

【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 7 部門第 2 区分

【発行日】平成25年11月28日 (2013.11.28)

【公開番号】特開2012-169619(P2012-169619A)

【公開日】平成24年9月6日 (2012.9.6)

【年通号数】公開・登録公報2012-035

【出願番号】特願2012-24719(P2012-24719)

【国際特許分類】

H 0 1 L 35/34 (2006.01)

H 0 1 L 35/16 (2006.01)

H 0 1 L 35/14 (2006.01)

H 0 1 L 35/22 (2006.01)

H 0 1 L 35/32 (2006.01)

【 F I 】

H 0 1 L 35/34

H 0 1 L 35/16

H 0 1 L 35/14

H 0 1 L 35/22

H 0 1 L 35/32 A

【手続補正書】

【提出日】平成25年10月10日 (2013.10.10)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 2 9

【補正方法】変更

【補正の内容】

【 0 0 2 9 】

上記方法は、ビスマス含有化合物を有する逆ミセル又はミセルを、テルル化合物が中に分散している逆ミセル又はミセルと組み合わせる工程を含んでもよい。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 3 0

【補正方法】変更

【補正の内容】

【 0 0 3 0 】

コア材料のミセル又は逆ミセルを形成する工程は、有機溶剤又は水溶液中に界面活性剤を溶解させる工程、次に、溶解した界面活性剤に水性相又は有機相を加える工程、次に、逆ミセル又はミセルの水性部分中に分散したコア材料ナノ粒子を形成するコア材料を加える工程を含む。さらに、下記の群から選ばれる更なる工程を実施してもよい。当該群は、pHを調節してコア形成反応を開始させる工程；試薬を導入してコア形成反応を開始させる工程；照射又は加熱してコア形成反応を開始させる工程；pHを調節して系を安定化させる工程；逆ミセル又はミセルに1又は複数のコア構造を直接加える工程；逆ミセル又はミセルの水性部分中に分散されたコア材料ナノ粒子を形成する材料にコア材料を加える工程を含むことができる。

【手続補正 3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 3 3

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0033】

さらに、コア材料は予めナノ粒子として形成されたものであってもよく、溶液中又はミセル若しくは逆ミセル中に直接加えてもよい。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0036

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0036】

熱電ナノ粒子の形成及び洗浄工程の後、その材料を、熱電装置において使用するために、ナノコンポジット材料に成形することができる。一形態において、この形成工程は、コンポジット熱電ナノ粒子を焼結して、コア材料ナノ粒子の包含物を含むシェル材料の網目構造を形成することを含んでよい。別の態様において、コンポジット熱電ナノ粒子の形成後に網目構造を含むナノコンポジット材料を形成するナノ粒子の融合工程を実施する。

【手続補正5】

【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】

コア材料の逆ミセル又はミセルを形成する工程；

コア材料の逆ミセル又はミセルにビスマス含有化合物を加えて、ビスマス含有化合物が中に分散している逆ミセル又はミセルを形成する工程；

形成されたミセル又は逆ミセルに、ビスマス含有化合物と合金を形成する還元剤の存在下で、テルル含有化合物を加えて、コア-シェル構造を有するコンポジット熱電ナノ粒子を形成する工程；

コア-シェルナノ粒子を、水酸化アンモニウム、水及びメタノールを含む溶媒混合物中で洗浄する工程、ここで、前記コア-シェル粒子は未凝集のまま残り、かつ、1～25ナノメートルの粒子サイズを有する；

を含む、熱電ナノ粒子の形成方法。

【請求項2】

前記溶媒混合物が、全体積に対して0.29～0.59体積%の水酸化アンモニウムと、全体積に対して10～20体積%の水と、全体積に対して80～90体積%のメタノールを含む、請求項1に記載の方法。

【請求項3】

前記溶媒混合物が、全体積に対して0.4体積%の水酸化アンモニウムと、全体積に対して14.94体積%の水と、全体積に対して84.66体積%のメタノールを含む、請求項1に記載の方法。

【請求項4】

ビスマス含有化合物を加える工程が、ビスマス含有化合物にP型ドーパントを供給することを含む、請求項1に記載の方法。

【請求項5】

テルル含有化合物を加える工程が、テルル含有化合物にN型ドーパントを供給することを含む、請求項1に記載の方法。

【請求項6】

テルル含有化合物を加える工程が、テルル含有化合物が中に分散している逆ミセル又はミセルを形成することを含む、請求項1に記載の方法。

【請求項7】

テルル含有化合物に N 型ドーパントを供給することを含む、請求項 6 に記載の方法。

【請求項 8】

コア材料のミセル又は逆ミセルを形成する工程が、
有機溶剤又は水溶液中に界面活性剤を溶解させる工程；
溶解した界面活性剤に水性相又は有機相を加える工程；
コア材料を加えて、逆ミセル又はミセルの水性部分中に分散されたコア材料ナノ粒子を
形成する工程；及び

下記の工程：

pH を調節してコア形成反応を開始させる工程；

試薬を導入してコア形成反応を開始させる工程；

照射又は加熱してコア形成反応を開始させる工程；

pH を調節して系を安定化させる工程；

逆ミセル又はミセルに 1 又は複数のコア構造を直接加える工程；及び

逆ミセル又はミセル中に分散されたコア材料ナノ粒子を形成する材料にコア材料を加
える工程；

から成る群から選ばれる工程；

を含む、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 9】

ビスマス含有化合物が中に分散しているミセル又は逆ミセルを形成する工程が、
溶剤又は水溶液中に界面活性剤を溶解させる工程；
溶解した界面活性剤にビスマス含有化合物を加えて、ビスマス含有材料を含む溶剤又は
水性部分を有する逆ミセル又はミセルを形成する工程；
を含む、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 10】

ビスマス含有化合物が中に分散しているミセル又は逆ミセルを形成する工程が、
溶剤又は水溶液中に界面活性剤を溶解させる工程；
溶解した界面活性剤にドーパントを加えて、当該ドーパントを含む水性部分を有する逆
ミセル又はミセルを形成する工程；
を含む、請求項 9 に記載の方法。

【請求項 11】

コア材料のミセル又は逆ミセルを形成する工程が、
溶媒に界面活性剤を溶解させる工程；
溶解した界面活性剤に水酸化アンモニウムを加える工程；
テトラメチルオルトシリケートを加えて、ミセル又は逆ミセルの水性部分中に分散され
た SiO₂ ナノ粒子を形成する工程；
すでにナノ粒子形態にあるコア材料を加える工程；
を含む、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 12】

ビスマス含有化合物のミセル又は逆ミセルを形成する工程が、
溶媒中に界面活性剤を溶解させる工程；
溶解した界面活性剤にクエン酸ビスマスを加えて、クエン酸ビスマスを含む水性部分を
有するミセル又は逆ミセルを形成する工程；
を含む、請求項 11 に記載の方法。

【請求項 13】

テルル化物のミセル又は逆ミセルを形成する工程が、
溶媒中に界面活性剤を溶解させる工程；
NaTeH 材料を形成し、溶解した界面活性剤に前記 NaTeH 材料を加えて、NaTeH
を含む水性部分を有するミセル又は逆ミセルを形成する工程；
を含む、請求項 11 に記載の方法。

【請求項 14】

クエン酸ビスマスを加える工程を含み、クエン酸ビスマスのビスマスイオンが、テルルの存在下でビスマス金属に還元され、 SiO_2 コアナノ粒子の周りで自発的な合金の形態が起こる、請求項 13 に記載の方法。

【請求項 15】

ナノコンポジット材料の形成方法であって、請求項 1 に記載のコンポジット熱電ナノ粒子の形成後にナノ粒子の融合工程を含み、ナノコンポジット材料が網目構造を含む、ナノコンポジット材料の形成方法。

【請求項 16】

請求項 1 に記載の方法に従って形成されたコア材料ナノ粒子の包含物を含むシェル材料の網目構造を形成する方法であって、コア材料ナノ粒子の包含物を含むシェル材料の網目構造を形成しているコンポジット熱電ナノ粒子を焼結することを含む方法。

【請求項 17】

コア材料の逆ミセル又はミセルを形成する工程；

コア材料の逆ミセル又はミセルにクエン酸ビスマスを加えて、クエン酸ビスマスが中に分散している逆ミセル又はミセルを形成する工程；

形成されたミセル又は逆ミセルに、クエン酸ビスマスと合金を形成する還元剤の存在下で、テルル含有化合物を加えて、コア - シェル構造を有するコンポジット熱電ナノ粒子を形成する工程；

コア - シェルナノ粒子を、水酸化アンモニウム、水及びメタノールを含む溶媒混合物中で洗浄する工程、ここで、前記コア - シェル粒子は未凝集のまま残り、かつ、1 ~ 25 ナノメートルの粒子サイズを有する；

を含む、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 18】

クエン酸ビスマスを加える工程が、コア材料のミセル又は逆ミセルに酒石酸アンチモンカリウムを加えることを含む、請求項 17 に記載の方法。

【請求項 19】

テルル含有化合物を加える工程が、クエン酸ビスマスを加える工程において形成されたミセル又は逆ミセルにセレンを加えることを含む、請求項 17 に記載の方法。

【手続補正 6】

【補正対象書類名】図面

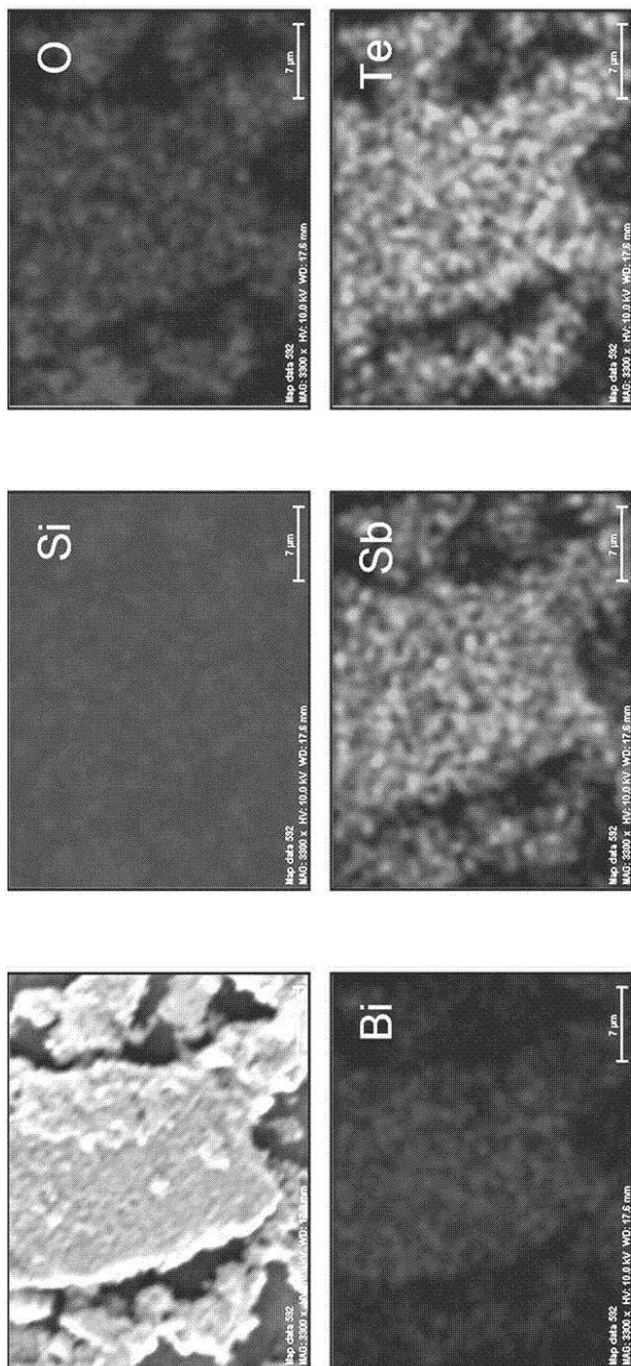
【補正対象項目名】図 6

【補正方法】変更

【補正の内容】

【図 6】

図6



【手続補正 7】

【補正対象書類名】図面

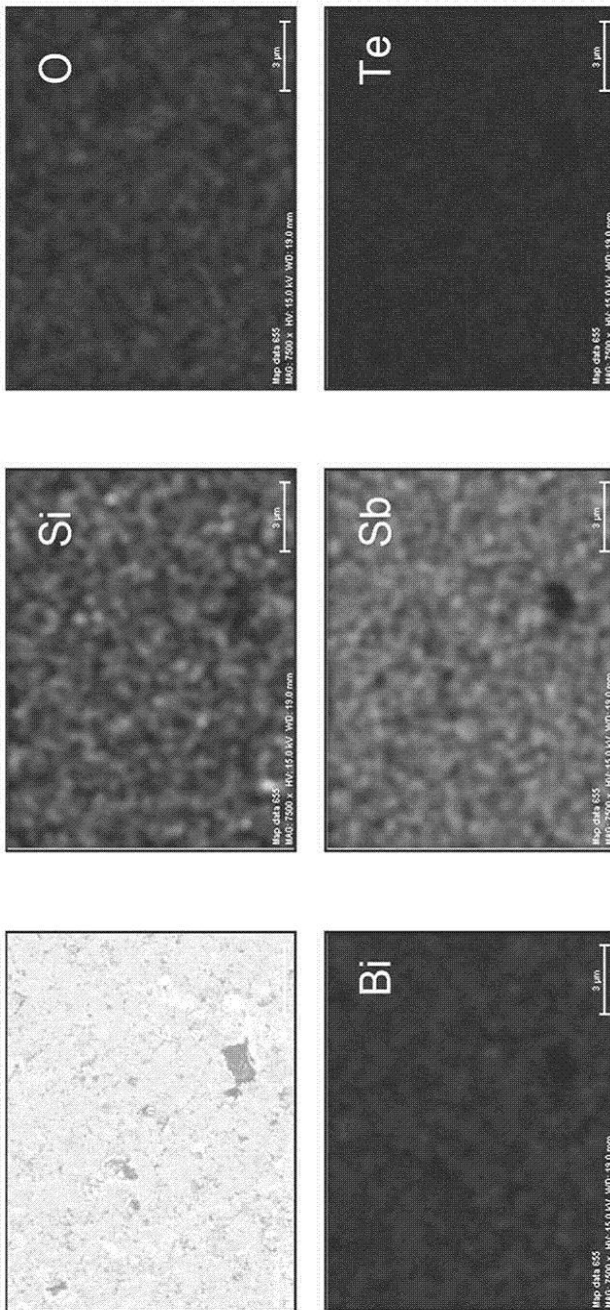
【補正対象項目名】図 7

【補正方法】変更

【補正の内容】

【図 7】

図7



【手続補正 8】

【補正対象書類名】図面

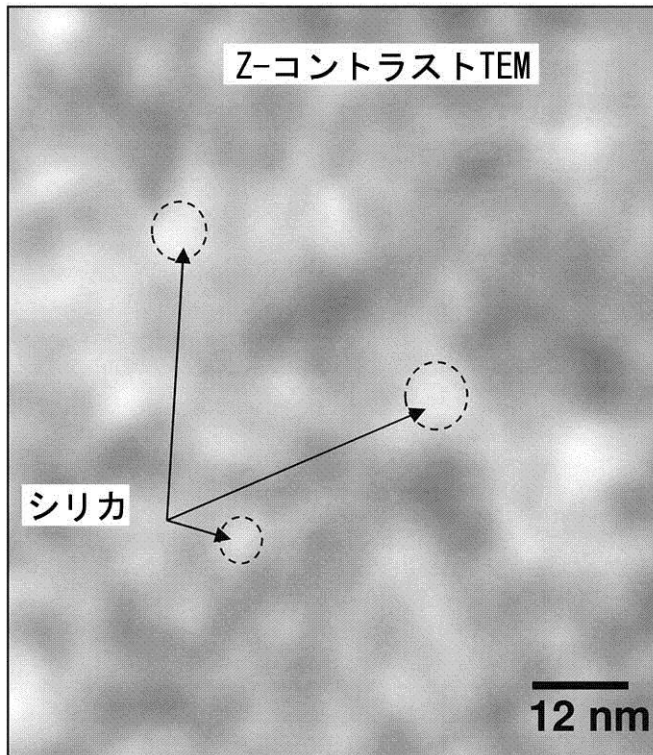
【補正対象項目名】図 1 2

【補正方法】変更

【補正の内容】

【図 1 2】

図12



【手続補正 9】

【補正対象書類名】図面

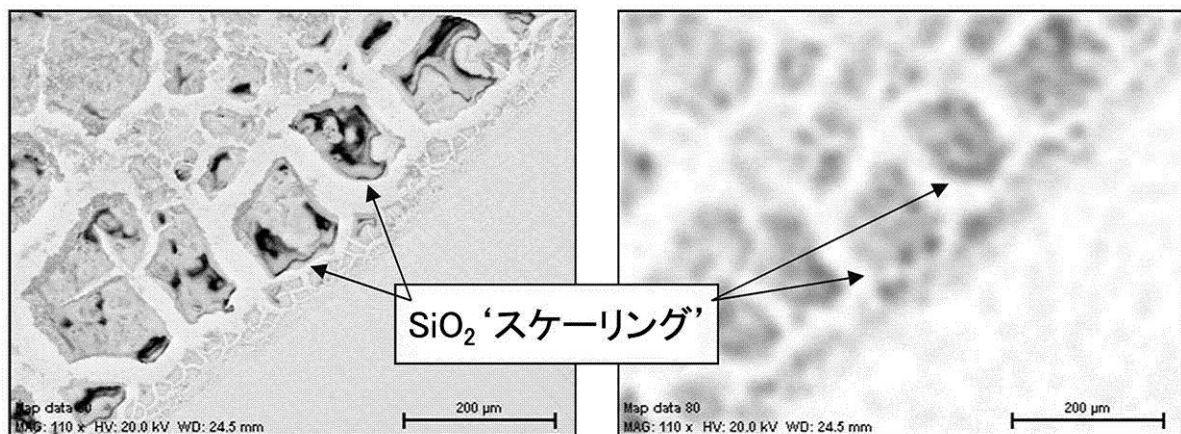
【補正対象項目名】図 1 3

【補正方法】変更

【補正の内容】

【図 1 3】

図13



【手続補正 1 0】

【補正対象書類名】図面

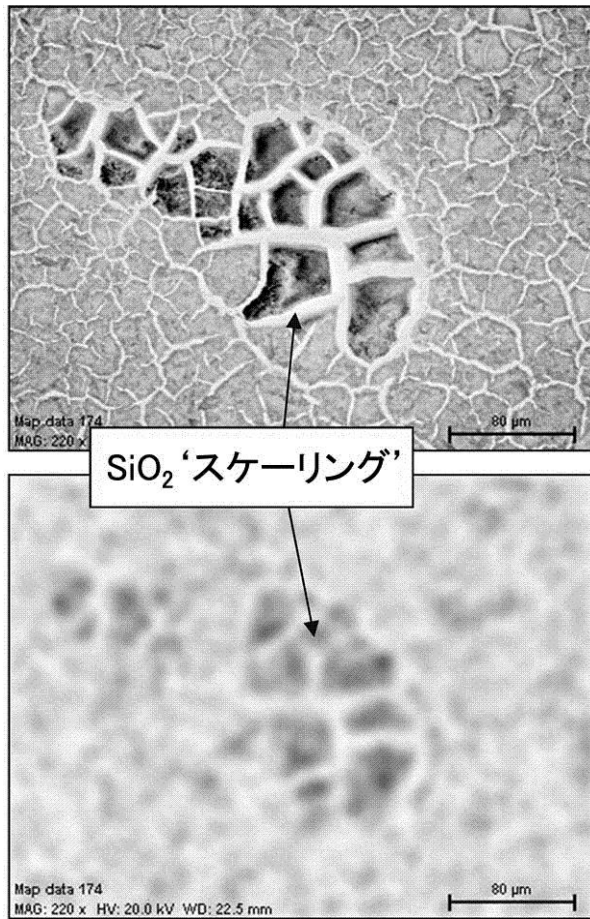
【補正対象項目名】図 1 4

【補正方法】変更

【補正の内容】

【図 1 4】

図14



【手続補正 1 1】

【補正対象書類名】図面

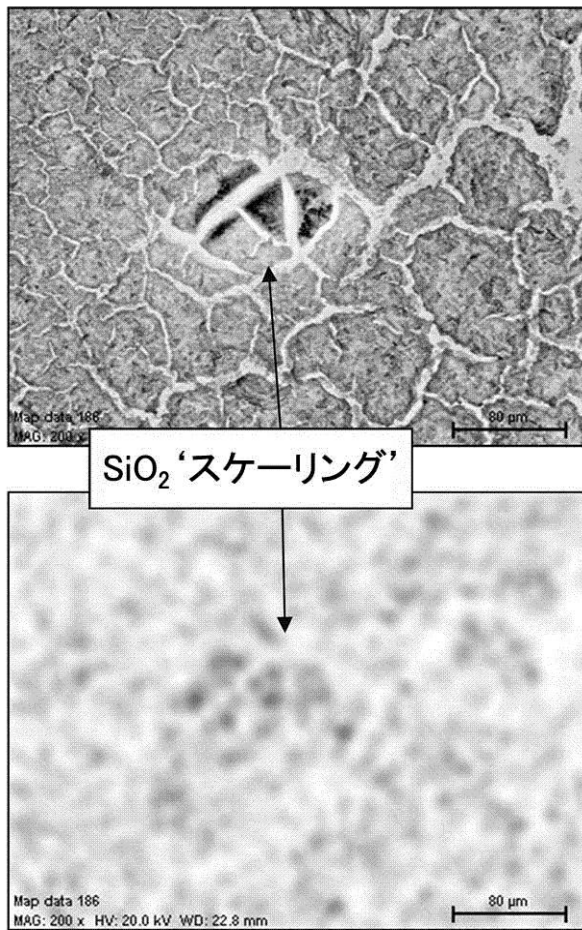
【補正対象項目名】図 1 5

【補正方法】変更

【補正の内容】

【図 1 5】

図15



【手続補正 1 2】

【補正対象書類名】図面

【補正対象項目名】図 1 6

【補正方法】変更

【補正の内容】

【図 16】

図16

