加速し、急冷チャンバ内にベンチュリ効果による圧力差を起こすような方法で滑らかに変化される。通常、狭窄形状は、反応気体-蒸気の調整に影響する複数の要素を考慮して決定される。主に検討されるのは、2つの要素である。第1に、狭窄チャンバの第1の端部に近い領域内に、チャンバに流れ込んだ後の高温の気体-蒸気の急速な膨張を収容する十分な空間を設ける必要がある。第2に、狭窄チャンバの狭い端部に近い領域内におけるチャンバの狭窄は、気体-蒸気が冷却混合物アウトレットに流れる際に、気体-蒸気に過度の乱流が導入されないように、余り急速に行われなければならないように必要がある。広い端部と狭い端部間の長さが固定されている全てのチャンバでは、これらの必要条件は、矛盾する設計課題である。しかしながら、本発明の幾つかの実施の形態は、両方の課題を満足させる設計を含む。

【0027】

急冷チャンバ内における狭窄の好ましい構成では、円錐状(截頭円錐)面は、広い端部から狭い端部における冷却混合物アウトレットに向かって一定の割合で又は他の割合で窄まる。本発明の急冷チャンバは、好ましくは、薄肉シェルを備える。急冷チャンバの外面は、流体冷却装置によって冷却することができ、粒子混合気体(gas-particle mixture)から急冷チャンバ本体に吸収された熱を放散することできる。上述のように、この熱は、主に、新たに形成された粒子が急冷チャンバ内で急速に冷却されるに従って、粒子からの放射の形で急冷チャンバ本体に供給される。チャンバ本体の過熱を避けるために、好ましくは、流体冷却装置を設ける。

【0028】

本発明は、燃焼式システム、プラズマ型システム、レーザアブレーションシステム及び蒸着システムを含む様々な気相粒子生産システムを考慮する。好ましい気相粒子生産システムでは、固相入力を含む広範囲な形態の原料投入を受け、ナノ粉末を含む表面積が広い形態の生成物を生成する。更に、プロセス制御によって、複数の反応パラメータを微調整して、生成する生成物構成比の精密な勾配が可能となる。

【 0 0 2 9 】

本発明で使用する好ましい粒子生成反応器では、様々な種類及び形態の物質を処理することができる。本発明は、特に、固体、液体及び気体の形態の区別なく、物質を供給する。例示的な粒子生産システムは、後述する例示的な実施の形態に含まれるプラズマ粉末生成反応器 (plasma powder production reactor) である。本発明で用いられるプラズマ反応器は、直流結合、容量結合、誘導結合及び共振結合を含むエネルギー供給のための多くの手段を有することができる。通常、気相ナノ粉末生成手段が好ましい。例示的な実施の形態では、本発明は、2005年4月19日に出願された米国特許出願番号第11/110,341号、発明の名称「HIGH THROUGHPUT DISCOVERY OF MATERIALS THROUGH VAPOR PHASE SYNTHESIS」に開示されているものと同様のナノ粉末生産システム (nano-powder production system) を使用し、この文献は、米国特許公開番号第2005-0233380A号として公開されている。このようなナノ粉末生産システムでは、ガス源から、処理ガスがプラズマ反応器に供給される。プラズマ反応器内では、処理ガスにエネルギーが供給され、これによって、プラズマが形成される。このエネルギーを供給するために、以下に限定されるものではないが、直流結合、容量結合、誘導結合及び共振結合を含む様々な異なる手段を用いることができる。1つ以上の材料投入装置 (material dispensing device) は、少なくとも1つの材料を、好ましくは粉末状態でプラズマ反応器に導入する。プラズマ反応器内におけるプラズマと、材料投入装置によって導入された材料との混合により、反応性が非常に高く、粉末を蒸発できる高いエネルギーの混合物が形成される。この蒸発粉末 (vaporized powder) の混合物は、プラズマ反応器内で処理ガスの流れ方向に移動する。

【 0 0 3 0 】

図1を参照して説明すると、粒子生産システム100は、プラズマ生成チャンバ125を有するプラズマ生成ユニット120を備える。プラズマ生成チャンバ125は、好ましくは、プラズマ生成ユニット120内に配設され、パワー、ガス及び前駆体物質のための複数の種類の入力を有することができる。これらの入力は、様々な供給装置によってプラズマ生成チャンバ125に供給される。

【 0 0 3 1 】

プラズマ生成ユニット120は、プラズマ生成チャンバ125内でプラズマ流を生成する。プラズマ流は、様々な方法で生成することができる。なお、好ましい実施の形態では、処理ガス供給装置110から処理ガスがプラズマ生成チャンバ125に流され、処理ガスにエネルギーが供給され、これによって、プラズマ流が生成される。好ましくは、全体的なシステムコントローラは、制御信号を処理ガス供給装置110に供給する。更に、電力供給装置 (図示せず) をプラズマ生成チャンバ125に接続してもよい。好ましくは、全体的なシステムコントローラは、同様に、制御信号を電力供給装置に供給することができる。

【 0 0 3 2 】

反応チャンバ140は、プラズマ生成チャンバ125に流体的に接続され、プラズマ生成チャンバ125からプラズマ流が供給される。好ましい実施の形態では、反応チャンバ140の直径は、プラズマ生成チャンバ125の直径よりも大きい。

【 0 0 3 3 】

幾つかの実施の形態では、プラズマ生成チャンバ125は、材料供給装置130に流体的に接続され、これによって、前駆体物質、例えば粉末を、材料供給装置130からプラズマ生成チャンバ125に直接供給することができる。前駆体物質は、材料供給装置130内に貯蔵されている。材料供給導管が、好ましくは、材料供給装置130からプラズマ

生成チャンバ 1 2 5 に接続されている。材料供給装置 1 3 0 は、好ましくは、材料を材料供給導管に供給する制御可能な配送装置を備える。材料供給導管は、好ましくは、気密シールを貫通し、プラズマ生成ユニット 1 2 0 内の選択された位置で終わっている。更に、全体的なシステムコントローラは、好ましくは、制御信号を材料供給装置 1 3 0 に供給する。これに加えて又はこれに代えて、材料供給装置 1 3 0 は、反応チャンバ 1 4 0 に流体的に直接接続してもよく、これによって、材料供給装置 1 3 0 から反応チャンバ 1 4 0 に前駆体物質を直接供給することができる。

【 0 0 3 4 】

プラズマ生成チャンバ 1 2 5 に前駆体物質を供給する幾つかの実施の形態では、プラズマ流は、前駆体物質と混合され、反応混合物流を形成する。プラズマ生成チャンバ 1 2 5 と反応チャンバ 1 4 0 との間を接続することによって、プラズマ生成ユニット 1 2 0 から反応物混合物流を反応チャンバ 1 4 0 に供給することができる。

【 0 0 3 5 】

幾つかの実施の形態では、反応チャンバ 1 4 0 の一部は、断熱材から構成され、その一部内のプラズマ流の熱量を、所定の閾値よりも高く維持する。プラズマの熱量を維持することによって、好ましくは、反応チャンバ 1 4 0 内のプラズマの共振時間が長くなる。幾つかの実施の形態では、反応チャンバ 1 4 0 の一部は、耐熱性が高い材料から構成されている。これらの実施の形態では、そのように構成された部分は、反応チャンバ 1 4 0 の動作中に、高温になる。幾つかの実施の形態では、反応チャンバ 1 4 0 の一部は、セラミック材料から構成される。好ましくは、使用される材料は、窒化ほう素である。

【 0 0 3 6 】

反応チャンバ 1 4 0 内では、プラズマ流は、好ましくは、前駆体物質を蒸発させ、これによって、プラズマ流に飛沫同伴された蒸発前駆体物質を含む反応混合物流を形成する。幾つかの実施の形態では、前駆体物質のこの蒸発は、プラズマ生成チャンバ 1 2 5 に前駆体物質が導入されると、プラズマ生成チャンバ 1 2 5 内で開始される。

【 0 0 3 7 】

好ましくは、混合物流が反応チャンバ 1 4 0 に入ると、混合物流の熱量が閾値よりも高く維持されるように、反応チャンバ 1 4 0 は形成され、粒子生産システム 1 0 0 の動作パラメータは制御される。この維持は、反応チャンバ 1 4 0 内の何れかの熱量維持領域内で行われる。好ましくは、混合物流の平均熱量は、混合物流が熱量維持領域から離れるに従って低下し、その熱量は、(反応チャンバ 1 4 0 内では)急冷領域 1 5 5 に対する噴射口において最小になる。幾つかの実施の形態では、反応チャンバ 1 4 0 内の混合物の共振時間は、全体的なシステムコントローラによって制御された閾値時間以上である。

【 0 0 3 8 】

更に、本発明の幾つかの実施の形態では、蒸発前駆体物質が、反応チャンバ 1 4 0 内にある間に、混合物流内で凝固し始めるように、反応チャンバ 1 4 0 が構成され、粒子生産システム 1 0 0 の動作パラメータが選択される。他の実施の形態では、粒子生産システム 1 0 0 の構造及び動作パラメータは、蒸発前駆体物質が、急冷領域 1 5 5 内にある間に、混合物流内で凝固し始めるように選択される。

【 0 0 3 9 】

急冷チャンバ (quench chamber) 1 5 0 は、反応チャンバ 1 4 0 の端部における噴射口を介して反応チャンバ 1 4 0 に流体的に接続されている。噴射口 (ejection port) は、反応チャンバ 1 4 0 から反応混合物流を、急冷チャンバ 1 5 0 の急冷領域 1 5 5 に供給する。好ましい実施の形態では、急冷チャンバ 1 5 0 は、噴射口から冷却混合物アウトレットに向かって径が徐々に狭くなる截頭円錐形状 (frusto-conical shape) を有する。この図 1 では、広い端部が実際に開いている急冷チャンバ 1 5 0 を示しているが、好ましくは、急冷チャンバ 1 5 0 の広い端部は、流体が供給される流体ポートを除いて、閉じている。冷却混合物アウトレットは、急冷チャンバ 1 5 0 の狭い端部に配置され、好ましくは、冷却導管 1 6 0 に接続されている。急冷領域 1 5 5 は、急冷チャンバ 1 5 0 内の、反応チャンバ 1 4 0 の噴射口と冷却混合物アウトレット間に形成されている。好ましい実施の

10

20

30

40

50

形態では、反応チャンバ 1 4 0 の周辺と急冷チャンバ 1 5 0 間に環状供給部 (annular supply portion) が形成されている。この環状供給部は、反応チャンバ 1 4 0 の噴射口の周りに環状形状で配置された複数の供給インレット又は 1 つの連続した供給インレットを備える。環状供給部は、好ましくは、調整流体供給装置からの調整流体を、急冷領域 1 5 5 に供給する。好ましい実施の形態では、これらの供給インレットは、調整流体供給装置を急冷領域 1 5 5 に直接接続する大きさが調整可能なチャンネルであり、急冷領域 1 5 5 に対する調整流体の流れを制御することができる。図 1 において、調整ガスは、概略的に、「急冷気体」と記されたベクトルに沿って供給される。好ましい実施の形態では、調整流体は、(好ましくは、調整流体の専用の供給装置から)、気密のインレット及びアウトレットを介して、急冷領域 1 5 5 に供給され、ここで、調整流体は、好ましくは、反応チャンバ 1 4 0 からの反応混物流と混合され、これを冷却する。

10

【0040】

粒子生産システム 1 0 0 内の動力による流体の流れは、急冷チャンバ 1 5 0 の冷却混合物アウトレットに流体的に接続された冷却導管 1 6 0 を負圧に引く吸気発生器 1 8 0、例えば、輸送真空ポンプによって駆動され、これによって、急冷領域 1 5 5 のアウトレットを介する質量流量 (mass flow rate) が駆動される。なお、急冷領域 1 5 5 への動力による流体の流量は、好ましくは、全体的なシステムコントローラによって制御される。

【0041】

冷却導管 1 6 0 は、急冷領域 1 5 5 から粒子及び混合気体 (gas mixture) が供給される。好ましくは、混合気体は、吸気発生器 1 8 0 によって、冷却導管 1 6 0 に引き込まれる。なお、幾つかの実施の形態では、抽出又は回収装置 (sampling or collection device) 1 7 0 内の輸送ポンプ (motive pump) 又は他の装置は、混合気体を引き込む輸送力 (motive force) を提供する。もちろん、プラズマ生成チャンバ 1 2 5 及び調整流体供給装置が提供する圧力によっても、ある程度、冷却導管 1 6 0 への混合気体の流れを駆動することができる。

20

【0042】

幾つかの実施の形態では、冷却導管 1 6 0 は、能動的冷却装置 (active cooling system) を備える。幾つかの実施の形態では、アルゴン等の調整流体が、冷却導管 1 6 0 の気体入力継手 (gas input couplings) に供給される。これらの幾つかの実施の形態では、調整流体は、ガスを冷却し、飛沫同伴させる。これらの幾つかの実施の形態では、調整流体は、不活性ガスである。

30

【0043】

冷却導管 1 6 0 は、急冷領域 1 5 5 を抽出又は回収装置 1 7 0 に流体的に接続する。冷却導管 1 6 0 は、好ましくは、気密手段によって急冷領域 1 5 5 に接続されている。回収装置 1 7 0 は、好ましくは、冷却導管 1 6 0 と吸気発生器 1 8 0 間に配設されている。回収装置 1 7 0 は、冷却導管 1 6 0 を介して冷却混合物が供給され、冷却混合物から、適切な特性を有する物質、例えば凝縮粒子を抽出又は回収し、混合物の残りを、導管によって流体的に接続された吸気発生器 1 8 0 に流す。更に、回収装置 1 7 0 は、選択された時刻に複数のサンプルを取ることができ、また、不連続にサンプルを取ることができ、随時組成が変化する気体粒子流 (gas-particle stream) から、前の生成物から汚染されることなく、サンプルを取ることができる。

40

【0044】

回収装置 1 7 0 は、様々な方法で構成することができる。一実施の形態においては、回収装置 1 7 0 は、抽出構造を有し、抽出構造には、少なくとも 1 つの埋められた開口 (filled aperture) と、少なくとも 1 つの埋められていない開口 (unfilled aperture) とが形成されている。各埋められた開口は、例えばフィルタを用いて、混物流から粒子を回収する。抽出構造は、通過設定と回収設定との間で調整される。通過設定は、埋められていない開口が、導管、例えば冷却導管 2 8 0 と流体的に整列され、これにより、導管から、混物流が埋められていない開口に供給され、混物流の粒子含有率を事実上変えることなく、抽出構造を通過させて流すことができる。回収設定は、埋められた開口が導管と

50

流体的に整列され、これにより、混合物流が埋められた開口に供給され、混合物流が埋められた開口を流れている間に、粒子を回収することができる。

【0045】

抽出構造は、様々な方法によって、通過設定と回収設定との間で調整することができる。一実施の形態においては、抽出構造は、開口の環状アレーを含むディスク状構造を有し、環状アレーは、複数の埋められた開口と、複数の埋められていない開口とを含む。抽出構造は、ベースに回転可能に取り付けられており、抽出構造の回転運動によって、抽出構造が通過設定と回収設定との間で調整される。他の実施の形態においては、抽出構造は、開口の線形アレーを含む矩形の構造を有し、線形アレーは、複数の埋められた開口と、複数の埋められていない開口とを含む。抽出構造は、ベースに摺動可能に取り付けられており、抽出構造の摺動運動によって、抽出構造が通過設定と回収設定との間で調整される。

10

【0046】

上述のように、回収装置170は、好ましくは、それを通して、吸気発生器180によって輸送力が働く。なお、幾つかの実施の形態では、回収装置170は、更なる輸送力を有する。幾つかの実施の形態では、回収装置170は、吸気発生器180によって供給される輸送力に代えて、冷却導管160に代わりの輸送力を与える。

【0047】

全体的なシステムコントローラ（図示せず）は、動作パラメータを設定する信号を、処理ガス供給装置110及び電源に送信する。処理ガス供給装置110のパラメータは、プラズマ生成チャンバ125に供給する処理ガスの速度を決定する。電源パラメータは、プラズマ生成チャンバ125に供給する電力の電圧値及び電流量を決定する。これらのパラメータは、組合せによって、プラズマ生成チャンバ125内に発生するプラズマの特性を決定する。更に、材料供給装置130は、材料の計量された流れを、材料供給導管を介してプラズマ生成チャンバ125内の導管の終端位置に供給する。これにより、チャンバ内で、材料がプラズマに曝される。材料がプラズマ生成チャンバ125に供給される速度は、好ましくは、全体的なシステムコントローラによって決定される。この速度及び他のシステムパラメータは、プラズマ生成チャンバ125内で形成される混合物流の特性を決定する。さらに、材料供給装置130を、1つの材料のみをプラズマ生成チャンバ125に1つの位置で供給するものとして説明したが、本発明の幾つかの実施の形態では、材料供給装置130は、複数の材料をプラズマ生成チャンバ125及び/又は反応チャンバ140に1つ以上の位置で供給する。

20

30

【0048】

粒子生産システム100においては、粒子生産システム100を流れる材料の質量流量は、調整流体の達成可能な流量で有効な急冷（quenching）ができるように制御される。好ましくは、この速度は、プラズマ生成チャンバ125内の材料の質量流量によって制御される。具体的には、材料供給装置130及びシステムコントローラは、プラズマ流に前駆体物質を配送する質量流量を制御して、混合物流を、材料の融点の1/4の温度に、非常に急速に冷却する速度を達成する。この流量は、好ましくは、急冷領域155内で達成可能な調整流体の流量に関して、及び急冷領域155内で達成可能な乱流に関して選択される。

40

【0049】

粒子生産システム100の構成によって、急冷速度（quench rate）の観点からは、従来の技術よりも向上するが、急冷速度は、更に向上させることができる。図3及び図4は、粒子生産システム100と同様の粒子生産システムを示しているが、急冷速度を更に向上させる追加的特徴を有する。

【0050】

図3は、粒子生産システム300の一実施の形態を示している。粒子生産システム300において、反応混合物は、図1と同様の反応チャンバ140から急冷領域155に流れる。反応混合物が急冷領域155内を流れている間に、「急冷気体」と記された調整流体が、上述した環状供給部と同様の環状供給部を介して急冷領域155に供給される。調整

50

流体の一部は、向きを変更され、又は別の方法で、反応チャンバ 1 4 0 の端部に配設されている調整流体噴射リングに供給される。この調整流体噴射リングは、反応混合物流が反応チャンバ 1 4 0 の噴射口を介して流れる際に、急冷気体を反応混合物流に直接流し、それによって、反応混合物流の流れを妨害し、急冷領域 1 5 5 内に乱流を発生させて、反応混合物を、反応チャンバ 1 4 0 を出してから可能な限り早い時点で冷却する。

【 0 0 5 1 】

調整流体噴射リングは、様々な方法で構成することができる。好ましい実施の形態では、調整流体噴射リングは、調整流体を、反応混合物流の流れに略垂直な角度で、反応混合物流に直接流す。なお、他の流入角度も本発明の範囲に含まれる。更に、好ましい実施の形態では、調整流体噴射リングは、反応混合物の流れの周りに環状に配置された複数の噴射口、例えばノズル 3 5 2、3 5 4 を有する。調整流体噴射リングは、調整流体及び反応混合物内に、最終的には急冷領域 1 5 5 内に、高い度合の乱流を引き起こす。

【 0 0 5 2 】

反応混合物は、反応チャンバ 1 4 0 から出ると、膨張し、調整流体と混合される。調整流体供給に関連するパラメータは、ノズル 3 5 2、3 5 4 が高い度合の乱流を生成し、反応混合物の混合を促進するように制御される。この乱流は、多くのパラメータによって決まる。好ましくは、これらのパラメータの 1 つ以上は、乱流の程度を制御するために調整可能である。これらの要素は、以下に限定されるものではないが、調整流体の流量及び調整流体の流路に対する何らかの変更が含まれる。

【 0 0 5 3 】

急冷領域 1 5 5 に入った後に、粒子形成機構が働く。粒子が凝集する度合は、冷却速度によって決まる。冷却速度は、急冷領域 1 5 5 内の乱流の程度によって決まる。粒子生産システム 3 0 0 は、好ましくは、非常に高い乱流を形成するように調整され、非常に分散した粒子を形成する。例えば、好ましい実施の形態では、急冷領域 1 5 5 内の流れの乱流度 (turbidity) は、流れが少なくとも 1 0 0 0 のレイノルズ数を有するようにされる。乱流は、好ましくは、反応混合物が反応チャンバ 1 4 0 を出た後に、混合物流温度を非常に短時間で材料の融点の 1 / 4 温度に変化させる混合物流の冷却速度を達成するように制御される。

【 0 0 5 4 】

急冷領域 1 5 5 に噴射された後、冷却及び粒子形成が行われ、混合物は、急冷チャンバ 1 5 0 から冷却導管 1 6 0 に流れる。外部機器、例えば上述した吸気発生器によって発生された吸気は、好ましくは、急冷領域 1 5 5 から冷却混合物を冷却導管 1 6 0 に移動する。冷却混合物は、抽出又は回収装置、例えば図 1 に関して上述した抽出又は回収装置に流される。

【 0 0 5 5 】

図 3 では、反応チャンバ 1 4 0 の噴射口に配設された調整流体噴射リングを介して、及び反応チャンバ 1 4 0 の周辺と急冷チャンバ 1 5 0 間に配設された環状供給部を介して急冷領域 1 5 5 に供給される調整流体は、ガスである。一実施の形態においては、供給される気体は、アルゴンである。また、他の気体を使用してもよい。

【 0 0 5 6 】

調整流体としてガスを使用することに加えて、超冷却ガス、すなわち液化ガスを調整流体として用いてもよい。調整流体は、以下に限定されるものではないが、液体窒素及び液体ヘリウムを含む。図 4 に示す粒子生産システム 4 0 0 は、調整流体を、「急冷液体」と記された液化ガスの形態で急冷領域 1 5 5 に供給する。好ましい実施の形態では、急冷液体は、図 3 に関して上述した急冷気体と同様に、反応混合物が反応チャンバ 1 4 0 を出る際、調整流体噴射リングを介して、反応混合物に直接流される。なお、図 2 ~ 図 4 に示す特徴の如何なる組合せ又は構成も本発明の範囲内にある。例えば、環状供給部を介して急冷気体を供給し、調整流体噴射リングを介して急冷液体を供給してもよい。これに代えて、調整流体噴射リングを使用しないで、環状供給部を介して急冷領域 1 5 5 に急冷液体を供給してもよい。

【 0 0 5 7 】

好ましくは、液体の温度及びその流量は、反応混合物が反応チャンバ 1 4 0 を出た後に、混合物流温度を非常に短時間で材料の融点の $1 / 4$ 温度に変化させる混合物流の冷却速度を達成する。高温の反応混合物は、急冷液体から湿気を吸収し、この結果、急冷気体のみを用いた場合に比べて、急冷速度を更に向上させる。温度及び調整液体の流量は、好ましくはシステム内の所望の質量流量に応じて、選択される。

【 0 0 5 8 】

図 5 は、本発明の原理に基づいて、一様なナノ粒子を生成する方法 5 0 0 の一実施の形態を示すフローチャートである。当業者には明らかであるが、ここに説明するプロトコル、処理及び手順は、必要に応じて、継続的に繰り返してもよく、何回繰り返してもよい。更に、方法 5 0 0 のステップは、特定の順序で示しているが、幾つかの一定のステップを同時に実行してもよく、図に示すものとは異なる順序で実行してもよい。したがって、本発明の処理ステップは、特許請求の範囲において、明示的又は暗示的に指定している場合を除き、如何なる特定の順序にも限定されない。

【 0 0 5 9 】

ステップ 5 1 0 において、プラズマ生成チャンバ内でプラズマ流を生成する。プラズマ流は、様々な方法で生成できる。なお、好ましい実施の形態では、プラズマ生成チャンバは、プラズマ生成チャンバを流れる処理ガスを励起することによって、プラズマ流を生成する。

【 0 0 6 0 】

ステップ 5 2 0 において、前駆体物質にプラズマ流を印加して、前駆体物質を蒸発させる。この前駆体物質へのプラズマ流の印加は、プラズマ生成チャンバ内で行ってもよく、及び / 又はプラズマ生成チャンバに流体的に接続された反応チャンバ内で行ってもよい。何れの場合も反応チャンバ及び反応混合物流に流れるプラズマ流が反応チャンバ内で形成される。反応混合物流は、好ましくは、プラズマ流に浮遊されて運ばれる蒸発した材料を含む。

【 0 0 6 1 】

ステップ 5 3 0 において、反応混合物流が、反応チャンバの噴射口を介して、急冷チャンバの急冷領域に流れる。急冷チャンバは、広い端部と、狭い端部と、反応チャンバの噴射口から離れる方向に、広い端部から狭い端部に向けて徐々に狭くなる截頭円錐面と、狭い端部に形成された冷却混合物アウトレットと、急冷チャンバ内の噴射口と冷却混合物アウトレット間に形成された急冷領域とを備える。

【 0 0 6 2 】

ステップ 5 4 0 において、調整流体は、反応チャンバの噴射口に配設された調整流体噴射リングを介して流れる。調整流体は、反応混合物流が反応チャンバの噴射口を介して流れる際に、反応混合物流に直接流れ込み、この結果、反応混合物流の流れを妨害して、急冷領域内に乱流を発生させる。調整流体は、上述のように、好ましくは、気体又は液化ガスである。これに加えて又はこれに代えて、反応チャンバの周辺と急冷チャンバの間で配設された環状供給部を介して調整流体を供給してもよい。

【 0 0 6 3 】

ステップ 5 5 0 において、反応混合物流を急冷領域内で急速に冷却して、冷却混合物流 (cooled mixture stream) を生成する。冷却混合物流は、好ましくは、凝縮ナノ粒子を含む。

【 0 0 6 4 】

ステップ 5 6 0 において、冷却混合物流は、急冷チャンバの冷却混合物アウトレットを介して、好ましくは、導管を経由して、回収装置に流れる。好ましい実施の形態では、導管は、冷却混合物アウトレットと略同じ直径を有する。

【 0 0 6 5 】

ステップ 5 7 0 において、冷却混合物流が回収装置を流れる際に、回収装置は、冷却混合物流から凝縮粒子を分離する。好ましい実施の形態では、回収装置は、1 つ以上のフィ

10

20

30

40

50

ルタを用いて、冷却混合物流から凝縮粒子を分離する。

【0066】

図2は、粒子生産システムの急冷速度に関する、本発明の実施の形態の特徴の意図された効果を示すグラフ200を示している。グラフ200は、プラズマ生成チャンバ、例えばプラズマ生成チャンバ125に入り、蒸発し又はプラズマになり、混合され、反応チャンバ140等の反応チャンバを通り、粒子の形成を開始し、急冷領域155等の急冷領域に入るまでの時間（装置内の位置）に対する気体／材料、又は混合物の温度の例示的な変化を示している。装置内の位置とグラフ上の位置の間の関係は、図1と図2との間の垂直的な位置関係によって大まかに示している。

【0067】

グラフの縦軸は、混合物の温度を表している。楕円形の標識は、装置によって処理されている材料の相を示している。すなわち、一番上の楕円形が蒸気を示し、その下が液体を示し、その下が固体を示している。破線は、処理中の材料に関する臨界温度を示している。「bp」の線は、沸点を示し、「mp」の線は、融点を示している。「mp/4」の線は、材料の融点の1/4を示している。

【0068】

プラズマ生成チャンバ125内において、温度が急速に上昇すると、材料が固相から気相に昇華する。混合物が反応チャンバ140内に移動すると、混合物の温度及び熱量は、略一定に保たれ、材料は、気相の範囲内にとどまる。更に、混合物が反応チャンバ140の端部に移動すると、温度は低下し、反応チャンバ140の下流側の端部において（反応チャンバ内の）最小限に達する。

【0069】

混合物は、噴射されて、急冷領域155に一旦入ると、膨張して、急速に冷却される。1つ以上の高乱流、十分低い質量流量、及び超冷却ガスによる液体急冷によって、混合物は、調整流体と十分に混合され、十分に短い時間で、「bp」、液相、「mp」、固相の一部を経由して、「mp/4」まで、円滑に急速に冷却され、望まれない凝集が回避され、均一のナノ粒子の生成が促進される。環状供給部を介する調整流体の供給の結果、線210として示す急冷速度が得られる。この急冷速度は、従来技術からの事実上の改善であるが、調整流体噴射リング及び／又は液化ガスを使用することによって、線210'として示す更に速い急冷速度が得られる。

【0070】

反応チャンバ及び急冷領域内の共振の間に、粒子が形成される。混合物は、急速に冷却されるので、凝集が起こる期間は短い。粒子と高温ガスの混合物は、調整流体と混合され続け、混合気体（mixture of gas）と粒子は、狭い端部から出て、導管に入る。本発明の幾つかの実施の形態としての高乱流急冷領域（highly turbulent quench region）及び／又は超冷却ガスの調整液体（super-cooled gas conditioning liquid）が供給される急冷領域内の急冷時間の全体は、標準的な急冷よりも非常に短い。最終的に、調整流体と混合物は、好ましくは室温において、熱平衡に達する。

【0071】

このように、本発明の実施の形態の特徴は、粒子が形成され、互いに凝集することができる期間を短縮する。最終的に、この凝集の可能性の低減によって、より均一な大きさの粒子が生成され、ある場合には、より小さい大きさの粒子が生成される。これらの特徴の両方によって、分散性が高められ、表面積対体積比が高められた粒子が得られる。

【0072】

本発明の構造及び動作の原理を明瞭にするために、詳細を組み込んだ特定の実施の形態に関連して本発明を説明した。したがって、ここにおける特定の実施の形態及び詳細な説明は、特許請求の範囲を限定するものでない。本発明の精神及び範囲から逸脱することなく、ここに例示した実施の形態を変更できることは当業者にとって明らかである。

10

20

30

40

【図 1】

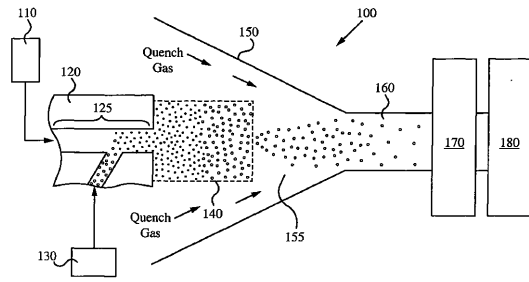


Fig. 1

【図 2】

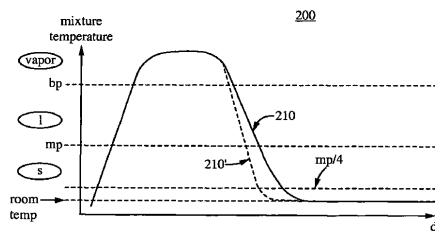


Fig. 2

【図 3】

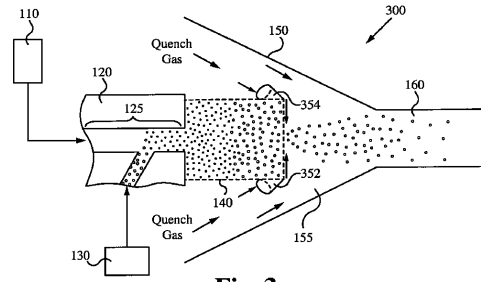


Fig. 3

【図 4】

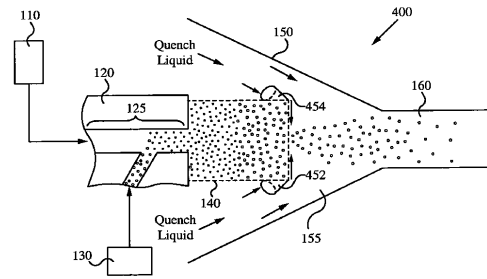
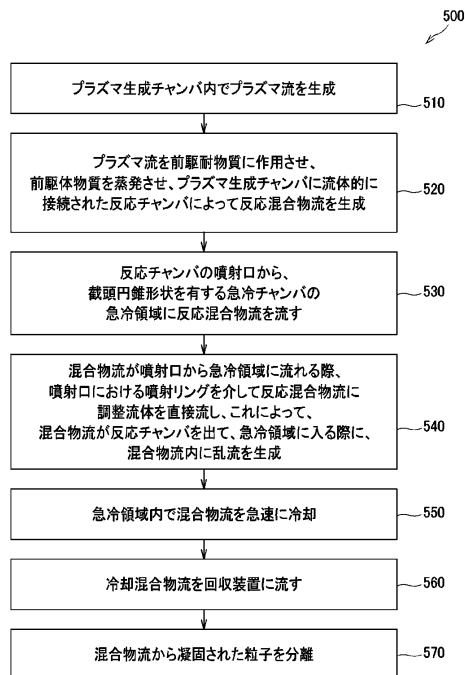


Fig. 4

【図 5】



フロントページの続き

(72)発明者 ビーバーガー、マクシミリアン、エー．
アメリカ合衆国 アリゾナ州 8 5 2 5 8 スコッツデール イースト デル アケロ ドライブ
7 3 4 6

(72)発明者 レイマン、フレデリック、ピー．
アメリカ合衆国 アリゾナ州 8 5 2 5 2 スコッツデール ノース ロンピン ロード 3 7 0
3 4

審査官 神田 和輝

(56)参考文献 特表平 1 1 - 5 0 2 7 6 0 (J P , A)
特開 2 0 0 4 - 2 9 0 7 3 0 (J P , A)
特開 2 0 0 6 - 0 5 5 8 3 9 (J P , A)
特開 2 0 0 6 - 2 4 7 4 4 6 (J P , A)
特表平 0 9 - 5 0 2 9 2 0 (J P , A)
特表 2 0 0 6 - 5 0 8 8 8 5 (J P , A)
国際公開第 2 0 0 6 / 0 7 9 2 1 3 (W O , A 1)
米国特許第 6 4 4 4 0 0 9 (U S , B 1)

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)
B 0 1 J 1 9 / 0 0 - 1 9 / 3 2
B 8 2 B 1 / 0 0 - 3 / 0 0