

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2009-241025

(P2009-241025A)

(43) 公開日 平成21年10月22日(2009.10.22)

(51) Int.Cl.			F I			テーマコード (参考)		
<b>B 0 1 J</b>	<b>19/00</b>	<b>(2006.01)</b>	B 0 1 J	19/00	N	4 G 0 7 5		
<b>B 2 2 F</b>	<b>9/02</b>	<b>(2006.01)</b>	B 2 2 F	9/02	A	4 K 0 1 7		
<b>B 2 2 F</b>	<b>9/12</b>	<b>(2006.01)</b>	B 2 2 F	9/12	Z			

審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 11 頁)

(21) 出願番号 特願2008-93841 (P2008-93841)  
 (22) 出願日 平成20年3月31日 (2008.3.31)

(71) 出願人 503360115  
 独立行政法人科学技術振興機構  
 東京都千代田区四番町5-3 サイエンス  
 プラザ5F  
 (71) 出願人 304021288  
 国立大学法人長岡技術科学大学  
 新潟県長岡市上富岡町1603-1  
 (74) 代理人 100102299  
 弁理士 芳村 武彦  
 (72) 発明者 石原 知  
 新潟県長岡市新産4-1-9 独立行政法  
 人科学技術振興機構 J S T イノベーション  
 サテライト新潟内

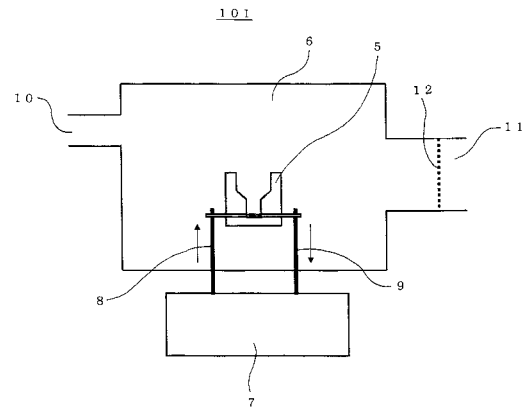
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 微粒子の製造方法

(57) 【要約】

【課題】原料を溶融状態にした後導入放出や落下させることを必要とせずに、細線への加工が困難な物質であっても、高いエネルギー変換効率で経済的に粒径が1 nm ~ 100 μmの微粒子を作製することができるとともに、複数の原料物質を反応させて化合物や合金の微粒子を作製することのできる、微粒子の製造方法を提供する。

【解決手段】容器内に充填した固体物質粉末に通電して加熱することにより該固体物質粉末を溶解・気化し、気化した物質を冷却・凝固して粒径1 nm ~ 100 μmの微粒子を得ることを特徴とする微粒子の製造方法である。



【選択図】 図 1

## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

容器内に充填した固体物質粉末に通電して加熱することにより該固体物質粉末を溶解・気化し、気化した物質を冷却・凝固して粒径  $1 \text{ nm} \sim 100 \text{ }\mu\text{m}$  の微粒子を得ることを特徴とする微粒子の製造方法。

## 【請求項 2】

$1 \text{ kV} \sim 20 \text{ kV}$  のパルス電流を通電することを特徴とする請求項 1 に記載の微粒子の製造方法。

## 【請求項 3】

1 サイクルの通電時間を  $0.1 \text{ }\mu\text{秒} \sim 1 \text{ 秒}$  とすることを特徴とする請求項 1 又は 2 に記載の微粒子の製造方法。

10

## 【請求項 4】

前記固体物質粉末を可燃性のチューブに充填して通電することを特徴とする請求項 1 ~ 3 のいずれかに記載の微粒子の製造方法。

## 【請求項 5】

導電性部材の存在下に前記固体物質粉末に通電することを特徴とする請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の微粒子の製造方法。

## 【請求項 6】

前記固体物質粉末を気化状態の前記固体物質成分と反応性を有する成分を含む雰囲気中で通電加熱して、前記固体物質成分と前記反応性成分の化合物微粒子を得ることを特徴とする請求項 1 ~ 5 のいずれかに記載の微粒子の製造方法。

20

## 【請求項 7】

前記固体物質粉末として 2 種以上の固体物質粉末の混合物を使用して、微粒子の混合物及び / 又は複合体微粒子を得ることを特徴とする請求項 1 ~ 6 のいずれかに記載の微粒子の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、広範囲の化学組成を有する微粒子を作製することができる微粒子の製造方法に関するものである。

30

## 【背景技術】

## 【0002】

固体物質の粒子径が小さくなると比表面積が大きくなるため、焼結性が向上するという特長とともに、表面物性の機能が大きくなる。特に、平均粒径が  $1 \text{ nm} \sim 1 \text{ }\mu\text{m}$  程度の微粒子は、電子材料、磁性材料、光学材料、触媒材料、センサー材料などとして広く応用されている。

このような微粒子の作製方法には、古くから粉碎法が知られているが、一般に機械的粉碎には長時間を要するものが多く、物質によっては機械的な粉碎手法では平均粒径  $1 \text{ }\mu\text{m}$  以下に微粉化することが困難なものがある。また、機械的粉碎により粒子内部の微細構造が変化し、目的とする機能が損なわれるという問題もある。

40

## 【0003】

粉碎法以外の微粒子作製方法として、化学法と物理法が開発されている。

化学法は、目的とする微粒子の構成元素を含む溶液を沈殿、ゲル化などの化学反応を利用して微粒子を作製する方法で、大量の微粒子を作製することができるが、溶媒から不純物元素が混入しやすいという問題点がある。また、化学反応によっては、目的とする相以外の相が残存し、その分離が困難となる場合もある。

## 【0004】

一方、物理法は、原材料を気体状態又はプラズマ状態になるまで加熱し、これをガス雰囲気中で冷却させることによって固体の微粒子を作製する方法で、高純度の微粒子を作製

50

することが可能である。

その加熱方法としては、従来より、レーザー光を用いる加熱方法や高周波加熱法などがあるが、原材料を気体状態に短時間で加熱するためには大型の装置を必要とし、また、電気エネルギーをレーザー光や高周波に変化する際のエネルギー効率は必ずしも高くない。さらに、加熱時に投入されるエネルギーの多くが原材料の加熱以外の熱伝導によって失われるため、エネルギー変換効率が低かった。すなわち、これらの方法では、電気エネルギーを一度レーザー光や高周波のエネルギーに変換し、さらにこれらのエネルギーを原材料の内部に蓄積される熱エネルギーに変換するという二段階のエネルギー変換が必要なため、全体のエネルギー変換効率は低い。

【0005】

このような問題点を解決する高純度微粒子の作製方法として、断面積の小さな細線状の部材に、例えばコンデンサーの放電電流のような、瞬間的に大きな電流を流して直接加熱し、この加熱によって細線状の部材を溶解・気化する手法が最近開発され、細線放電法と称されている（例えば特許文献1、2及び非特許文献1参照）。

この方法では、原材料として細線状の部材を用いることにより、加えられた電気エネルギーが材料自身の電気抵抗によって熱エネルギーに直接変換される。すなわち、電気エネルギーを光エネルギーや高周波電磁エネルギーに変換することなく、材料自身の熱エネルギーに極短時間で変換されるため、レーザー光を用いる加熱方法や高周波加熱法と比較してエネルギー変換効率の高い加熱が可能である。

【特許文献1】特開平10-259407号公報

【特許文献2】特開2005-272897号公報

【非特許文献1】K.Murai, Y. Watanabe, Y. Saito, H. Suematsu, W. Jiang, K. Yatsui, K. B. Shim and K. Niihara, "Preparation of Copper Nanoparticles with an Organic Coating by a Pulsed Wire Discharge Method", J. Ceram. Processing Res., 8 (2007) 114-118.

【0006】

細線放電法は、微粒子作製プロセスとして優れた方法であるが、原料として細線を用いる。一般に直径1mm以下の細線は、線引加工によって工業的に生産されている。硬度が高い、あるいは、脆性であるなどの理由により線引加工ができない物質の細線を作製するためには、特殊なプロセスが必要となるため、高コストとなる。したがって、この方法では、線引加工が可能な物質でなければ、工業的に用いることは経済的に困難である。

これに対し、細線でなく固体粉末を加熱することにより微粒子を作製する方法は知られていたが（特許文献3、4参照）、固体粉末を超音波、ヒーター加熱や高電圧でいったん溶融状態にした後、導入放出、或いは上方から落下させることが必要であった。

【特許文献3】特開2007-084849号公報

【特許文献4】特開2007-321227号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

したがって、本発明はこれら従来技術の問題点を解消して、原料を溶融状態にした後導入放出や落下させることを必要とせずに、細線への加工が困難な物質であっても、高いエネルギー変換効率で経済的に粒径が1nm~100μmの微粒子を作製することができるとともに、複数の原料物質を反応させて化合物や合金の微粒子を作製することのできる、微粒子の製造方法を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0008】

本発明者等は、原料物質として固体粉末を用い、この固体粉末に通電して加熱することによって原料物質を溶解・気化し、この気体状態の物質を冷却・凝固させることによって、高いエネルギー変換効率で粒径が1nm~100μmの微粒子を作製することができることを発見し、本発明を完成させたものである。

10

20

30

40

50

すなわち、本発明は次の 1 ~ 7 の構成を採用するものである。

1 . 容器内に充填した固体物質粉末に通電して加熱することにより該固体物質粉末を溶解・気化し、気化した物質を冷却・凝固して粒径 1 nm ~ 100 μm の微粒子を得ることを特徴とする微粒子の製造方法。

2 . 1 kV ~ 20 kV のパルス電流を通電することを特徴とする 1 に記載の微粒子の製造方法。

3 . 1 サイクルの通電時間を 0.1 μ秒 ~ 1 秒とすることを特徴とする 1 又は 2 に記載の微粒子の製造方法。

4 . 前記固体物質粉末を可燃性のチューブ（好ましくは直線状のチューブ）に充填して通電することを特徴とする 1 ~ 3 のいずれかに記載の微粒子の製造方法。

5 . 導電性部材の存在下に前記固体物質粉末に通電することを特徴とする 1 ~ 4 のいずれかに記載の微粒子の製造方法。

6 . 前記固体物質粉末を気化状態の前記固体物質成分と反応性を有する成分を含む雰囲気中で通電加熱して、前記固体物質成分と前記反応性成分の化合物微粒子を得ることを特徴とする 1 ~ 5 のいずれかに記載の微粒子の製造方法。

7 . 前記固体物質粉末として 2 種以上の固体物質粉末の混合物を使用して、微粒子の混合物及び / 又は複合体微粒子を得ることを特徴とする 1 ~ 6 のいずれかに記載の微粒子の製造方法。

【発明の効果】

【0009】

本発明の製造方法によれば、細線への加工が困難な物質であっても、原料物質として固体粉末を用いることにより、容易に通電して加熱することが可能となり、この加熱及びその後の冷却によって微粒子を高いエネルギー変換効率で作製することができる。また、原料物質として複数の種類の混合粉末を反応させることにより、化合物や合金の微粒子を作製することができる。したがって、広範囲の化学組成を有する微粒子を簡単に作製することが可能となる。また、細線への線引加工が可能な物質であっても、線引加工より粉末作製の方が容易な物質であれば、線引加工工程を用いないことにより、全体の製造コストを低減することが可能となる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0010】

本発明では原料物質として固体粉末を用い、容器内に充填した固体粉末に通電して加熱することによって原料物質を溶解・気化し、この気体状態の物質を冷却・凝固して粒径 1 nm ~ 100 μm の微粒子を作製することを特徴とするものである。

例えば、原料物質となる固体粉末を可燃性のチューブに充填し、これに瞬間的に大電流を通電して加熱する。この加熱によって、固体粉末は溶解、気化し、場合によってはプラズマ化する。続いて、この気化又はプラズマ化した原料成分は膨張・拡散するとともに、急速に冷却される。このとき、空間的に均一に冷却されることによって、凝固し、多数の固体微粒子が形成される。

原料物質の固体粉末が、例えば酸素のような雰囲気中の気体成分と反応を生じるものである場合には、雰囲気中で加熱し、気化又はプラズマ化した状態となった原料物質は、雰囲気中の気体成分と反応して、冷却段階で原料物質と気体成分の化合物の微粒子を生成する。

【0011】

本発明に用いる原料の固体粉末は、特に種類を限定するものではない。ただし、ある程度の導電性を有するものが好ましい。好ましい原料粉末としては、金属又は金属化合物の粉末や、炭素粉末等が挙げられる。

原料の固体粉末の導電性が不十分な場合には、固体粉末と共に例えば導電性の線材のような導電性部材を存在させて固体粉末に通電することにより、固体粉末の気化が可能となる。また、固体粉末と共に例えば導電性の線材のような導電性部材を存在させて固体粉末に通電することにより、固体粉末の成分と導電性部材の成分が反応して、複合体微粒子を

10

20

30

40

50

得ることもできる。原料の固体粉末の粒径は1 nm ~ 3 mm程度のものを使用するが、特に1 nm ~ 1 mm程度のものを使用することが好ましい。3 mmを超える粒径の粉末では、通電による気化が不十分となる可能性がある。一方、粒径1 nm未満の固体粉末を原料として使用することは、不経済である。

本発明に用いる原料の固体粉末として、2種以上の固体物質粉末の混合物を使用することもできる。2種以上の固体物質粉末の混合物に通電することにより、それぞれの固体物質成分からなる微粒子の混合物を作製できる。あるいは、固体物質粉末の混合物の種類によっては、2種以上の該原料成分が反応して、複合体微粒子を作製することができる。ここで、複合体微粒子とは、原料の固体粉末の成分及び雰囲気ガスの成分の全て又は一部からなる2種以上の元素からなる微粒子である。その微細構造としては、複相、固溶体、化合物などの種類を問わない。

10

#### 【0012】

原料となる固体物質粉末に通電する方法は特に限定されるものではないが、原料物質の性状や目的に応じて選択した容器に粉末を充填することによって、粉末全体に通電することが可能となる。好ましい容器としては、耐熱性と絶縁性を有する樹脂及び/又はセラミックスからなる容器に導電性金属等により構成された通電用部材を設けた容器や；ポリオレフィン系樹脂、ポリエステル系樹脂、ポリスチレン系樹脂等の熱可塑性樹脂からなる可燃性のチューブ、特にこれらの樹脂材料からなるフィルムを1軸又は2軸に延伸してなる可燃性の熱収縮性チューブが挙げられる。原料粉末を導電性の低い材料からなるチューブに充填する場合には、例えば金属細線等の導電性部材をチューブの両端部に封入するか、又は導電性部材を粉末を貫通するように封入することによって、原料粉末への導電性を確保することができる。

20

#### 【0013】

本発明の微粒子の製造方法は、雰囲気を制御できるチャンバー内で実施することが好ましい。微粒子作製の段階で化学反応を伴わない場合には不活性雰囲気中で、原料物質を溶解・気化して粉末を製造し、原料物質を例えば酸素のような反応性成分と反応させる場合には、所定のガス雰囲気で実施する等、目的に応じた雰囲気中で本発明を実施することができる。

#### 【0014】

原料粉末の通電には、高電圧のパルス電流を用いることが好ましい。本発明では、電気エネルギーによって原料粉末を急速に加熱するために、粉末に印加する電圧を1 kV以上20 kV以下の高電圧とすることが好ましい。印加する電圧が低いと粉末の気化が不十分となる可能性があり、電圧が高すぎると不経済であるとともに、所定の電気回路外への絶縁破壊を防止するために高度の対策が必要となる。

30

また、本発明の製造方法では、通電加熱される原料粉末自体が電気回路の一部となっており、粉末の通電加熱による粉末の気化及び所定の反応の後には通電が不要である。したがって、1サイクルの通電時間が短かすぎると粉末の気化が不十分となる可能性があり、通電時間が長すぎても不経済であるため、1サイクルの通電時間が0.1 μ秒 ~ 1秒のパルス電流であることが好ましい。

#### 【実施例】

40

#### 【0015】

以下、図面を参照しながら、実施例により本発明をさらに説明するが、以下の具体例は本発明を限定するものではない。

図1及び図2は、本発明の微粒子の製造方法に使用する製造装置の1例を示す模式図であり、図1は装置の基本構成を示す図、そして図2は該装置の粉末充填容器部分の拡大図である。

この装置101は、ガス導入口10及びガス導出口11を設けた雰囲気制御チャンバー6内に、粉末充填容器5及び2本の電極8、9を配設したもので、電極8、9はパルス電流発生器7に接続されている。パルス電流発生器7は、直流高電圧電源、コンデンサー、及び、これらを制御する系統からなり、コンデンサーに直流高電圧を印加して充電した後

50

、両電極 8、9 間に放電することができる。

【0016】

雰囲気チャンバー 6 内には、ガス導入口 10 から所定の雰囲気ガスを導入することができ、ガス導出口 11 から真空ポンプ（図示せず）により雰囲気制御チャンバー 6 内の気体を吸引することができる。ガス導出口 11 には、生成された微粒子を捕捉するフィルター 12 を設けてある。

粉末充填容器 5 は、ポリアミド系樹脂（例えば、日本ポリペンコ社製「MCナイロン（登録商標）」）、ポリイミド樹脂やフッ素樹脂のような絶縁性を有するエンジニアリングプラスチック製素材を図のように加工した容器本体 1 に、横から 2 本のタングステン棒 2、3 を差し込み、原料粉末 4 への通電を可能にした。タングステン棒 2、3 に代えて他の導電性金属棒を使用できることは、言うまでもない。

10

【0017】

（実施例 1）

図 2 の粉末充填容器 5 の中央の凹部に原料固体粉末として、市販の粒径  $50 \mu\text{m}$  以下の  $21.9 \text{ mg}$  の TiN 粉末 4 を充填し、上から丸棒で加圧して圧粉した。

TiN 粉末 4 を充填した粉末充填容器 5 の各タングステン棒 2、3 を、雰囲気制御チャンバー 6 内の電極 8、9 にそれぞれ接続し、チャンバー 6 内を窒素雰囲気に置換した。パルス電流発生器 7 の  $20 \mu\text{F}$  のコンデンサーに  $6 \text{ kV}$  の電圧を印加して充電した後、電極 8、9 の端子に放電した。この放電により、粉末充填容器内の TiN 粉末 4 は気化した。

雰囲気制御チャンバー 6 内に生成した粒子をメンブレンフィルター 12 に吸引して回収したところ、 $4.0 \text{ mg}$  の黒色粉末が回収できた。回収した粉末を透過電子顕微鏡で観察した結果を図 3 に示す。図 3 にみられるように、ほとんどの粒子は概ね立方体形状であり、粒径が数 nm 程度から  $100 \text{ nm}$  程度であった。

20

また、回収した粉末を X 線回折により評価した結果を原料粉末と比較して図 4 に示す。回収した粉末の X 線回折結果（図 4 下）は、原料粉末（図 4 上）と同様の回折角において回折ピークを示している。すなわち、作製された粉末も、原料粉末と同様に立方晶の TiN 相からなることが示された。この結果は、金属細線ではなく固体物質粉末であっても、通電により微粒子が作製できることを示している。

【0018】

図 5 は、本発明の微粒子の製造方法に使用する製造装置の他の例を示す模式図である。

30

この装置 102 では、図 1 の粉末充填容器 5 に代えて、可燃性の熱可塑性樹脂からなる熱収縮性チューブ 13 を使用し、チューブ 13 内に原料粉末を充填したものである。装置 102 の他の構成は図 1 の装置 101 と同様である。

（実施例 2）

原料固体粉末として、市販の粒径  $150 \mu\text{m}$  以下の純 Al 粉末を用い、内径  $1.6 \text{ mm}$  のポリオレフィン系樹脂製の熱収縮チューブを長さ  $3 \text{ cm}$  程度に切断し、 $16.5 \text{ mg}$  の純 Al 粉末を充填後、熱収縮チューブ全体を加熱して収縮させた。さらに、熱収縮チューブ両端を加熱、圧迫して密封した。その際、内部の粉末と電極の間の導電性を確保するために、熱収縮チューブ 13 の両端部に径  $0.2 \text{ mm}$  の純 Al のワイヤー片を挟み込んで封じた。

40

図 5 の製造装置 102 の雰囲気制御チャンバー 6 内の両電極 8、9 間に粉末を封入した熱収縮チューブ 13 を固定し、大気雰囲気において、パルス電流発生器 7 の  $20 \mu\text{F}$  のコンデンサーに  $6 \text{ kV}$  の電圧を印加して充電した後、電極 8、9 の端子に放電した。この放電により、両電極 8、9 間の熱収縮チューブ 13 とともに Al 粉末は気化した。なお、電極端子に接続された熱収縮チューブの両端部及びチューブ内に挟み込んだ Al のワイヤー片は、残存していた。

雰囲気制御チャンバー 6 内に生成した粒子をメンブレンフィルター 12 に吸引して回収したところ、 $21.0 \text{ mg}$  の白色粉末が回収できた。これは、Al の酸化による  $\text{Al}_2\text{O}_3$  の生成における重量増加の理論値に対し、 $67.4\%$  の回収率となる。回収した粉末を透過電子顕微鏡で観察した結果を図 6 に示す。図 6 にみられるように、ほとんどの粒子は

50

ほぼ球状であり、それらの粒径は数nm程度から100nm程度であった。また、回収した粉末をX線回折により評価した結果を原料粉末と比較して図7に示す。回収した粉末のX線回折結果(図7下)は、原料粉末(図7上)と異なり、 $\gamma$ - $Al_2O_3$ 相及び $\alpha$ - $Al_2O_3$ 相からなることが示された。この結果は、Al粉末が通電により気化した際に、雰囲気中の酸素と反応し、酸化物微粒子を形成したことを示している。

#### 【0019】

##### (実施例3)

実施例2において、原料として市販の粒径10 $\mu$ m以下の純Si粉末18.5mgを用いた。実施例2と同様の熱収縮チューブに径0.2mmの純Alのワイヤーを1本、貫通するように挿入し、ついで18.5mgの純Si粉末を充填し、熱収縮チューブ全体を加熱して収縮させ、さらにチューブ両端を加熱、圧迫して密封した。

実施例2で使用した製造装置102の両電極8、9間に粉末を封入した熱収縮チューブ13を固定し、窒素雰囲気に置換した。パルス電流発生器の20 $\mu$ Fのコンデンサーに6kVの電圧を印加して充電した後、電極端子に放電した。この放電により、両電極8、9間の熱収縮チューブ13及びその内部の純AlワイヤーとともにSi粉末は気化した。なお、電極端子に接続されていた熱収縮チューブ13の両端部は残存していた。

雰囲気制御チャンバー6内に生成した粒子をメンブレンフィルター12に吸引して回収したところ、9.1mgの黒色粉末が回収できた。回収した粉末を透過電子顕微鏡で観察した結果を図8に示す。図8にみられるように、観察されたほとんどの粒子はほぼ球状であり、それらの粒径が数nm程度から100nm程度であった。また、回収した粉末をX線回折により評価した結果を原料粉末と比較して図9に示す。回収した粉末のX線回折結果(図9下)は、原料粉末(図9上)と同様の回折角において回折ピークを示している。すなわち、作製された粉末も、原料粉末と同様にSi相からなることが示された。この結果は、導電性が低いSi粉末を原料としても、他の金属細線とともに熱収縮チューブに充填することにより、通電が可能となり、微粒子が作製できることを示している。

#### 【0020】

##### (実施例4)

原料固体物質粉末として、実施例2と同様の純Al粉末および純Ni(ニッケル)粉末(粒径10 $\mu$ m以下:市販品)を用いた。AlとNiのモル比が1:1となるように秤量して混合した。実施例2と同様の熱収縮チューブに、35.7mgのAl-Ni混合粉末を充填し、熱収縮チューブ両端を加熱、圧迫して封じた。その際、内部の混合粉末と電極の間の導電性を確保するために、純Alのワイヤー片を挟み込んで密封した。

実施例2で使用した製造装置102の両電極8、9間に粉末を封入した熱収縮チューブ13を固定し、窒素雰囲気に置換した。パルス電流発生器の20 $\mu$ Fのコンデンサーに6kVの電圧を印加して充電した後、電極端子に放電した。この放電により、両電極間の熱収縮チューブとともにAl-Ni混合粉末は気化した。なお、電極端子に接続されていた熱収縮チューブの両端部及び挟み込んだAlのワイヤー片は残存していた。

雰囲気制御チャンバー6内に生成した粒子をメンブレンフィルター12に吸引して回収したところ、17.5mgの黒色粉末が回収できた。回収した粉末を透過電子顕微鏡で観察した結果を図10に示す。図10にみられるように、多くの粒子はほぼ球状または幾分偏平した球状であり、それらの粒径は数nm程度から100nm程度であった。回収した粉末をX線回折により評価した結果を原料粉末と比較して図11に示す。回収された粉末のX線回折結果(図11下)は、原料として用いたAl粉末(図11上)及びNi粉末(図11中)と異なり、AlNi化合物相からなることが示された。すなわち、Al粉末及びNi粉末が通電により気化した際に、互いに反応し、AlNi化合物微粒子を形成したことを示している。この結果は、2種以上の固体物質粉末の混合物を熱収縮チューブに充填して通電することにより、原料成分が反応して化合物微粒子が作製できることを示している。

#### 【図面の簡単な説明】

#### 【0021】

10

20

30

40

50

【図 1】本発明の微粒子の製造方法に使用する製造装置の 1 例を示す模式図で、装置の基本構成を示す図である。

【図 2】図 1 の装置の粉末充填容器部分の拡大図である。

【図 3】実施例 1 で得られた微粒子粉末の透過電子顕微鏡による映像である。

【図 4】実施例 1 で得られた微粒子粉末の X 線回折図である。(回折ピークの印は Ti N 相による回折を示す。)

【図 5】本発明の微粒子の製造方法に使用する製造装置の他の例を示す模式図である。

【図 6】実施例 2 で得られた微粒子粉末の透過電子顕微鏡による映像である。

【図 7】実施例 2 で得られた微粒子粉末の X 線回折図である。(回折ピークの印は Al 相、印は  $-Al_2O_3$  相、印は  $-Al_2O_3$  相による回折を示す。)

10

【図 8】実施例 3 で得られた微粒子粉末の透過電子顕微鏡による映像である。

【図 9】実施例 3 で得られた微粒子粉末の X 線回折図である。(回折ピークの印は Si 相による回折を示す。)

【図 10】実施例 4 で得られた微粒子粉末の透過電子顕微鏡による映像である。

【図 11】実施例 4 で得られた微粒子粉末の X 線回折図である。(回折ピークの印は Al 相、印は Ni 相、印は Al Ni 化合物相による回折を示す。)

【符号の説明】

【0022】

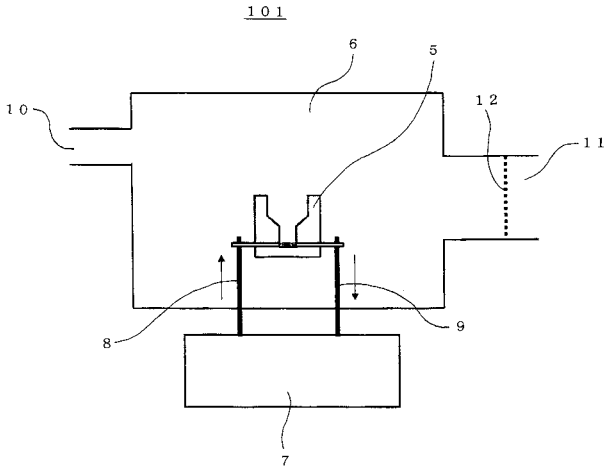
1	粉末充填容器本体
2、3	タングステン棒
4	原料粉末
5	粉末充填容器
6	雰囲気制御チャンバー
7	パルス電流発生器
8、9	電極
10	ガス導入口
11	ガス導出口
12	フィルター
13	熱収縮性チューブ
101, 102	粉末製造装置

20

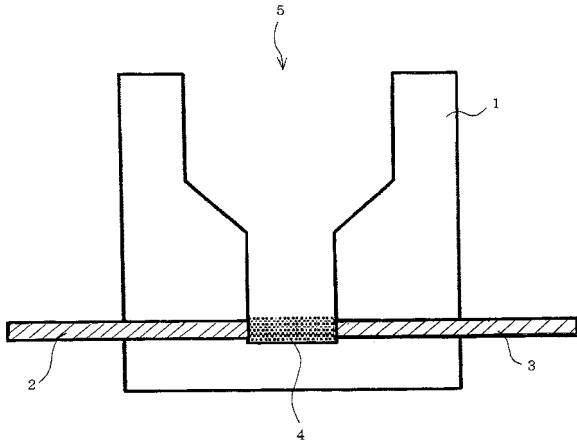
30



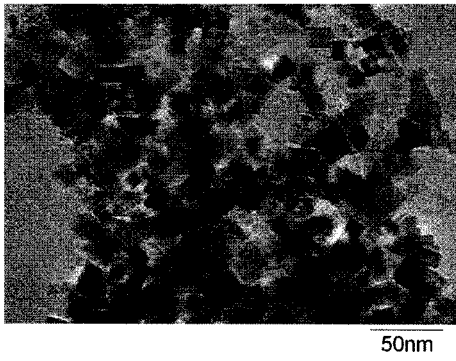
【 図 1 】



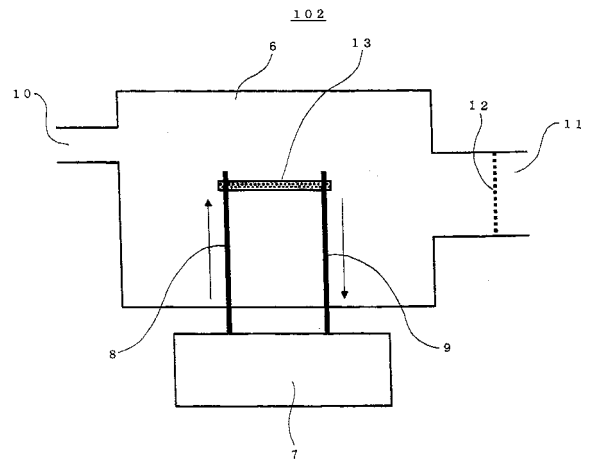
【 図 2 】



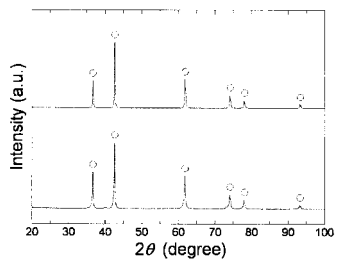
【 図 3 】



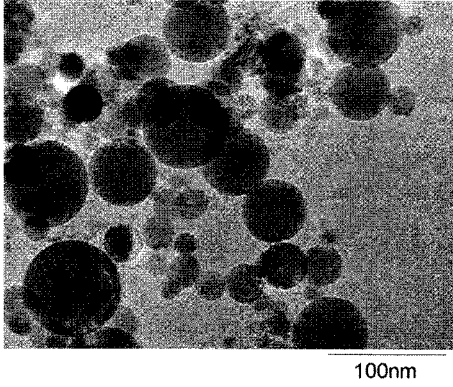
【 図 5 】



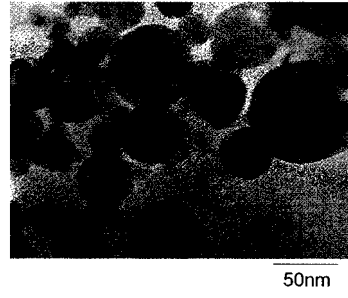
【 図 4 】



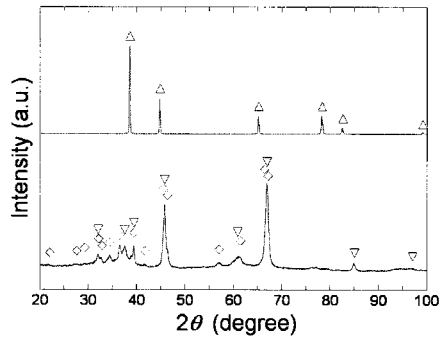
【 図 6 】



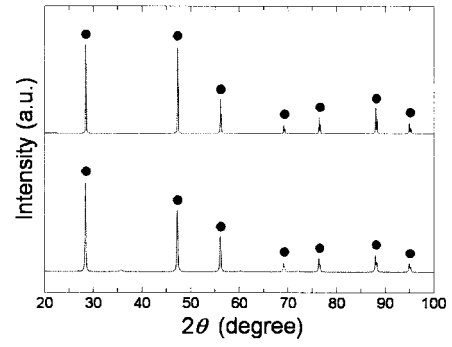
【 図 8 】



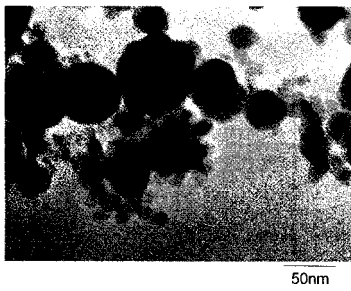
【 図 7 】



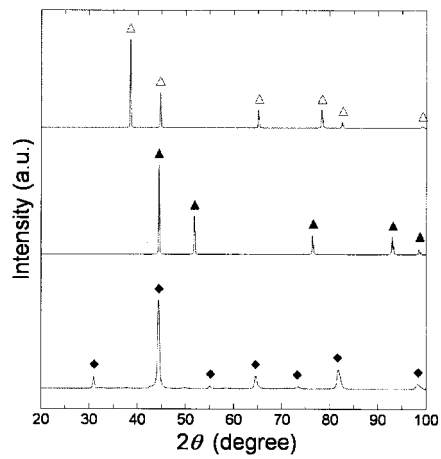
【 図 9 】



【 図 1 0 】



【 図 1 1 】



## フロントページの続き

- (72)発明者 新原 皓 一  
新潟県長岡市上富岡町 1 6 0 3 - 1 国立大学法人長岡技術科学大学内
- (72)発明者 末松 久幸  
新潟県長岡市上富岡町 1 6 0 3 - 1 国立大学法人長岡技術科学大学内
- (72)発明者 鈴木 常生  
新潟県長岡市上富岡町 1 6 0 3 - 1 国立大学法人長岡技術科学大学内
- (72)発明者 中山 忠親  
新潟県長岡市上富岡町 1 6 0 3 - 1 国立大学法人長岡技術科学大学内
- (72)発明者 諏訪 浩司  
新潟県長岡市上富岡町 1 6 0 3 - 1 国立大学法人長岡技術科学大学内
- Fターム(参考) 4G075 AA27 BA10 BB02 BB03 BB10 CA02 CA03 CA13 CA62 DA02  
DA18 EB01 EB21 FC11 FC20  
4K017 AA03 AA04 BA01 BA03 BA09 BA10 BB01 BB06 CA07 CA08  
DA01 DA02 DA09 EG04