(19)日本国特許庁(JP)　(12)公表特許公報(A)　(11)特許出願公表番号
特表2009-531258
(P2009-531258A)
(43)公表日　平成21年9月3日(2009.9.3)

(51)Int.Cl.		F I			テーマコード（参考）
C01B 13/34	(2006.01)	C01B	13/34		4G042
C01G 25/00	(2006.01)	C01G	25/00		4G048
B01J 19/08	(2006.01)	B01J	19/08	J	4G075

審査請求 未請求　予備審査請求 有　（全 23 頁）

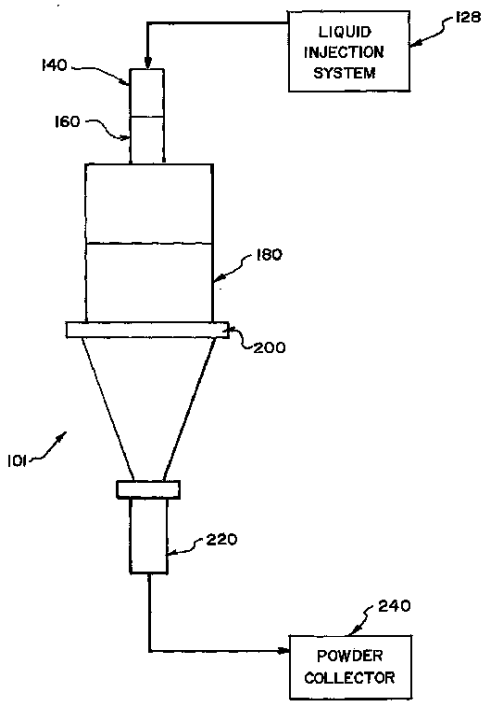
(21)出願番号　特願2009-501803 (P2009-501803)
(86)(22)出願日　平成19年3月29日 (2007.3.29)
(85)翻訳文提出日　平成20年10月17日 (2008.10.17)
(86)国際出願番号　PCT/CA2007/000514
(87)国際公開番号　WO2007/109906
(87)国際公開日　平成19年10月4日 (2007.10.4)
(31)優先権主張番号　60/786,702
(32)優先日　平成18年3月29日 (2006.3.29)
(33)優先権主張国　米国 (US)

(71)出願人　508290079
ノースウエスト　メテック　コーポレイション
NORTHWEST METTECH CORPORATION
カナダ国　Ｖ７Ｊ　２Ｌ３　ブリティッシュ　コロンビア州　ノース　バンクーバー　マウンテン　ハイウェイ　４６７
(74)代理人　100068755
弁理士　恩田　博宣
(74)代理人　100105957
弁理士　恩田　誠
(74)代理人　100142907
弁理士　本田　淳

最終頁に続く

(54)【発明の名称】軸方向投入プラズマ溶射を用いたナノパウダーおよびマイクロパウダー製造用の方法および装置

(57)【要約】
軸方向投入プラズマトーチを用いるマイクロパウダーおよびナノパウダーなどの粉体の製造用の方法およびシステム。液体前駆物質を霧化し、プラズマトーチの収束領域へ投入する。続いて、粒子の熱流のクエンチを行い、生成した粉体を収集する。



【特許請求の範囲】
【請求項１】
ナノパウダーまたはマイクロパウダーを製造する方法であって、
ｉ）収束チャンバを備えた軸方向投入式プラズマトーチを提供することと、
ｉｉ）前記プラズマトーチに液体前駆物質を軸方向に投入することと、
ｉｉｉ）前記収束チャンバへの投入前に前記液体前駆物質を霧化することによって、前記トーチによって生成されるプラズマ流において粒子の熱流を形成することと、
ｉｖ）チャンバへ前記粒子の熱流を導入することと、
ｖ）クエンチ位置にて前記チャンバ中へクエンチ気体または液体を導入することと、
ｖｉ）前記粒子の熱流を冷却し、それによって生成した粉体を収集することと、
からなる方法。
【請求項２】
前記クエンチ気体または液体は前記チャンバの半径に対し一定の角度で前記チャンバへ導入され、それによって渦流を形成する請求項１に記載の方法。
【請求項３】
前記クエンチ気体または液体は前記チャンバの壁に沿ったカーテンとして導入されることを含む請求項２に記載の方法。
【請求項４】
前記熱流中の前記粒子の粒子温度冷却速度は、前記トーチと前記クエンチ位置との間に加熱シュラウドを提供することによって変更される請求項１に記載の方法。
【請求項５】
前記クエンチ気体または液体はクエンチ環を通じて前記チャンバへ導入され、前記熱流中の前記粒子の粒子温度冷却速度は、クエンチ環を追加するか取り除くことによって変更される請求項１に記載の方法。
【請求項６】
クエンチを行う前の前記熱流中の前記粒子の粒子温度冷却速度は、トーチとクエンチ位置との間の距離を変更することによって変更される請求項１に記載の方法。
【請求項７】
前記熱流中の前記粒子の滞留時間は、前記トーチと前記クエンチ位置との間に加熱シュラウドを提供することによって変更される請求項１に記載の方法。
【請求項８】
クエンチを行う前の前記熱流中の前記粒子の滞留時間は、トーチとクエンチ位置との間の距離を変更することによって変更される請求項１に記載の方法。
【請求項９】
前記熱流中の前記粒子の寸法は、気体組成、気体流および出力レベルからなる群から選択されるトーチパラメータを変更することによって変更される請求項１に記載の方法。
【請求項１０】
前記熱流中の前記粒子の寸法は、液体投入速度および気体流速からなる群から選択される霧化パラメータを変更することによって変更される請求項１に記載の方法。
【請求項１１】
前記熱流中の前記粒子の寸法は、前記クエンチ気体の速度、量、入射角および組成を変更することによって変更される請求項１に記載の方法。
【請求項１２】
前記クエンチ気体の導入後の前記粒子の熱流の冷却は、移送中に前記熱流に冷却気体流を添加することによって行われる請求項１に記載の方法。
【請求項１３】
前記クエンチ気体または液体は、空気、アルゴン、窒素、二酸化炭素または水からなる群から選択される請求項１に記載の方法。
【請求項１４】
ナノパウダーまたはマイクロパウダーを製造するシステムであって、

ｉ）液体前駆物質を投入するための投入手段と、
ｉｉ）収束チャンバを備えた軸方向投入式プラズマ溶射トーチと、
ｉｉｉ）前記収束チャンバへの投入前に前記液体前駆物質を霧化することによって、前記トーチによって生成されるプラズマ流において粒子の熱流を形成するための霧化手段と、
ｉｖ）クエンチ気体を用いた前記粒子の熱流の反応用のチャンバと、
ｖ）クエンチ位置にて前記チャンバに前記クエンチ気体を導入するための手段と、
ｖｉ）それによって生成したナノパウダーまたはマイクロパウダーを収集するための手段と、
を含むシステム。
【請求項１５】
前記チャンバは変更可能な数のチャンバ区分を含む請求項１４に記載のシステム。
【請求項１６】
前記チャンバに前記クエンチ気体を導入するための前記手段は、変更可能な数の気体導入フランジを含む請求項１４に記載のシステム。
【請求項１７】
前記トーチと前記クエンチ位置との間の熱シュラウドを含む請求項１４に記載のシステム。
【請求項１８】
前記熱シュラウドは、
ｉ）高融点金属製の内側シリンダと、
ｉｉ）外側シリンダと、
ｉｉｉ）前記内側シリンダと外側シリンダとの間の空間に提供された水流と、
を含む請求項１７に記載のシステム。
【請求項１９】
前記熱シュラウドは、
ｉ）セラミックまたはグラファイト製の内側シリンダと、
ｉｉ）外側シリンダと、
ｉｉｉ）前記内側シリンダと外側シリンダとの間の空間に提供された不活性気体と、
を含む請求項１７に記載のシステム。
【請求項２０】
前記内側シリンダは、タングステン、モリブデンおよびステンレス鋼からなる群から選択される材料から製造されている請求項１８に記載のシステム。
【請求項２１】
前記内側シリンダは、グラファイト、ジルコニア、イットリア安定化ジルコニア、アルミナジルコニアおよびカルシア安定化ジルコニアからなる群から選択される材料から製造されている請求項１９に記載のシステム。
【発明の詳細な説明】
【技術分野】
【０００１】
本発明は、プラズマ溶射トーチを用いたナノパウダーおよびマイクロパウダー製造の分野に関する。
【背景技術】
【０００２】
ナノパウダーは、約１～１００ナノメートル（10^{-9}ｍ～10^{-7}ｍ）の直径を有する粒子からなる粉体である。ナノパウダーは、その大きな表面積および容易な成形性などの独特な特性のため、また最終製品の改良された性能のため、多くの用途において従来の粉体に置き換わっている。ナノパウダーの最近の幾つかの用途は、触媒、潤滑剤、研磨材、爆薬、日焼け止めおよび化粧品である。マイクロパウダーは、約１００ナノメートル～１０マイクロメートル（10^{-7}ｍ～10^{-5}ｍ）の直径を有する粒子からなる粉体である。マイクロパウダーには、約１００ナノメートル～１マイクロメートル（10^{-7}ｍ～

１０$^{-6}$ｍ）の間の直径を有するサブマイクロパウダーが含まれる。マイクロパウダーも、多くの有用な最近の用途を有する。

【０００３】

ナノパウダーを製造するために、現在では、様々な方法が用いられている。金属酸化物ナノパウダーを製造するために現在用いられている一方法は、乾燥粉砕によって塩マトリクス中でナノ粒子を形成する化学反応を生じさせる、メカノケミカルプロセスである。別の方法には、材料を気化し、続いて急速に凝縮させることで必要な寸法の粒子を製造する、蒸気プロセスが含まれる。特許文献１乃至６には、ナノパウダーを製造するためのプラズマ噴射の使用が開示されている。現在の方法における困難は、凝縮中に凝集しない、一様な小直径の粒子を形成することである。

【０００４】

リャオ（Ｌｉａｏ）らによる特許文献７には、プラズマトーチを用いてナノパウダーを製造する方法が開示されている。この方法には、プラズマトーチのプラズマ収束部分に固体前駆物質を導入すること（固体前駆物質は、プラズマ噴射によって吹き出される前に気化および酸化される）と、気化および酸化された前駆物質を含むプラズマ噴射を、渦状の冷却気体を通じて吹き出すことによりナノパウダーを得ることとが含まれる。

【特許文献１】国際公開第０３／０９７５２１号パンフレット
【特許文献２】国際公開第２００４／０５２７７８号パンフレット
【特許文献３】米国特許出願公開第２００３／０１４３１５３号明細書
【特許文献４】国際公開第２００４／０５６４６１号パンフレット
【特許文献５】国際公開第０３／０９７５２１号パンフレット
【特許文献６】国際公開第０２／０８６１７９号パンフレット
【特許文献７】米国特許第７，１２５，５３７号明細書

【発明を実施するための最良の形態】

【０００５】

本発明では、軸方向投入プラズマトーチを用いる、マイクロパウダーおよびナノパウダーを含む粉体の製造用の方法およびシステムを提供する。液体前駆物質は霧化され、プラズマ中に投入されて、そこで制御された手法により化学的および物理的な変換が行われて所望の生成物が生じ、次いで、この生成物が収集される。

【０００６】

より詳細には、本発明では、ナノパウダーまたはマイクロパウダーを製造する方法、すなわち、ｉ）収束チャンバを備えた軸方向投入式のプラズマトーチを提供することと、ｉｉ）プラズマトーチに液体前駆物質を軸方向に投入することと、ｉｉｉ）収束チャンバへの投入前に液体前駆物質を霧化することによって、トーチによって生成されるプラズマ流において粒子の熱流を形成することと、ｉｖ）チャンバへ粒子の熱流を導入することと、ｖ）クエンチ位置にてチャンバ中へクエンチ気体を導入することと、ｖｉ）粒子の熱流を冷却し、それによって生成した粉体を収集することと、からなる方法を提供する。

【０００７】

また、本発明では、ナノパウダーまたはマイクロパウダーを製造するシステム、すなわち、ｉ）液体前駆物質を供給するための投入手段と、ｉｉ）収束チャンバを備えた軸方向投入式のプラズマ溶射トーチと、ｉｉｉ）収束チャンバへの投入前に前記液体前駆物質を霧化することによって、トーチによって生成されるプラズマ流において粒子の熱流を形成するための霧化手段と、ｉｖ）クエンチ気体を用いた粒子の熱流の反応用のチャンバと、ｖ）クエンチ位置にてチャンバにクエンチ気体を導入するための手段と、ｖｉ）それによって生成したナノパウダーまたはマイクロパウダーを収集するための手段と、を含むシステムを提供する。

【０００８】

図１に概略的に示すように、本発明は、ナノパウダーおよびマイクロパウダー製造システム１０１を含む。ナノパウダーおよびマイクロパウダー製造システム１０１は、ナノパウダーおよびマイクロパウダーを製造するのに必要な反応物組成を含有している様々な塩

溶液の供給用の液体前駆物質投入システム１２８を含む。液体前駆物質投入システム１２８は、軸方向投入プラズマトーチ１４０に取り付けられた噴霧器を含む。また、このシステムは、熱シュラウド１６０、チャンバ１８０、気体投入フランジ２００、熱シュラウドクエンチシステム２２０および粉体収集システム２４０を含む。チャンバ１８０の直径は製造される粉体の寸法に応じて、約５．０８ｃｍ～約９１．４４ｃｍ（２インチ～３６インチ）であってよい。

【０００９】

図２に示すように、液体の供給原料は貯蔵容器Ｈ－１０１に保持される。供給材料は、最終的なナノパウダーの所望の特性に応じて、水系であっても、有機系であってもよい。適切な有機溶媒には、トルエン、ケロセン、メタノール、エタノール、イソプロピルアルコール、アセトンなどが含まれる。適切な供給材料には、金属塩の水溶液が含まれる。水性の無機金属硝酸塩、炭酸塩、硫酸塩、硼酸塩、アルミン酸塩、リン酸塩などや、有機系の酢酸塩、メトキシド、エトキシド、シュウ酸塩などが適切である。また、硝酸アルミニウムの水溶液、アルミニウムトリ－ｓｅｃ－ブトキシドのアルコール－水溶液、ジルコニウムｎ－プロポキシドのアルコール－水溶液、イットリウム硝酸塩およびジルコニウムｎ－プロポキシドのアルコール－水溶液など、有機金属化合物の非水溶液も用いられてよい。溶液前駆物質には、有機金属塩、重合体塩および無機塩が含まれてよい。好適な無機塩は、硝酸塩、塩酸塩および酢酸塩である。液体の供給材料は、例えば、亜鉛酸化物、銅酸化物、セリウム酸化物、マグネシウム酸化物、ジルコニウム酸化物、アルミニウム酸化物、ジルコニウムシリコン酸化物の溶解した溶液であってよく、他の任意の適切な材料をナノパウダーの所望の組成とすることができる。生成するナノパウダーまたはマイクロパウダーの粒径は、前駆物質溶液である液体供給材料の濃度に依存するので、溶液の濃度は高過ぎてはならないが、妥当な粉体製造速度のためには、低過ぎてもならない。

【００１０】

本発明は、ナノ構造を有する燃料電池用途用の熱溶射コーティングにおいて用いられるナノパウダーおよびマイクロパウダーの製造に好適である。この目的における前駆物質液体供給材料は、金属硝酸塩を含む溶液、金属塩化物または他の金属ハロゲン化物の溶液、および有機金属混合物である。用いられるナノ粒子溶液には、金属硝酸塩溶液など、懸濁液中にナノ粒子を含む、アルコールまたは他の有機系溶液が含まれてよい。この金属硝酸塩溶液を酸素と反応させて、金属酸化物セラミックの粉体を製造する。同様に、金属塩化物または他のハロゲン化物系溶液が用いられてもよく、この金属塩化物または他のハロゲン化物溶液を酸素と反応させて、および金属酸化物セラミックのナノパウダーを製造する。

【００１１】

図２に示す実施形態では、Ｈ－１０１からの供給材料との混合用の水供給源として、第２の貯蔵容器Ｈ－１０２が提供される。用いられる噴霧器の型に応じて、容器Ｈ－１０１からライン１１およびバルブＶ－１０１を通じ、供給ライン１３を通じて供給ライン２へ、次いで噴霧器３０（図３）へ、液体の供給材料を移送する（場合によっては、Ｈ－１０２からバルブＶ－１０２によって制御されるライン１２を通じる水と混合して）ために、高圧液体供給ポンプＰ－１０１が用いられてもよい。ポンプＰ－１０１として、遠心ポンプ、ギヤポンプ、ダイアフラムポンプ、ペリスタポンプおよびピストンポンプが用いられてもよい。液圧噴霧器は、好適には、約３４．４７ＭＰａ（５，０００ｐｓｉ）～約４１３．７ＭＰａ（６０，０００ｐｓｉ）の圧力と、０．１Ｌ／分以上、かつ、好適には１．０Ｌ／分以下の流速とを提供する。適切なペリスタポンプは、インステック・ラボラトリーズ社（Ｉｎｓｔｅｃｈ　Ｌａｂｏｒａｔｏｒｉｅｓ，Ｉｎｃ．）のモデルＰ７２０／６６である。また、日機装株式会社（Ｎｉｋｋｉｓｏ）のＨｙｄｒｏｆｌｏシリーズ１０００（定格約３４．４７ＭＰａ（５０００ｐｓｉ）、最大流速０．２ｄｍ^3／ｍｉｎ）などのダイアフラムポンプも用いられてもよい。高圧ポンプの不要な気圧噴霧器の霧化ノズルへ前駆物質／溶媒を移送するには、ダイアフラムポンプを、非脈動的に約１．３７９ＭＰａ～約２．０６８ＭＰａ（約２００～３００ｐｓｉ）で動作し、連続的かつ一様な気体／

液体散布を行うポンプと置換する。

【００１２】

前駆物質溶液から生成される粉体の製造速度は、次式に従い、前駆物質溶液の濃度および溶液の供給速度に依存する：

$$P = MCV$$

ここで、Ｐはグラム／時間による粉体製造速度であり、Ｍはグラム／モルによる固体の分子量であり、Ｃはモル／リットルによる溶液中の固体濃度であり、Ｖはリットル／時間による溶液供給速度である。許容可能な溶液濃度は、必要な固体粒子の寸法および液滴の寸法によって、次式により限定される：

$$d_p = 0.1[MC_s/p]^{1/3} d_d$$

ここで、d_pは固体粒子の寸法（マイクロメートル）であり、d_dは最終の液滴寸法（マイクロメートル）であり、ｐは固体の密度（ｇ／ｃｍ^3）である。ナノパウダー製造については、したがって、溶液濃度は１ｍｏｌ／リットルより相当低くなる。このプロセスにより１００ｎｍ未満の直径を有する粉体を製造するには、寸法分布の狭い小さな液滴の得られる噴霧器が必要である。超音波噴霧器、超臨界噴霧器、静電噴霧器またはジェット噴霧器が用いられてもよい。

【００１３】

図３には、供給ライン２から軸方向投入トーチ１４０のフィードチューブ３１への液体供給材料の供給と、その霧化とを行うための噴霧器３０の一実施形態を示す。高圧液体供給ポンプＰ－１０１は、高圧で供給材料を供給し、直径d_1および長さL_1を有する円筒状のオリフィス３７からの液体供給材料の高速噴射を生成する。液体の供給材料は密集した噴射としてオリフィス３７から出ると、雰囲気気体との衝突の力のため、小さな液滴へ分解する。オリフィス３７とプラズマ流との間には、霧化前の熱分解を避けるため、長さL_2のチャンバ３８が提供される。Ｔ－形のコネクタ３４のチャネル３５を通じてブローガスが提供され、液体フラッディングチャンバ３８を回避し、かつチャンバ３８に比較的低温の環境を提供するために、フィードチューブ３１と供給ライン２との間の円周間隙３６を通じて流れる。好適には、放出オリフィス３７の直径d_1は、０．１５～０．５ｍｍである。オリフィス３７は、１５度を越える出口角を有する発散出口を有する。オリフィス３７の長さL_1は、その直径の５～１５倍である。オリフィス３７の入口端部は、１３～１４度のほぼ最適な角度を有する円錐形オリフィスに相当する値まで放出効率を増加させるために、斜角が付けられてもよく、丸められてもよい。L_2は、好適には１０ｍｍより大きく、チャンバ３８の直径d_2は２ｍｍより大きい。ブローガスの流速は約５Ｌ／ｍｉｎである。

【００１４】

図１２～１５には、供給ライン２から軸方向投入トーチ１４０の収束領域への液体供給材料の供給と、その霧化とを行うための噴霧器２０３の第２の実施形態を示す。ハート・エンバイロメンタル社（Ｈａｒｔ　Ｅｎｖｉｒｏｎｍｅｎｔａｌ　Ｉｎｃ，）によるＵｌｔｉｍｉｘ　０５２Ｈ（商標）の名前で販売される交差流型音響式噴霧器が、トーチ１４０に適合されてもよい。図１２に関して、噴霧器ノズル２０１は、円錐形の入口チャンバ２０６から中央開口部２０８へと漸減する、発散出口ポート２１０までの中央通路２０４を備えた本体２０２を有する。開口部２０８の直径Ａは約１．３２ｍｍ（約０．０５２インチ）である。ノズルの外部から開口部２０８まで径方向に延びている複数の投入ポート２１２が存在する。ポート２１２の直径は、ポートの数（４～１００のそのようなポート）に応じて約０．２５４ｍｍ（０．０１インチ）～約０．０５０８ｍｍ（０．００２インチ）と異なる。図１３に示すように、外側チューブ２１４は液体前駆物質を、内側チューブ２１６は霧化する気体を入口チャンバ２０６へ運ぶ。キャップ２１８は外側チューブ２１４の端部の挿入部を囲んでいる。共鳴器２２１は後方向きの反射圧力波を形成することによって、霧化を補助する。共鳴器２２１は、２～４つの可撓性のステンレス鋼脚２２２と、中央プラグ２２４とからなる。

【００１５】

図１４，１５には、軸方向投入トーチ１４０の収束ブランク（図７の参照符号９０）に取り付けられた、図１２に示す噴霧器２０３を示す。集合ブランク９０は、プラズマ源用の３つの収束チャネル９２と、液体供給用の中央軸通路９４とを有する。噴霧器２０３は中央通路９４に保持されている。

【００１６】

これに代えて、１つまたは複数の圧電素子を備えた２．４ＭＨｚ超音波噴霧器などの超音波噴霧器が用いられてもよい。そのような噴霧器は、平均径１．７マイクロメートル（溶液の粘度および表面張力がより小さい場合にはそれより小さい）の水液滴を１ｍｌ／分を越える霧化速度で生成する。粉体製造速度を大きくするには、複数の圧電素子および大きいキャリアガス流速が用いられる。適切なネブライザーは、ニューヨーク州ファーミングデール（Ｆａｒｍｉｎｇｄａｌｅ）所在のソナー・ウルトラソニクス（Ｓｏｎａｒ　Ｕｌｔｒａｓｏｎｉｃｓ）によって製造されるモデル２４１および２４４である。超音波噴霧器が用いられる場合、高圧ポンプは液体の供給材料の供給に必要でない。

【００１７】

図６，７に示すように、軸方向投入プラズマトーチ１４０は、好適には、投入・霧化システムおよび供給ライン３１を受け入れるように変更された、変更されたＭｅｔｔｅｃｈ　Ａｘｉａｌ　ＩＩＩ（商標）である。そのようなトーチは、収束ブランク９０（図７）を通じて収束領域すなわちチャンバ８５においてトーチの軸に収束する３つのプラズマ源８３を有する。軸方向に投入される供給材料の周囲にプラズマ流を向ける１つまたは２つのプラズマ源を有する他の軸方向投入プラズマトーチが用いられてもよい。Ｍｅｔｔｅｃｈ　Ａｘｉａｌ　ＩＩＩ（商標）トーチは、拡大した収束部からのプラズマ圧縮を可能とするように、約１．４２９ｃｍ（９／１６インチ）ノズルまでスケールアップされ、延長および拡大される。

【００１８】

図７には、収束角度として２０度を選択し、直径約９．５２５ｍｍ（３／８インチ）の軸方向投入チャネル９４を備えたトーチの収束部を示す。収束ブランク９０は、プラズマ源８３用の３つの収束チャネル９２と、液体供給用の中央軸通路９４とを有する。軸方向投入チャネル９４において噴霧器３０を受け入れる必要のため、図７Ｃに示すように、トーチ１４０は、中央通路９４と収束チャネル９２との間により広い空間を提供するように変更される。プラズマジェット中での粉体の滞留時間を増大するために、トーチ１４０のノズル８７は通常より広くても長くてもよく、プラズマジェットはより遅くてもよい。トーチ１４０の構成要素は、トーチ内の熱損失を減少し、プラズマジェットにおいてより多くのエネルギーを保持するために、グラファイトから構成されてもよい。トーチ１４０はプラズマトーチ取付座４２（図４）に据え付けられ、冷却水が水供給源９を通じて冷却板４４，４６まで供給され、放出部１０を出る。トーチ１４０の出口は反応チャンバＲ－２０１へ延びている。

【００１９】

反応チャンバＲ－２０１は、３つの円筒部および円錐部５０，５２，５４（図４）から構成されてもよい。各部５０，５２は、冷却水が水の入口５６および出口５８を通じて循環されることによって冷却ジャケットを形成する円筒状の空間５７を形成する内側壁５１および外側壁５３（図５）を有する中空の鋼製円筒から形成されている。観察ポート６２とともに、各部分における温度を監視するために熱電対ポート６０が提供されてもよい。したがって、チャンバＲ－２０１は、関連データを監視および収集するために熱電対および圧力センサを装備されてよい。部分５０は、部分５２のフランジ６５に接続している下部フランジ６４を有し、部分５２は、部分５４のフランジ６７に接続している下部フランジ６６を有する。クエンチ気体、空気または水および反応物の投入のための投入ポート７４を提供するために、環状のディスクまたは冷却環７０，７２がフランジ６４，６５および６６，６７の間に提供される。２種類の冷却環が提供される。各々は、９０度の間隔に離間された４つの真っすぐな投入ポート７６を有し（図５）、それを通じてクエンチ気体、空気または水がプラズマ流へ直接的に投入されることが可能である。第１の種類の冷却

環には、クエンチ気体が熱い粉体のストリームの周囲に渦流を形成するように、径方向ではなく、一定の角度または接線方向に円筒部分に入る複数のポート７６も提供されている。第２の種類の冷却環は、クエンチ気体、空気または水が投入されることが可能な接線方向投入ポート７８を有する。ポート７８は円形のフランジ７７によって形成された同心チャネル７５へクエンチ気体を送る。次いで、クエンチ気体は環状の障壁により壁５１の表面を下るように向けられ、それによって粉体が壁５１上に蓄積することが防止される。また、クエンチ気体は、角度を有するポート７８によって、シリンダの半径に対し一定の角度で接線方向に渦を巻かれてもよい。好適には、チャンバＲ－２０１は、熱損失を減少させるために、熱遮蔽コーティングによって覆われる。

【００２０】

反応チャンバＲ－２０１の第２の実施形態１００を図８，９に示す。この場合、反応チャンバＲ－２０１は４つの部分、すなわち、円筒部分１０２，１０４、上部円錐１０６および下部円錐１０８から構成されており、各部分は、水流の提供される冷却ジャケットを有する。上部板１１０は、トーチ１４０を受け入れるための冷却板１１１および中央通路１１２を有する。冷却環１１４は上部板１１０と円筒１０２との間に提供されている。冷却環１１６は円筒１０２と円筒１０４との間に提供されている。上部円錐上部フランジ１１７は上部円錐１０６と円筒１０４との間に提供されており、上部円錐下部フランジ１１８および下部円錐下部フランジ１１９は上部円錐１０６と下部円錐１０８との間に提供されており、下部円錐下部フランジ１１５は下部円錐１０８より下に提供されている。様々なフランジ間はガスケット１２０によって封止されている。冷却環１１４，１１６は、必要なプロセスパラメータに応じて、クエンチ材料または反応物がプラズマ流に投入されることを可能とする。水、空気、窒素などがクエンチに用いられることが可能である。

【００２１】

図１６には、反応チャンバ１８０における粉体２７の経路を示す。ナノ粒子は、熱シュラウド１６０においてプラズマ気体または酸素と反応し、最初に、空気または気体フランジ２００（図４のディスク７０に相当する）に投入されたクエンチ空気２３によって冷却される。クエンチ空気２３は、上述のように、空気の旋回運動を生じるようにポート７６を通じて角度を有して投入されることが可能であり、また、粒子を冷却するために粒子と混合されるときに出口５５に粒子を収束させるように下向きの角度を有してもよい。ポート７８を通じて投入された「渦空気」２５のカーテンは、上述のように、収集領域の内壁に沿って流れ、粒子のクエンチを行うとともに、その部分の壁上に粉体２７が蓄積することを防止する。部分５４の円錐形の形状によって、出口５５に粒子の流れが向けられる。クエンチ空気が渦を巻くことによって、乱流および逆流が最小となる。クエンチ気体は、アルゴンもしくは窒素または空気であることが可能である。

【００２２】

熱シュラウド１６０，２２０は、チャンバＲ－２０１の上部および下部に取り付けられ、粒子が化学反応を起こし一様な形状を形成するように、熱を反射して粒子へ戻し、プラズマジェットにおける滞留時間を延ばすように機能してもよい。シュラウド２２０は反応チャンバの出口において流れを消す。上部熱シュラウド１６０は、水に冷却された熱シュラウドに対する初期の熱流束が充分に大きいとき、チャンバ１８０の温度制御を補助する。また、上部熱シュラウド１６０は、用途に応じて様々な長さであってよい。化学反応を増加させ、一様な粒子形状のために粒子の熱を増加させるために、熱シュラウド１６０を長くすることによって、クエンチ前の熱流における粒子の滞留時間は増大する。下部に取り付けられた熱シュラウド２２０は、出口気体および粉体のクエンチのために用いられる。熱シュラウド１６０の適切な設計を、図１０の断面に示す。熱シュラウド１６０は、内側の円筒状の本体８６内の気体の流れのために中央の円筒状の通路８１を有する。水入口フランジ８０は水渦巻部８４を通じて、外側シリンダ８８と内側シリンダ８６との間に形成された空間８７へ冷却水を供給し、水出口フランジ８２から出させる。内側シリンダ８８は、セラミック、グラファイト、ジルコニア、イットリア安定化ジルコニア、アルミナジルコニア、カルシア安定化ジルコニア、タングステン、モリブデンおよびステンレス鋼

など、耐熱材料から製造される。内側シリンダがセラミックまたはグラファイトである場合、不活性気体が冷媒として用いられる。内側シリンダが金属である場合、水が冷媒として用いられる。

【００２３】

図２Ａに示すように、出口気体は、コイルを流れる水によって冷却される冷却チャンバ／熱交換器Ｅ－２０１を通じて流れてよい。気体を２５０℃より下まで冷却するために、このステージで稀釈気体が移送配管に投入されてもよい。冷却気体および粉体は、次いで、粉体収集ステージに流れる。分離プロセスを開始するために、９９にてサイクロン装置が提供されてもよい。

【００２４】

粉体収集システム２４０は、バグフィルタの使用、静電分離、膜ろ過、サイクロン、衝撃ろ過、遠心分離、液体サイクロン、熱泳動、磁力分離またはそれらの組み合わせなど、乾式であってもよく、あるいは、粉体が水または油など液体中で収集されてもよい。チャクラダー（Ｃｈａｋｌａｄｅｒ）らの米国特許第５，０７３，１９３号明細書や、ポザルンスキー（Ｐｏｚａｒｎｓｋｙ）の米国特許出願公開第２００３／０１１６２２８号明細書を参照されたい。好適には、バグフィルタＦＧ－３０１など、フィルタカートリッジまたはバッグ式の集塵装置が用いられる。また、大きな粒子または汚染物質を除去するためにサイクロン装置９９が用いられてもよい。サイクロン装置は、円筒状の本体と、収集容器に接続されたダストシュートを備えた円錐とを有する。入ってきた気体は円筒状の本体の周囲を回転する。より重い粒子は旋回風の壁の方へ動かされ、摩擦によって遅くなる。サイクロン装置の下部の円錐によって、粒子が重力によって落下するにつれ粒子を壁に向かわせるように落ちる、遅くする空気が生じる。粒子は下へ滑り、封止されたダストシュートを通じて出る。中性点と呼ばれるサイクロン装置内の点において、回転する清潔な空気は方向を反転し、サイクロン装置の中央を通じて上がり、サイクロン装置の出口を通じて出る。

【００２５】

また、液体収集が、粉体のクエンチを行い、凝集を防止するために用いられてもよい。酸化物は乾式で収集され、酸素の影響を受けやすい材料は湿式環境において収集される。チャンバ設計は、両収集手段を可能としてよい。また、図１１に示すように、多重バグフィルタを金属繊維フリースフィルタおよび冷水と組み合わせて用いてもよい。

【００２６】

重要なプロセスパラメータは、ｉ）プラズマトーチの出力レベルならびに気体流速および気体組成、ｉｉ）前駆物質の供給速度および濃度、ｉｉｉ）霧化気体の流速、ｉｖ）チャンバ温度、ｖ）プラズマ中の粉体の滞留時間、ｖｉ）クエンチ手段である。流れ中の粒子の寸法は、供給材料溶液の濃度、供給材料溶液の供給速度、霧化気体の流速、プラズマ出力または電流およびプラズマ気体の組成を変更することによっても変更される。また、流れ中の粒子の寸法は、クエンチ気体の速度、量、入射角および組成を変更することによって変更される。例えば、粒径８８ｎｍの、イットリア安定化ジルコニア（ＹＳＺ）ナノパウダーを、アルゴン７０％および窒素３０％を含むプラズマ気体を用いて、流速２５０リットル／分、約９．５２５ｍｍ（３／８インチ）のノズル、プラズマトーチにおける電流１２５アンペアで製造した。前駆物質の流速は５０ｍｌ／分であった。また、二流体噴霧器は、約０．３１０ＭＰａ（４５ｐｓｉ）にて８０リットル／分の空気流を提供した。例えば、例えば、粒径９５ｎｍの、イットリア安定化ジルコニア（ＹＳＺ）ナノパウダーを、アルゴン７０％および窒素３０％を含むプラズマ気体を用いて、流速２５０リットル／分、約１．４２９ｃｍ（９／１６インチ）のノズル、プラズマトーチにおける電流１２５アンペアで製造した。前駆物質の流速は１５０ｍｌ／分であった。また、二流体噴霧器は、約０．３１０ＭＰａ（４５ｐｓｉ）にて８０リットル／分の空気流を提供した。

【００２７】

ナノ粒子の寸法および形状は、クエンチ前のプラズマ流中の粒子の滞留時間を制御することによって、変化させることが可能である。滞留時間によって、粒子温度冷却速度や、

粒子の化学反応が完全に進行されるか否かが決まる。滞留時間を変更する一手法は、熱シュラウド１６０および冷却環１１４，１１６の長さの選択、配置、追加または除去による。滞留時間は、トーチ１４０とクエンチ点との間の距離を増大させることによって増大されることが可能である。滞留時間は、トーチ１４０とクエンチ点との間の距離を減少させることによって減少されることが可能である。図４を参照すると、円筒部分５０または５２の長さは、クエンチが発生する場所に応じて変化することが可能である。部分５４は円錐形であるが、部分５０，５２は円筒状であり、必要な反応領域およびクエンチ領域に応じて複数の部分として構成されることが可能である。クエンチまたは反応物投入はそれらのディスク７０または７２の部分の間で発生することが可能であり、反応チャンバの円筒部分の間に追加の環状のディスクが提供されることも可能である。図８を参照すると、所望の滞留時間にしたがって、クエンチまたは反応物投入が冷却環１１４，１１６にて発生してもよく、第３の冷却環が部分１０４，１０６の間に追加されてもよく、さらには、追加された冷却環または冷却環１１６が、例えば、下部円錐１０６の直上の位置に移動されてもよい。また、滞留時間は、プラズマトーチの出力レベルおよび気体消費量ならびに前駆物質供給速度によっても影響を与えられる。

【００２８】

実施例

ＹＳＺ（イットリア安定化ジルコニア）前駆物質を用いて、次のパラメータにより、図３に示す噴霧器を用いて試験を行った。

前駆物質の流速：　４．８　ｍｌ／ｍｉｎ
前駆物質の濃度：　２．６　Ｍ
プラズマパラメータ：
　電流　２００Ａ
　流速　１５０　Ｌ／ｍｉｎ（標準状態）
　Ａｒ（％）　０
　Ｎ２（％）　１００
　Ｈ２（％）　０

製造された粒子の粒径は６．６ｎｍであった。

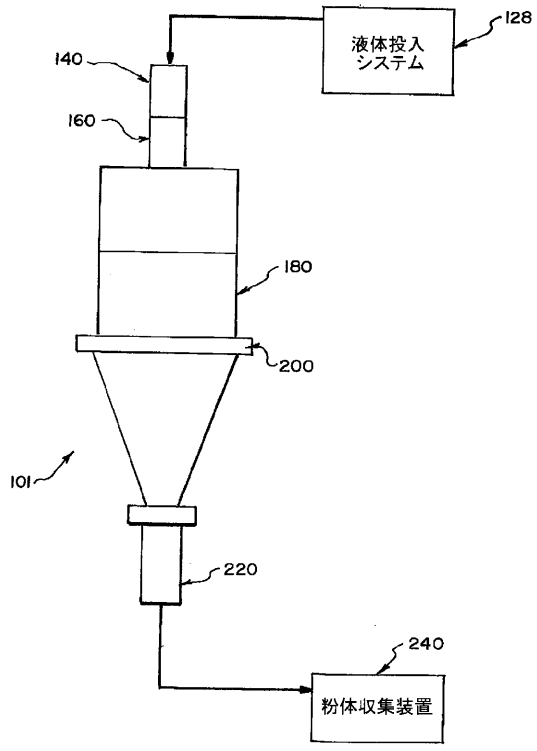
【図面の簡単な説明】

【００２９】

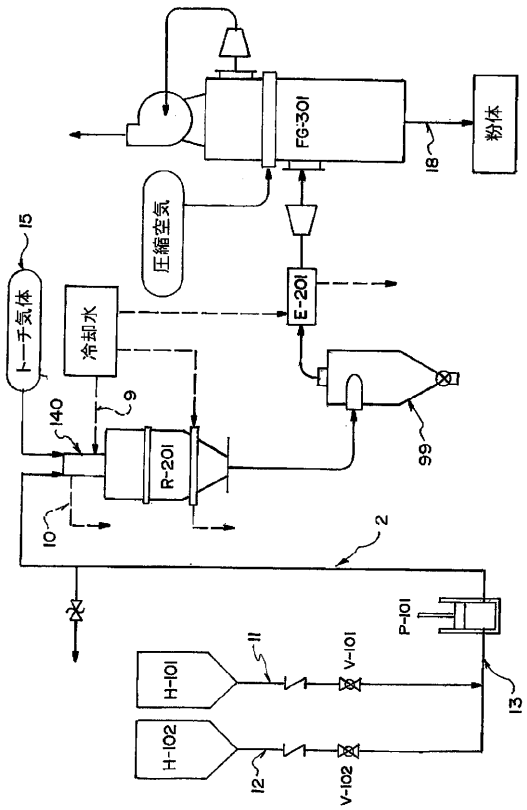
【図１】本発明によって構成される一システムの概略図。
【図２】本発明によって構成される一システムの処理フローチャート。
【図３】本発明において用いられ得る噴霧器の断面図。
【図４】本発明による反応チャンバの平面図。
【図５】図４に示す反応チャンバにおける投入ポートの詳細な断面図。
【図６】本発明において用いられる軸方向投入プラズマトーチの部分分解斜視図。
【図７Ａ】図６のＡ－Ａ線に沿って得られる軸方向投入プラズマトーチの収束領域の背面を示す断面図。
【図７Ａ】図７ＡのＢ－Ｂ線に沿って得られる軸方向投入プラズマトーチの収束領域の断面図。
【図７Ａ】図６のＣ－Ｃ線に沿って得られる軸方向投入プラズマトーチの収束領域の前面を示す断面図。
【図７Ｄ】軸方向投入プラズマトーチの収束領域の側面図。
【図８】本発明による反応チャンバの第２の実施形態の平面図。
【図９】図８に示す反応チャンバの第２の実施形態の分解図。
【図１０】本発明において用いられる熱シュラウドの正面図。
【図１１】粉体収集システムの概略図。
【図１２】本発明において用いられ得る噴霧器のさらなる変形形態におけるノズルの断面図。
【図１３】液体供給装置に取り付けられた図１２のノズルの断面図。

【図１４】トーチの収束部分に取り付けられた図１３の噴霧器の斜視図。
【図１５】図１４に示す噴霧器の断面図。
【図１６】反応チャンバにおける粉体および気体の流れを示す概略図。

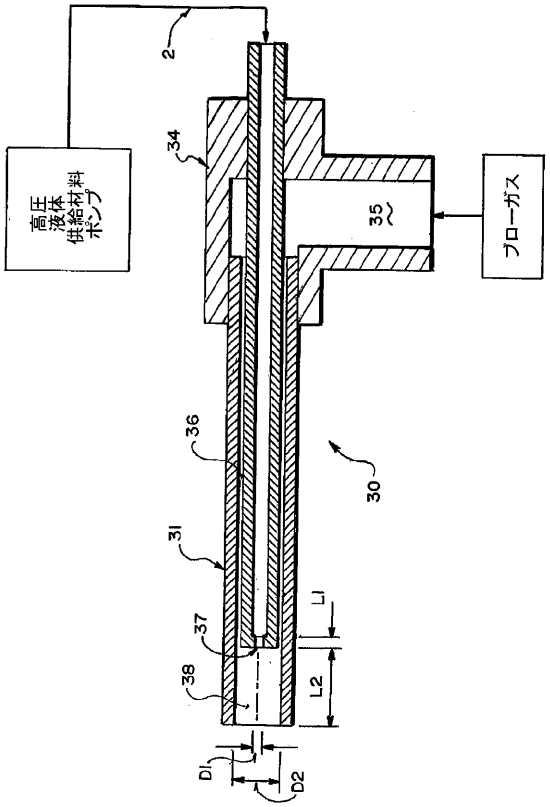
【図１】



【図２】



【図３】



【図４】

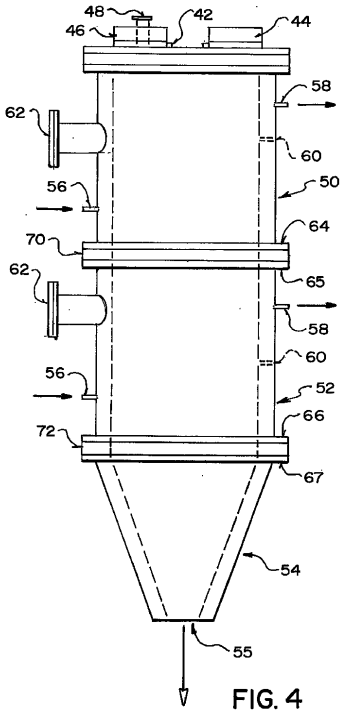


FIG. 4

【図５】

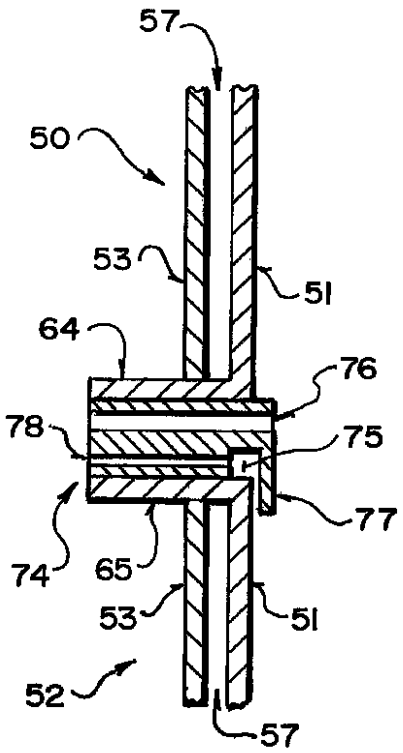


FIG. 5

【図６】

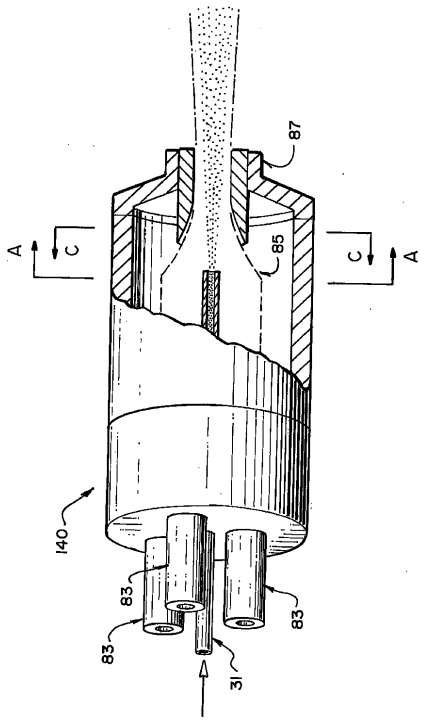


FIG. 6

【図７Ａ】

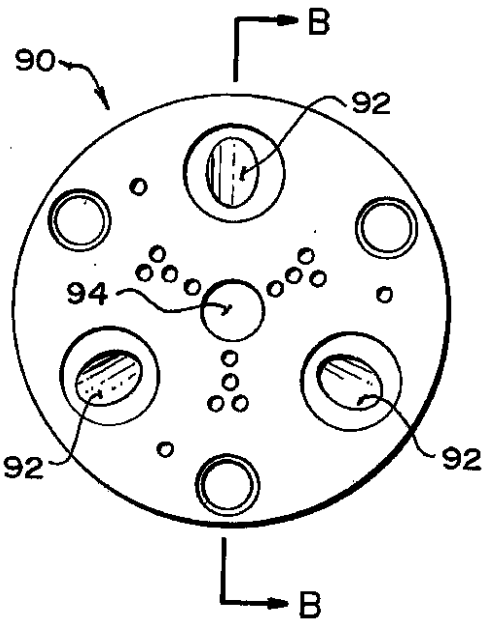


FIG. 7A

【図７Ｂ】

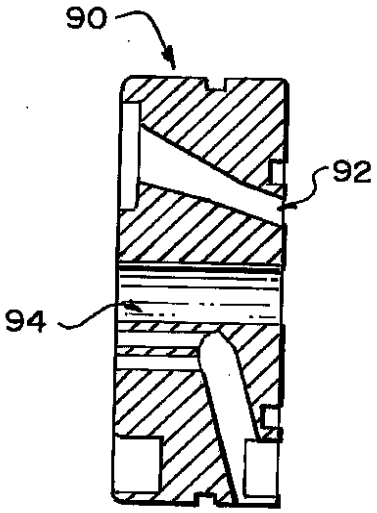


FIG. 7B

【図７Ｃ】

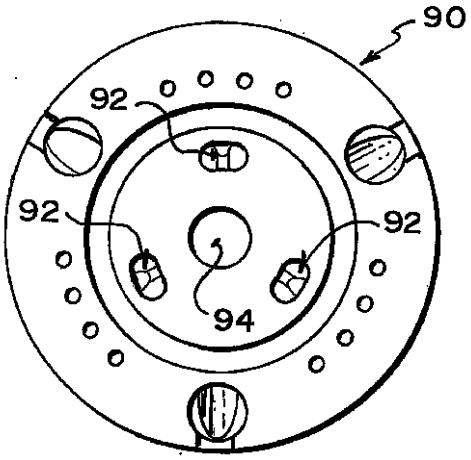


FIG. 7C

【図７Ｄ】

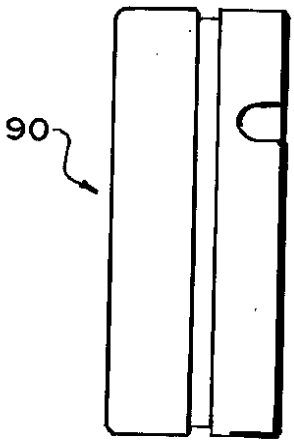


FIG. 7D

【図８】

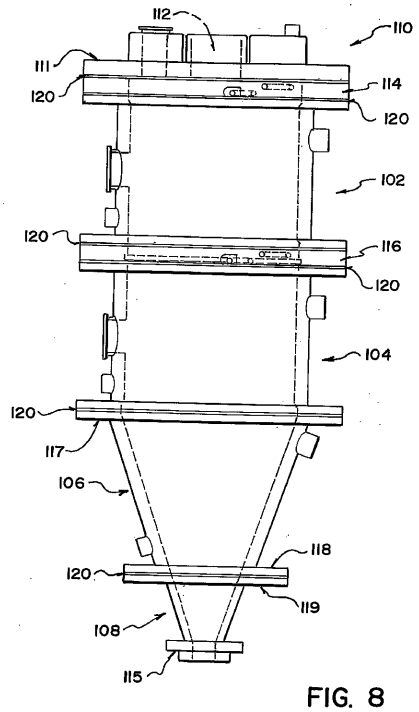


FIG. 8

【図９】

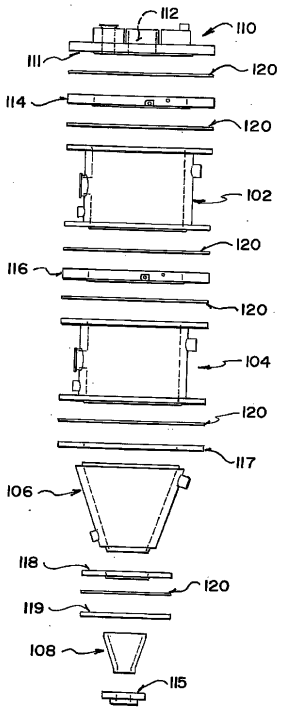
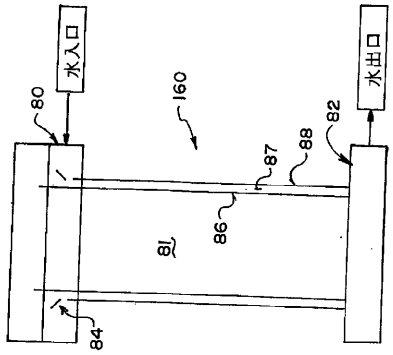
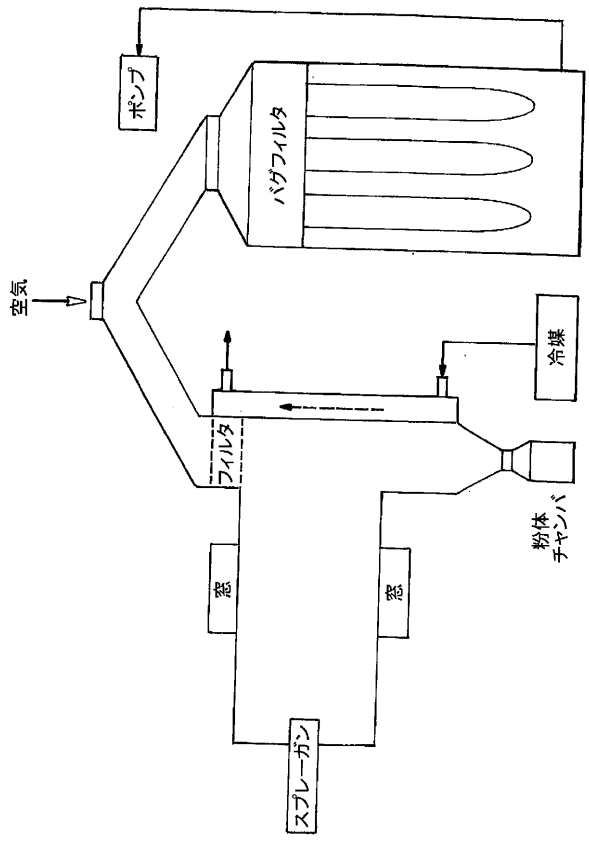


FIG. 9

【図１０】



【図１１】



【図１２】

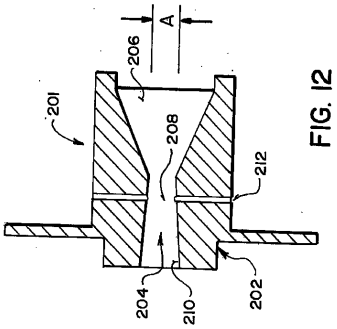


FIG. 12

【図１３】

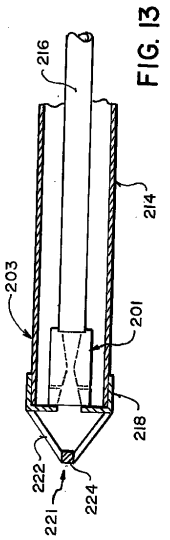


FIG. 13

【図１４】

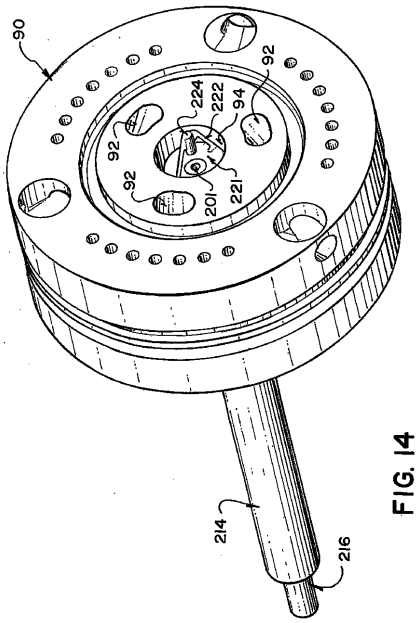


FIG. 14

【図１５】

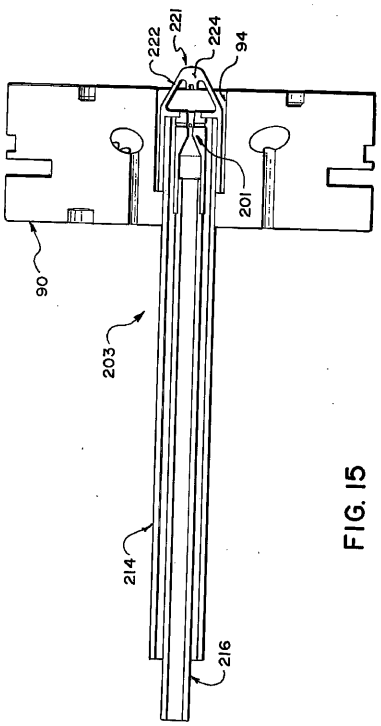
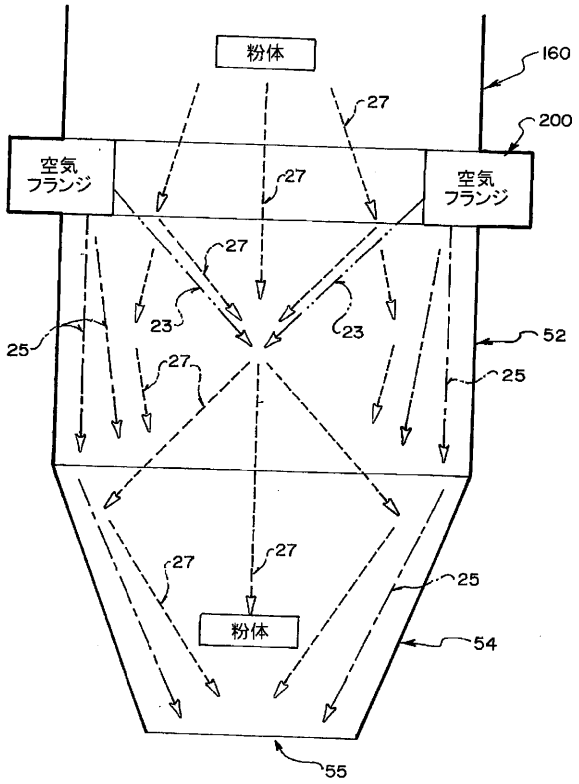


FIG. 15

【図１６】



【手続補正書】
【提出日】平成20年3月7日(2008.3.7)
【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】
ナノパウダーまたはマイクロパウダーを製造する方法であって、
ｉ）収束チャンバを備えた軸方向投入式直流プラズマトーチを提供することと、
ｉｉ）前記プラズマトーチに液体前駆物質を軸方向に投入することと、
ｉｉｉ）前記収束チャンバへの投入前に前記液体前駆物質を霧化することによって、前記トーチによって生成されるプラズマ流において粒子の熱流を形成することと、
ｉｖ）チャンバへ前記粒子の熱流を導入することと、
ｖ）クエンチ位置にて前記チャンバ中へクエンチ気体または液体を導入することと、
ｖｉ）前記粒子の熱流を冷却し、それによって生成した粉体を収集することと、
からなる方法。
【請求項２】
前記クエンチ気体または液体は前記チャンバの半径に対し一定の角度で前記チャンバへ導入され、それによって渦流を形成する請求項１に記載の方法。
【請求項３】
前記クエンチ気体または液体は前記チャンバの壁に沿ったカーテンとして導入されることを含む請求項２に記載の方法。
【請求項４】

前記熱流中の前記粒子の粒子温度冷却速度は、前記トーチと前記クエンチ位置との間に加熱シュラウドを提供することによって変更される請求項１に記載の方法。
【請求項５】
前記クエンチ気体または液体はクエンチ環を通じて前記チャンバへ導入され、前記熱流中の前記粒子の粒子温度冷却速度は、クエンチ環を追加するか取り除くことによって変更される請求項１に記載の方法。
【請求項６】
クエンチを行う前の前記熱流中の前記粒子の粒子温度冷却速度は、トーチとクエンチ位置との間の距離を変更することによって変更される請求項１に記載の方法。
【請求項７】
前記熱流中の前記粒子の滞留時間は、前記トーチと前記クエンチ位置との間に加熱シュラウドを提供することによって変更される請求項１に記載の方法。
【請求項８】
クエンチを行う前の前記熱流中の前記粒子の滞留時間は、トーチとクエンチ位置との間の距離を変更することによって変更される請求項１に記載の方法。
【請求項９】
前記熱流中の前記粒子の寸法は、気体組成、気体流および出力レベルからなる群から選択されるトーチパラメータを変更することによって変更される請求項１に記載の方法。
【請求項１０】
前記熱流中の前記粒子の寸法は、液体投入速度および気体流速からなる群から選択される霧化パラメータを変更することによって変更される請求項１に記載の方法。
【請求項１１】
前記熱流中の前記粒子の寸法は、前記クエンチ気体の速度、量、入射角および組成を変更することによって変更される請求項１に記載の方法。
【請求項１２】
前記クエンチ気体の導入後の前記粒子の熱流の冷却は、移送中に前記熱流に冷却気体流を添加することによって行われる請求項１に記載の方法。
【請求項１３】
前記クエンチ気体または液体は、空気、アルゴン、窒素、二酸化炭素または水からなる群から選択される請求項１に記載の方法。
【請求項１４】
ナノパウダーまたはマイクロパウダーを製造するシステムであって、
ｉ）液体前駆物質を投入するための投入手段と、
ｉｉ）収束チャンバを備えた軸方向投入式直流プラズマ溶射トーチと、
ｉｉｉ）前記収束チャンバへの投入前に前記液体前駆物質を霧化することによって、前記トーチによって生成されるプラズマ流において粒子の熱流を形成するための霧化手段と、
ｉｖ）クエンチ気体を用いた前記粒子の熱流の反応用のチャンバと、
ｖ）クエンチ位置にて前記チャンバに前記クエンチ気体を導入するための手段と、
ｖｉ）それによって生成したナノパウダーまたはマイクロパウダーを収集するための手段と、
を含むシステム。
【請求項１５】
前記チャンバは変更可能な数のチャンバ区分を含む請求項１４に記載のシステム。
【請求項１６】
前記チャンバに前記クエンチ気体を導入するための前記手段は、変更可能な数の気体導入フランジを含む請求項１４に記載のシステム。
【請求項１７】
前記トーチと前記クエンチ位置との間の熱シュラウドを含む請求項１４に記載のシステム。
【請求項１８】

前記熱シュラウドは、
ｉ）高融点金属製の内側シリンダと、
ｉｉ）外側シリンダと、
ｉｉｉ）前記内側シリンダと外側シリンダとの間の空間に提供された水流と、
を含む請求項１７に記載のシステム。
【請求項１９】
前記熱シュラウドは、
ｉ）セラミックまたはグラファイト製の内側シリンダと、
ｉｉ）外側シリンダと、
ｉｉｉ）前記内側シリンダと外側シリンダとの間の空間に提供された不活性気体と、
を含む請求項１７に記載のシステム。
【請求項２０】
前記内側シリンダは、タングステン、モリブデンおよびステンレス鋼からなる群から選択される材料から製造されている請求項１８に記載のシステム。
【請求項２１】
前記内側シリンダは、グラファイト、ジルコニア、イットリア安定化ジルコニア、アルミナジルコニアおよびカルシア安定化ジルコニアからなる群から選択される材料から製造されている請求項１９に記載のシステム。
【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】
ナノパウダーを製造するために、現在では、様々な方法が用いられている。金属酸化物ナノパウダーを製造するために現在用いられている一方法は、乾燥粉砕によって塩マトリクス中でナノ粒子を形成する化学反応を生じさせる、メカノケミカルプロセスである。別の方法には、材料を気化し、続いて急速に凝縮させることで必要な寸法の粒子を製造する、蒸気プロセスが含まれる。特許文献１乃至５には、ナノパウダーを製造するためのプラズマ噴射の使用が開示されている。現在の方法における困難は、凝縮中に凝集しない、一様な小直径の粒子を形成することである。
【手続補正３】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】０００４
【補正方法】変更
【補正の内容】
【０００４】
リャオ（Ｌｉａｏ）らによる特許文献６には、プラズマトーチを用いてナノパウダーを製造する方法が開示されている。この方法には、プラズマトーチのプラズマ収束部分に固体前駆物質を導入すること（固体前駆物質は、プラズマ噴射によって吹き出される前に気化および酸化される）と、気化および酸化された前駆物質を含むプラズマ噴射を、渦状の冷却気体を通じて吹き出すことによりナノパウダーを得ることとが含まれる。
【特許文献１】国際公開第０３／０９７５２１号パンフレット
【特許文献２】国際公開第２００４／０５２７７８号パンフレット
【特許文献３】米国特許出願公開第２００３／０１４３１５３号明細書
【特許文献４】国際公開第２００４／０５６４６１号パンフレット
【特許文献５】国際公開第０２／０８６１７９号パンフレット
【特許文献６】米国特許第７，１２５，５３７号明細書
【手続補正４】
【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】００１０
【補正方法】変更
【補正の内容】
【００１０】
本発明は、ナノ構造を有する燃料電池用途用の熱溶射コーティングにおいて用いられるナノパウダーおよびマイクロパウダーの製造に好適である。この目的における前駆物質液体供給材料は、金属硝酸塩を含む溶液、金属塩化物または他の金属ハロゲン化物の溶液、および有機金属混合物である。用いられるナノ粒子溶液には、金属硝酸塩溶液など、懸濁液中にナノ粒子を含む、アルコールまたは他の有機系溶液が含まれてよい。この金属硝酸塩溶液を酸素と反応させて、金属酸化物セラミックの粉体を製造する。同様に、金属塩化物または他のハロゲン化物系溶液が用いられてもよく、この金属塩化物または他のハロゲン化物溶液を酸素と反応させて、金属酸化物セラミックのナノパウダーを製造する。
【手続補正５】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】００２２
【補正方法】変更
【補正の内容】
【００２２】
熱シュラウド１６０，２２０は、チャンバＲ－２０１の上部および下部に取り付けられ、粒子が化学反応を起こし一様な形状を形成するように、熱を反射して粒子へ戻し、プラズマジェットにおける滞留時間を延ばすように機能してもよい。シュラウド２２０は反応チャンバの出口において流れを消す。上部熱シュラウド１６０は、水に冷却された熱シュラウドに対する初期の熱流束が充分に大きいとき、チャンバ１８０の温度制御を補助する。また、上部熱シュラウド１６０は、用途に応じて様々な長さであってよい。化学反応を増加させ、一様な粒子形状のために粒子の熱を増加させるために、熱シュラウド１６０を長くすることによって、クエンチ前の熱流における粒子の滞留時間は増大する。下部に取り付けられた熱シュラウド２２０は、出口気体および粉体のクエンチのために用いられる。熱シュラウド１６０の適切な設計を、図１０の断面に示す。熱シュラウド１６０は、内側の円筒状の本体８６内の気体の流れのために中央の円筒状の通路８１を有する。水入口フランジ８０は水渦巻部８４を通じて、外側シリンダ８８と内側シリンダ８６との間に形成された空間８７へ冷却水を供給し、水出口フランジ８２から出させる。内側シリンダ８６は、セラミック、グラファイト、ジルコニア、イットリア安定化ジルコニア、アルミナジルコニア、カルシア安定化ジルコニア、タングステン、モリブデンおよびステンレス鋼など、耐熱材料から製造される。内側シリンダがセラミックまたはグラファイトである場合、不活性気体が冷媒として用いられる。内側シリンダが金属である場合、水が冷媒として用いられる。
【手続補正６】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】００２７
【補正方法】変更
【補正の内容】
【００２７】
ナノ粒子の寸法および形状は、クエンチ前のプラズマ流中の粒子の滞留時間を制御することによって、変化させることが可能である。滞留時間によって、粒子温度冷却速度や、粒子の化学反応が完全に進行されるか否かが決まる。滞留時間を変更する一手法は、熱シュラウド１６０および冷却環１１４，１１６の長さの選択、配置、追加または除去による。滞留時間は、トーチ１４０とクエンチ点との間の距離を増大させることによって増大されることが可能である。滞留時間は、トーチ１４０とクエンチ点との間の距離を減少させることによって減少されることが可能である。図４を参照すると、円筒部分５０または５２の長さは、クエンチが発生する場所に応じて変化することが可能である。部分５４は円

錐形であるが、部分５０，５２は円筒状であり、必要な反応領域およびクエンチ領域に応じて複数の部分として構成されることが可能である。クエンチまたは反応物投入はそれらのディスク７０または７２の部分の間で発生することが可能であり、反応チャンバの円筒部分の間に追加の環状のディスクが提供されることも可能である。図８を参照すると、所望の滞留時間にしたがって、クエンチまたは反応物投入が冷却環１１４，１１６にて発生してもよく、第３の冷却環が部分１０４，１０６の間に追加されてもよく、さらには、追加された冷却環または冷却環１１６が、例えば、下部円錐１０８の直上の位置に移動されてもよい。また、滞留時間は、プラズマトーチの出力レベルおよび気体消費量ならびに前駆物質供給速度によっても影響を与えられる。

【手続補正７】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】００２９
【補正方法】変更
【補正の内容】
【００２９】
【図１】本発明によって構成される一システムの概略図。
【図２】本発明によって構成される一システムの処理フローチャート。
【図３】本発明において用いられ得る噴霧器の断面図。
【図４】本発明による反応チャンバの平面図。
【図５】図４に示す反応チャンバにおける投入ポートの詳細な断面図。
【図６】本発明において用いられる軸方向投入プラズマトーチの部分分解斜視図。
【図７Ａ】図６のＡ－Ａ線に沿って得られる軸方向投入プラズマトーチの収束領域の背面を示す断面図。
【図７Ｂ】図７ＡのＢ－Ｂ線に沿って得られる軸方向投入プラズマトーチの収束領域の断面図。
【図７Ｃ】図６のＣ－Ｃ線に沿って得られる軸方向投入プラズマトーチの収束領域の前面を示す断面図。
【図７Ｄ】軸方向投入プラズマトーチの収束領域の側面図。
【図８】本発明による反応チャンバの第２の実施形態の平面図。
【図９】図８に示す反応チャンバの第２の実施形態の分解図。
【図１０】本発明において用いられる熱シュラウドの正面図。
【図１１】粉体収集システムの概略図。
【図１２】本発明において用いられ得る噴霧器のさらなる変形形態におけるノズルの断面図。
【図１３】液体供給装置に取り付けられた図１２のノズルの断面図。
【図１４】トーチの収束部分に取り付けられた図１３の噴霧器の斜視図。
【図１５】図１４に示す噴霧器の断面図。
【図１６】反応チャンバにおける粉体および気体の流れを示す概略図。

【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/CA2007/000514

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
IPC: ***B01J 2/06*** (2006.01) , ***B01J 2/04*** (2006.01) , ***H01J 37/317*** (2006.01) , ***H05H 1/26*** (2006.01)
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
B01J 2/06 (2006.01) , ***B01J 2/04*** (2006.01) , ***H01J 37/317*** (2006.01) , ***H05H 1/26*** (2006.01)

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic database(s) consulted during the international search (name of database(s) and, where practicable, search terms used)
ESP@CENET, Qweb, WEST, Canadian Patent Database

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	CA2481152 (EI DU PONT DE NEMOURS AND COMPANY) 11 March 2005 (11-03-2005) See whole document	1 to 21
Y	WO2004/056461 (EI DU PONT DE NEMOURS AND COMPANY) 8 July 2004 (08-07-2004) See whole document	1 to 21
Y	CA2445169 (TEKNA PLASMA SYSTEMS INC) 31 Oct. 2002 (31-10-2002) See whole document	1 to 21
Y	WO03/097521 (NANO PLASMA CENTER CO LTD.) 27 Nov. 2003 (27-11-2003) See whole document	1 to 21

[ ] Further documents are listed in the continuation of Box C. [X] See patent family annex.

* Special categories of cited documents :
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed
"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
09 July 2007 (09-07-2007)	19 July 2007 (19-07-2007)

Name and mailing address of the ISA/CA	Authorized officer
Canadian Intellectual Property Office Place du Portage I, C114 - 1st Floor, Box PCT 50 Victoria Street Gatineau, Quebec K1A 0C9 Facsimile No.: 001-819-953-2476	Mark Hantke 819- 953-5773

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No.
PCT/CA2007/000514

Patent Document Cited in Search Report	Publication Date	Patent Family Member(s)	Publication Date
CA2481152	11-03-2005	CN1621352 A	01-06-2005
		EP1514845 A1	16-03-2005
		JP2005104830 A	21-04-2005
		KR20050027063 A	17-03-2005
		US2005118094 A1	02-06-2005
WO2004056461	08-07-2004	AU2003293578 A1	14-07-2004
		CA2509516 A1	08-07-2004
		EP1638676 A2	29-03-2006
		JP2006516220T T	29-06-2006
		KR20050085704 A	29-08-2005
		US2006159596 A1	20-07-2006
CA2445169	31-10-2002	AU2003287813 A1	30-06-2004
		CA2507992 A1	24-06-2004
		CN1520383 A	11-08-2004
		CN1745034 A	08-03-2006
		EP1392604 A2	03-03-2004
		EP1567449 A2	31-08-2005
		JP2004527442T T	09-09-2004
		JP2006508885T T	16-03-2006
		KR20050089027 A	07-09-2005
		RU2005121271 A	20-01-2006
		US6994837 B2	07-02-2006
		US2002155059 A1	24-10-2002
		US2005217421 A1	06-10-2005
		WO02086179 A2	31-10-2002
		WO2004052778 A2	24-06-2004
WO03097521	27-11-2003	AU2003208629 A1	02-12-2003
		CN1652996 A	10-08-2005
		JP2005529727T T	06-10-2005
		KR20030089170 A	21-11-2003
		US2005258766 A1	24-11-2005

フロントページの続き

(81)指定国 AP(BW,GH,GM,KE,LS,MW,MZ,NA,SD,SL,SZ,TZ,UG,ZM,ZW),EA(AM,AZ,BY,KG,KZ,MD,RU,TJ,TM),EP(AT,BE,BG,CH,CY,CZ,DE,DK,EE,ES,FI,FR,GB,GR,HU,IE,IS,IT,LT,LU,LV,MC,MT,NL,PL,PT,RO,SE,SI,SK,TR),OA(BF,BJ,CF,CG,CI,CM,GA,GN,GQ,GW,ML,MR,NE,SN,TD,TG),AE,AG,AL,AM,AT,AU,AZ,BA,BB,BG,BH,BR,BW,BY,BZ,CA,CH,CN,CO,CR,CU,CZ,DE,DK,DM,DZ,EC,EE,EG,ES,FI,GB,GD,GE,GH,GM,GT,HN,HR,HU,ID,IL,IN,IS,JP,KE,KG,KM,KN,KP,KR,KZ,LA,LC,LK,LR,LS,LT,LU,LY,MA,MD,MG,MK,MN,MW,MX,MY,MZ,NA,NG,NI,NO,NZ,OM,PG,PH,PL,PT,RO,RS,RU,SC,SD,SE,SG,SK,SL,SM,SV,SY,TJ,TM,TN,TR,TT,TZ,UA,UG,US,UZ,VC,VN,ZA,ZM,ZW

(74)代理人 100149641
弁理士 池上 美穂
(72)発明者 バージェス、アラン ダブリュ.
カナダ国 Ｖ７Ｇ １Ｌ５ ブリティッシュ コロンビア州 ノース バンクーバー フェアウェイ ドライブ ４８６
(72)発明者 ボグダノビッチ、ニキツァ
カナダ国 Ｖ５Ｓ ４Ｒ７ ブリティッシュ コロンビア州 バンクーバー シティ エッジ プレイス ３６５２

Ｆターム(参考) 4G042 DA02 DB10 DB16 DB24 DB35 DC03 DD04 DE15
4G048 AA03 AB01 AD04
4G075 AA27 BA06 CA03 CA15 CA62 CA63 DA02 EB27 EB43 EC01
EC06 EE02 FB02 FB04