

【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 1 区分

【発行日】平成 18 年 9 月 14 日 (2006.9.14)

【公開番号】特開 2004-67508 (P2004-67508A)

【公開日】平成 16 年 3 月 4 日 (2004.3.4)

【年通号数】公開・登録公報 2004-009

【出願番号】特願 2003-282299 (P2003-282299)

【国際特許分類】

**C 0 1 G 49/00 (2006.01)**

**B 8 2 B 3/00 (2006.01)**

**C 0 1 G 49/02 (2006.01)**

C 0 1 G 51/00 (2006.01)

【F I】

C 0 1 G 49/00 F

C 0 1 G 49/00 A

B 8 2 B 3/00

C 0 1 G 49/02 Z

C 0 1 G 51/00 A

【手続補正書】

【提出日】平成 18 年 7 月 26 日 (2006.7.26)

【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】

その各々がナノ結晶性無機コア (12) と該ナノ結晶性無機コア (12) を実質的に覆っている少なくとも 1 つの外側コーティング (14) とを備える複数のナノ粒子 (10) を形成する方法であって、該外側コーティング (14) の少なくとも 1 つは少なくとも 1 つのイオン性安定化材料を備えていると共に、

a) 無極性非プロトン性有機溶媒、酸化性物質及び第 1 の界面活性剤を化合させるステップであって、該第 1 の界面活性剤は第 1 の濃度で存在すると共に分極可能ヘッド基を有しているような化合ステップと、

b) 前記化合させた無極性非プロトン性有機溶媒、酸化性物質及び第 1 界面活性剤に少なくとも 1 つの有機金属化合物を加えるステップであって、該少なくとも 1 つの有機金属化合物は金属及び少なくとも 1 つの配位子を備えているような付加ステップと、

c) 前記化合させた無極性非プロトン性有機溶媒、酸化性物質、第 1 界面活性剤と、前記少なくとも 1 つの有機金属化合物とを不活性ガス雰囲気下で約 30 °C ~ 約 400 °C の範囲にある第 1 の温度まで第 1 の時間間隔にわたって加熱し、これによって該第 1 界面活性剤及び無極性非プロトン性有機溶媒の存在下で該少なくとも 1 つの有機金属化合物と該酸化性物質を反応させ、その各々がナノ結晶性無機コア (12) 及び該第 1 の界面活性剤を備えた少なくとも 1 つの外側コーティング (14) を備えている複数のナノ粒子 (10) を形成させるステップと、

を含む方法。

【請求項 2】

前記無極性非プロトン性溶媒から前記複数のナノ粒子 (10) を沈殿させるステップをさらに含む請求項 1 に記載の方法。

## 【請求項 3】

複数のナノ粒子（10）を沈殿させる前記ステップが、前記無極性非プロトン性溶媒にアルコールとケトンのうちの一方を添加することを含む、請求項 2 に記載の方法。

## 【請求項 4】

外側コーティング（14）内で前記第 1 の界面活性剤を第 2 の界面活性剤で置換するステップをさらに含む請求項 1 乃至 3 のいずれかに記載の方法。

## 【請求項 5】

その各々が第 1 の酸化状態にある鉄及び該第 1 の酸化状態と異なる第 2 の酸化状態にある遷移金属を含んだ結晶性混合スピネルフェライトを含む複数の単分散ナノ粒子（10）を形成させる方法であって、

a) 無極性非プロトン性有機溶媒、酸化性物質及び第 1 の界面活性剤を化合させるステップであって、該第 1 の界面活性剤は第 1 の濃度で存在すると共に分極可能ヘッド基を有しているような化合ステップと、

b) 前記化合させた無極性非プロトン性有機溶媒、酸化性物質、第 1 界面活性剤を不活性ガス雰囲気下で第 1 の温度まで加熱させるステップと、

c) 前記第 1 の温度において前記化合させた無極性非プロトン性有機溶媒、酸化性物質、第 1 界面活性剤に有機鉄化合物を加えるステップと、

d) 前記有機鉄化合物と前記化合させた無極性非プロトン性有機溶媒、酸化性物質、第 1 界面活性剤とを一緒に前記第 1 の温度において第 1 の時間間隔だけ不活性ガス雰囲気下に維持するステップと、

e) 前記第 1 の時間間隔の満了後に、前記第 1 の温度において一緒にした前記有機鉄化合物及び前記化合させた無極性非プロトン性有機溶媒、酸化性物質、第 1 界面活性剤に少なくとも 1 つの有機遷移金属化合物を加えるステップと、

f) 前記化合させた無極性非プロトン性有機溶媒、酸化性物質、第 1 界面活性剤、前記有機鉄化合物、及び前記少なくとも 1 つの有機遷移金属化合物を不活性ガス雰囲気下で第 2 の温度まで第 2 の時間間隔にわたって加熱し、これによって該第 1 の界面活性剤及び該無極性非プロトン性有機溶媒の存在下で該有機鉄化合物、該有機遷移金属化合物及び該酸化性物質を反応させ、その各々が結晶性混合スピネルフェライトを含む複数の単分散ナノ粒子（10）を形成させるステップと、

を含む方法。

## 【請求項 6】

前記有機鉄化合物は鉄と少なくとも 1 つの配位子を含んでおり、該少なくとも 1 つの配位子は、カルボニル基、シクロオクタジエニル基、有機ホスフィン基、ニトロシル基、シクロペンタジエニル基、ペンタメチルシクロペンタジエニル基、酸配位子、ニトロキシ基、並びにこれらの組み合わせのうちの少なくとも 1 つを含んでいる、請求項 5 に記載の方法。

## 【請求項 7】

前記少なくとも 1 つの有機遷移金属化合物は遷移金属と少なくとも 1 つの配位子を含んでおり、該遷移金属が、鉄、銅、チタン、マンガン、カドミウム、コバルト、ニッケル、クロム、ガドリニウム、亜鉛、イットリウム、モリブデン及びバナジウムのうちの 1 つであると共に、該少なくとも 1 つの配位子が、カルボニル基、シクロオクタジエニル基、有機ホスフィン基、ニトロシル基、シクロペンタジエニル基、ペンタメチルシクロペンタジエニル基、酸配位子、ニトロキシ基、並びにこれらの組み合わせのうちの少なくとも 1 つを含んでいる、請求項 5 または 6 に記載の方法。

## 【請求項 8】

その各々が、第 1 の酸化状態にある鉄及び該第 1 の酸化状態と異なる第 2 の酸化状態にある遷移金属を含んだ結晶性混合スピネルフェライトコア、並びに該無機コア（12）を実質的に覆っている少なくとも 1 つの外側コーティング（14）を含むような複数のナノ粒子（10）を形成させる方法であって、

a) 無極性非プロトン性有機溶媒、酸化性物質及び第 1 の界面活性剤を化合させるステ

ップであって、該第 1 の界面活性剤は第 1 の濃度で存在すると共に分極可能ヘッド基を有しているような化合物と、

b) 前記化合物と無極性非プロトン性有機溶媒、酸化性物質、第 1 界面活性剤を不活性ガス雰囲気下で第 1 の温度まで加熱させるステップと、

c) 前記第 1 の温度において前記化合物と無極性非プロトン性有機溶媒、酸化性物質、第 1 界面活性剤に有機鉄化合物を加えるステップと、

d) 前記有機鉄化合物と前記化合物と無極性非プロトン性有機溶媒、酸化性物質、第 1 界面活性剤と一緒に前記第 1 の温度において第 1 の時間間隔だけ不活性ガス雰囲気下に維持するステップと、

e) 前記第 1 の時間間隔の満了後に、前記第 1 の温度において一緒にした前記有機鉄化合物及び前記化合物と無極性非プロトン性有機溶媒、酸化性物質、第 1 界面活性剤に少なくとも 1 つの有機遷移金属化合物を加えるステップと、

f) 前記化合物と無極性非プロトン性有機溶媒、酸化性物質、第 1 界面活性剤、前記有機鉄化合物、及び前記少なくとも 1 つの有機遷移金属化合物を不活性ガス雰囲気下で第 2 の温度まで第 2 の時間間隔にわたって加熱し、これによって該第 1 の界面活性剤及び該無極性非プロトン性有機溶媒の存在下で該有機鉄化合物、該有機遷移金属化合物及び該酸化性物質を反応させ、その各々が結晶性混合スピネルフェライトを含む複数の単分散ナノ粒子 (10) を形成させるステップと、

g) 前記溶剤から前記複数の単分散ナノ粒子 (10) を沈殿させるステップと、を含む方法。

#### 【請求項 9】

前記有機鉄化合物は鉄と少なくとも 1 つの配位子を含んでおり、該少なくとも 1 つの配位子は、カルボニル基、シクロオクタジエニル基、有機ホスフィン基、ニトロシル基、シクロペンタジエニル基、ペンタメチルシクロペンタジエニル基、酸配位子、ニトロキシ基、並びにこれらの組み合わせのうちの少なくとも 1 つを含んでいる、請求項 8 に記載の方法。

#### 【請求項 10】

前記少なくとも 1 つの有機遷移金属化合物は遷移金属と少なくとも 1 つの配位子を含んでおり、該遷移金属が、鉄、銅、チタン、マンガン、カドミウム、コバルト、ニッケル、クロム、ガドリニウム、亜鉛、イットリウム、モリブデン及びバナジウムのうちの 1 つであると共に、該少なくとも 1 つの配位子が、カルボニル基、シクロオクタジエニル基、有機ホスフィン基、ニトロシル基、シクロペンタジエニル基、ペンタメチルシクロペンタジエニル基、酸配位子、ニトロキシ基、並びにこれらの組み合わせのうちの少なくとも 1 つを含んでいる、請求項 8 または 9 に記載の方法。

#### 【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0003

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0003】

こうしたナノ粒子を合成するために目下のところ使用されている方法には幾つかの欠点がある。これらの方法によって通常得られるナノ粒子は、広範なサイズ分布を有する傾向がある。このため、所望のサイズ分布を有する母集団を得るには少なくとも 1 つのサイズ調整工程を含めておく必要がある。目下の方法によって得られるナノ粒子は結晶化度も低い。さらに、これらのナノ粒子は、粒子間の大きな相互作用のために凝集する傾向がある。

【特許文献 1】米国特許第 4976883 号