

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5800409号
(P5800409)

(45) 発行日 平成27年10月28日 (2015. 10. 28)

(24) 登録日 平成27年9月4日 (2015. 9. 4)

(51) Int. Cl.		F I	
C09K 11/67	(2006.01)	C09K 11/67	
C09K 11/59	(2006.01)	C09K 11/59	
C09K 11/08	(2006.01)	C09K 11/08	G
H05B 33/14	(2006.01)	H05B 33/14	Z

請求項の数 7 (全 11 頁)

(21) 出願番号	特願2010-82905 (P2010-82905)	(73) 特許権者	504136568
(22) 出願日	平成22年3月31日 (2010. 3. 31)		国立大学法人広島大学
(65) 公開番号	特開2011-213848 (P2011-213848A)		広島県東広島市鏡山1丁目3番2号
(43) 公開日	平成23年10月27日 (2011. 10. 27)	(74) 代理人	100104444
審査請求日	平成25年3月22日 (2013. 3. 22)		弁理士 上羽 秀敏
前置審査		(74) 代理人	100112715
			弁理士 松山 隆夫
		(74) 代理人	100125704
			弁理士 坂根 剛
		(74) 代理人	100120662
			弁理士 川上 桂子
		(72) 発明者	齋藤 健一
			広島県東広島市鏡山一丁目3番1号 国立 大学法人広島大学自然科学研究支援開発セ ンター内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ナノ粒子の製造方法、それを用いた発光粉体の製造方法および発光粉体の製造方法を用いた発光素子の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

球形状からなり、かつ、所望の直径を有するボールと、酸化ジルコニウムの粉体またはシリコンの粉体とを略1：1の比で容器内に入れる第1の工程と、

メタノールを前記容器内に入れる第2の工程と、

前記容器を1000rpmよりも速い回転速度で自転および公転させる第3の工程と、

所望の時間が経過すると、前記自転および前記公転を停止する第4の工程とを備え、

前記第1の工程から前記第4の工程を用いて製造されたナノ粒子の発光強度は、ミリングしないで製造されたナノ粒子の発光強度よりも大きい、ナノ粒子の製造方法。

【請求項2】

前記第1の工程において、第1のサイズを有する前記ナノ粒子を製造するとき、第1の値からなる直径を有するボールが前記容器内に設定され、前記第1のサイズよりも小さい第2のサイズを有する前記ナノ粒子を製造するとき、前記第1の値よりも小さい第2の値からなる直径を有するボールが前記容器内に設定される、請求項1に記載のナノ粒子の製造方法。

【請求項3】

前記第4の工程において、前記所望の時間は、第1のサイズを有する前記ナノ粒子を製造するとき、第1の時間に設定され、前記第1のサイズよりも小さい第2のサイズを有する前記ナノ粒子を製造するとき、前記第1の時間よりも長い第2の時間に設定される、請求項1に記載のナノ粒子の製造方法。

【請求項 4】

酸化ジルコニウムまたはシリコンからなるナノ粒子と導電性高分子とを含む発光粉体の製造方法であって、

球形状からなり、かつ、所望の直径を有するボールと、酸化ジルコニウムの粉体またはシリコンの粉体とを略 1 : 1 の比で容器内に入れる第 1 の工程と、

導電性高分子を前記容器内に入れる第 2 の工程と、

メタノールを前記容器内に入れる第 3 の工程と、

前記容器を 1 0 0 0 r p m よりも速い回転速度で自転および公転させる第 4 の工程と、

所望の時間が経過すると、前記自転および前記公転を停止する第 5 の工程と、

前記容器内の発光粉体と前記ボールとを分離する第 6 の工程と、

前記分離された発光粉体を所望の形状に成形する第 7 の工程とを備え、

前記第 1 の工程から前記第 7 の工程を用いて製造された発光粉体の発光強度は、ミリングしないで製造された発光粉体の発光強度よりも大きい、発光粉体の製造方法。

10

【請求項 5】

前記第 1 の工程において、第 1 のサイズを有する前記ナノ粒子を製造するとき、第 1 の値からなる直径を有するボールが前記容器内に設定され、前記第 1 のサイズよりも小さい第 2 のサイズを有する前記ナノ粒子を製造するとき、前記第 1 の値よりも小さい第 2 の値からなる直径を有するボールが前記容器内に設定される、請求項 4 に記載の発光粉体の製造方法。

【請求項 6】

前記第 5 の工程において、前記所望の時間は、第 1 のサイズを有する前記ナノ粒子を製造するとき、第 1 の時間に設定され、前記第 1 のサイズよりも小さい第 2 のサイズを有する前記ナノ粒子を製造するとき、前記第 1 の時間よりも長い第 2 の時間に設定される、請求項 4 に記載の発光粉体の製造方法。

20

【請求項 7】

請求項 4 から請求項 6 のいずれか 1 項に記載の製造方法によって所望の形状に成形された発光粉体を製造する工程と、

前記発光粉体の一方側の表面に第 1 の電極を形成する工程と、

前記発光粉体の他方側の表面に第 2 の電極を形成する工程とを備える発光素子の製造方法。

30

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

この発明は、ナノ粒子の製造方法、それを用いた発光粉体の製造方法および発光粉体の製造方法によって製造された発光粉体を用いた発光素子に関するものである。

【背景技術】

【0002】

従来、遊星型ボールミルを用いたナノ粒子の製造方法が知られている（非特許文献 1）。従来のナノ粒子の製造方法は、ボールと出発材料とを容器に入れ、容器を数百 r p m の回転速度で自転および公転させてナノ粒子を製造する。

40

【先行技術文献】

【非特許文献】

【0003】

【非特許文献 1】Maller Ray, Samata Sarkar, NilRatan Bandyopadhyay, Syed Minhaz Hossain, and Ashit Kumar Pramanick, "Silicon and silicon oxide core-shell nanoparticles: Structural and photoluminescence characteristics," JOURNAL OF APPLIED PHYSICS 105, 074301 (2009).

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

50

しかし、従来の製造方法で製造されたナノ粒子は、発光強度が低いという問題がある。

【0005】

そこで、この発明は、かかる問題を解決するためになされたものであり、その目的は、発光強度を強くできるナノ粒子の製造方法を提供することである。

【0006】

また、この発明の別の目的は、発光強度を強くできるナノ粒子の製造方法を用いた発光粉体の製造方法を提供することである。

【0007】

更に、この発明の別の目的は、発光粉体の製造方法によって製造された発光粉体を用いた発光素子を提供することである。

10

【課題を解決するための手段】

【0008】

この発明の実施の形態によれば、ナノ粒子の製造方法は、球形状からなり、かつ、所望の直径を有するボールと、酸化ジルコニウムの粉体またはシリコンの粉体とを略1：1の比で容器内に入れる第1の工程と、メタノールを容器内に入れる第2の工程と、容器を1000rpmよりも速い回転速度で自転および公転させる第3の工程と、所望の時間が経過すると、自転および公転を停止する第4の工程とを備える。

【0009】

好ましくは、第1の工程において、第1のサイズを有するナノ粒子を製造するとき、第1の値からなる直径を有するボールが容器内に設定され、第1のサイズよりも小さい第2のサイズを有するナノ粒子を製造するとき、第1の値よりも小さい第2の値からなる直径を有するボールが容器内に設定される。

20

【0010】

好ましくは、第4の工程において、所望の時間は、第1のサイズを有するナノ粒子を製造するとき、第1の時間に設定され、第1のサイズよりも小さい第2のサイズを有するナノ粒子を製造するとき、第1の時間よりも長い第2の時間に設定される。

【0011】

また、この発明の実施の形態によれば、発光粉体の製造方法は、酸化ジルコニウムまたはシリコンからなるナノ粒子と導電性高分子とを含む発光粉体の製造方法であって、球形状からなり、かつ、所望の直径を有するボールと、酸化ジルコニウムの粉体またはシリコンの粉体とを略1：1の比で容器内に入れる第1の工程と、導電性高分子を容器内に入れる第2の工程と、メタノールを容器内に入れる第3の工程と、容器を1000rpmよりも速い回転速度で自転および公転させる第4の工程と、所望の時間が経過すると、自転および公転を停止する第5の工程と、容器内の発光粉体とボールとを分離する第6の工程と、分離された発光粉体を所望の形状に成形する第7の工程とを備える。

30

【0012】

好ましくは、第1の工程において、第1のサイズを有するナノ粒子を製造するとき、第1の値からなる直径を有するボールが容器内に設定され、第1のサイズよりも小さい第2のサイズを有するナノ粒子を製造するとき、第1の値よりも小さい第2の値からなる直径を有するボールが容器内に設定される。

40

【0013】

好ましくは、第5の工程において、所望の時間は、第1のサイズを有するナノ粒子を製造するとき、第1の時間に設定され、第1のサイズよりも小さい第2のサイズを有するナノ粒子を製造するとき、第1の時間よりも長い第2の時間に設定される。

【0014】

更に、この発明の実施の形態によれば、発光素子は、発光粉体と、第1および第2の電極とを備える。発光粉体は、請求項4から請求項6のいずれか1項に記載の製造方法によって製造され、かつ、所望の形状に成形される。第1の電極は、発光粉体の一方側の表面に形成され、第2の電極は、発光粉体の他方側の表面に形成される。

【発明の効果】

50

【0015】

この発明の実施の形態によれば、ナノ粒子は、ボールと、酸化ジルコニウムの粉体またはシリコン粉体と、メタノールとが入れられた容器を1000rpmよりも速い回転速度で自転および公転させて製造される。その結果、酸化ジルコニウムの粉体またはシリコン粉体は、強い衝撃力によって粉碎され、欠陥が多いナノ粒子が製造される。

【0016】

従って、ナノ粒子の発光強度を強くできる。

【図面の簡単な説明】

【0017】

【図1】この発明の実施の形態における遊星型ボールミルの斜視図である。

10

【図2】図1に示す回転盤および容器の平面図である。

【図3】この発明の実施の形態によるナノ粒子の製造方法を示す工程図である。

【図4】フォトルミネッセンスの発光強度と波長との関係を示す図である。

【図5】フォトルミネッセンスの発光強度と波長との他の関係を示す図である。

【図6】この発明の実施の形態による発光粉体の断面図である。

【図7】この発明の実施の形態による発光素子の断面図である。

【図8】図6に示す発光粉体の製造方法を示す工程図である。

【発明を実施するための形態】

【0018】

本発明の実施の形態について図面を参照しながら詳細に説明する。なお、図中同一または相当部分には同一符号を付してその説明は繰返さない。

20

【0019】

図1は、この発明の実施の形態における遊星型ボールミルの斜視図である。図1を参照して、遊星型ボールミル10は、本体部1と、制御部2と、回転盤3と、容器4とを備える。なお、遊星型ボールミル10は、フリッチュ社製のpremium line 7である。

【0020】

制御部2は、本体部1の一方端側において本体部1上に配置される。そして、制御部2は、タッチパネル方式の操作パネル21を有する。

【0021】

30

回転盤3は、本体部1の空間11内に配置される。そして、回転盤3は、例えば、時計回りに所望の回転速度で回転する。

【0022】

容器4は、回転盤3上に設置される。また、容器4は、回転盤3に着脱可能になっている。そして、容器4は、例えば、半時計回りに所望の回転速度で回転する。

【0023】

容器4は、ナノ粒子を製造するための原料と、原料を粉碎するためのボールと、溶媒とを入れるための容器である。

【0024】

図1においては、図示されていないが、回転盤3および容器4を回転させるためのモータが回転盤3の下側の本体部1内に内蔵されている。

40

【0025】

操作パネル21は、遊星型ボールミル10の操作者から回転盤3の回転速度(=公転の回転速度 V_{rev})と容器4の回転速度(=自転の回転速度 V_{rot})とを受け付ける。そして、操作パネル21は、その受け付けた回転速度 V_{rev} 、 V_{rot} をモータへ出力する。

【0026】

そうすると、モータは、回転盤3および容器4をそれぞれ回転速度 V_{rev} 、 V_{rot} で回転させる。

【0027】

50

そして、所望の時間が経過すると、操作パネル 21 は、回転盤 3 および容器 4 の回転を停止させるための停止指示を操作者から受け付けると、モータを停止させる。

【0028】

このように、回転盤 3 および容器 4 がそれぞれ回転速度 V_{rev} 、 V_{rot} で回転すると、容器 4 は、回転速度 V_{rev} で公転し、回転速度 V_{rot} で自転する。そして、公転の方向は、自転の方向と逆方向である。

【0029】

図 2 は、図 1 に示す回転盤 3 および容器 4 の平面図である。図 2 を参照して、回転盤 3 は、時計回りに回転速度 V_{rev} で回転し、容器 4 は、半時計回りに回転速度 V_{rot} で回転する。

10

【0030】

そうすると、遠心力 F_{ct1} が回転盤 3 の回転 (= 公転) によって発生し、遠心力 F_{ct2} が容器 4 の回転 (= 自転) によって発生する。そして、遠心力 F_{ct1} と遠心力 F_{ct2} とが複合した重力 F が容器 4 内で発生する。

【0031】

その結果、容器 4 内に入れられた原料 (図示せず) は、重力 F によってボール 5 および容器 4 の壁にぶつかり、連続的に強い衝撃を受け、粉碎される。

【0032】

この場合、重力 F の最大値は、 $9.7G$ (G : 重力加速度) である。

【0033】

20

図 3 は、この発明の実施の形態によるナノ粒子の製造方法を示す工程図である。図 3 を参照して、ナノ粒子の製造が開始されると、所望の直径を有するボール 5 と、酸化ジルコニウムの粉体またはシリコンの粉体とを略 1 : 1 の比で容器 4 内に入れる (ステップ S1)。

【0034】

この場合、例えば、25g のボール 5 と、25g の酸化ジルコニウムの粉体またはシリコンの粉体とを容器 4 内に入れる。また、ボール 5 の所望の直径は、0.03mm、0.1mm、1mm および 15mm のいずれかに設定される。

【0035】

そして、25g のメタノール (液体) を容器 4 内に入れる (ステップ S2)。

30

【0036】

そうすると、容器 4 を 1000rpm よりも速い回転速度で自転および公転させる (ステップ S3)。この場合、容器 4 の公転速度 V_{rev} は、例えば、1100rpm に設定され、容器 4 の自転速度 V_{rot} は、例えば、2200rpm に設定される。

【0037】

そして、所望の時間が経過すると、容器 4 の自転および公転を停止する (ステップ S4)。所望の時間は、例えば、1時間以上に設定される。これによって、ナノ粒子の製造が終了する。

【0038】

相対的に小さいサイズを有するナノ粒子を製造するとき、ステップ S1 において、相対的に小さい値に設定された直径を有するボール 5 が容器 4 内に入れられ、相対的に大きいサイズを有するナノ粒子を製造するとき、ステップ S1 において、相対的に大きい値に設定された直径を有するボール 5 が容器 4 内に入れられる。

40

【0039】

即ち、第 1 のサイズを有するナノ粒子を製造するとき、ステップ S1 において、第 1 の値に設定された直径を有するボール 5 が容器 4 内に入れられ、第 1 のサイズよりも小さい第 2 のサイズを有するナノ粒子を製造するとき、ステップ S1 において、第 1 の値よりも小さい第 2 の値に設定された直径を有するボール 5 が容器 4 内に入れられる。

【0040】

また、相対的に小さいサイズを有するナノ粒子を製造するとき、ステップ S4 において

50

、所望の時間は、相対的に長い時間に設定され、相対的に大きいサイズを有するナノ粒子を製造するとき、ステップ S 4 において、所望の時間は、相対的に短い時間に設定される。

【 0 0 4 1 】

即ち、第 1 のサイズを有するナノ粒子を製造するとき、ステップ S 4 において、所望の時間は、第 1 の時間に設定され、第 1 のサイズよりも小さい第 2 のサイズを有するナノ粒子を製造するとき、ステップ S 4 において、所望の時間は、第 1 の時間よりも長い第 2 の時間に設定される。

【 0 0 4 2 】

図 4 は、フォトルミネッセンスの発光強度と波長との関係を示す図である。なお、図 4 は、酸化ジルコニウムからなるナノ粒子の発光強度と波長との関係を示す。

10

【 0 0 4 3 】

図 4 において、縦軸は、発光強度を表し、横軸は、波長を表す。そして、曲線 k 1 は、ミリングをしていない酸化ジルコニウム粉体、即ち、遊星型ボールミル 1 0 を用いて粉砕していない酸化ジルコニウムの発光強度と波長との関係を示す。この場合、酸化ジルコニウム粉体の大きさは、1 0 μ m である。

【 0 0 4 4 】

また、曲線 k 2 は、ミリングの時間を 1 時間に設定して製造した酸化ジルコニウムからなるナノ粒子の発光強度と波長との関係を示す。

【 0 0 4 5 】

更に、曲線 k 3 は、ミリングの時間を 2 時間に設定して製造した酸化ジルコニウムからなるナノ粒子の発光強度と波長との関係を示す。

20

【 0 0 4 6 】

更に、フォトルミネッセンスの励起波長は、4 5 8 n m であり、酸化ジルコニウムからなるナノ粒子の直径は、5 ~ 5 0 0 n m である。

【 0 0 4 7 】

図 4 を参照して、ミリングをしていない場合、酸化ジルコニウムは、殆ど発光していない(曲線 k 1 参照)。

【 0 0 4 8 】

一方、ミリング時間が 1 時間である場合およびミリング時間が 2 時間である場合、酸化ジルコニウムからなるナノ粒子は、緑の波長からオレンジの波長の波長領域に発光のピーク波長を有し、ブロードな発光スペクトルを有する(曲線 k 2 , k 3 参照)。

30

【 0 0 4 9 】

そして、ミリング時間が 2 時間である場合、酸化ジルコニウムからなるナノ粒子の発光強度は、ピーク波長において、ミリングをしていない酸化ジルコニウム粉体の発光強度の約 1 0 0 0 0 倍である(曲線 k 1 , k 3 参照)。

【 0 0 5 0 】

このように、ミリング時間を長くすると、酸化ジルコニウムからなるナノ粒子の発光強度は、飛躍的に大きくなる。これは、ミリング時間を長くすると、酸化ジルコニウムからなるナノ粒子のサイズが小さくなり、ナノ粒子中の欠陥が増加するためである。即ち、Z r O ₂ の Z r と O との結合が一部切断され、そこが発光中心になると考えられる。

40

【 0 0 5 1 】

図 5 は、フォトルミネッセンスの発光強度と波長との他の関係を示す図である。図 5 において、縦軸は、発光強度を表し、横軸は、波長を表す。そして、曲線 k 4 は、シリコンからなるナノ粒子の発光強度と波長との関係を示す。

【 0 0 5 2 】

また、フォトルミネッセンスの励起波長は、4 5 8 n m であり、シリコンからなるナノ粒子の直径は、5 ~ 5 0 0 n m である。

【 0 0 5 3 】

更に、ミリング時間は、2 時間である。

50

【0054】

図5を参照して、シリコンからなるナノ粒子は、緑の波長領域に発光のピーク波長を有し、ブロードな発光スペクトルを有する(曲線k4参照)。

【0055】

このように、シリコンからなるナノ粒子が発光するのは、ミリングによってナノ粒子中の欠陥が増加したためであると考えられる。また、サイズが小さくなることにより、表面積が増え、その結果、表面酸化が進行し、 Si/SiO_2 のナノ界面が増加し、発光強度が増加したからである。

【0056】

上述したように、図3に示す製造方法によって製造された酸化ジルコニウムからなるナノ粒子およびシリコンからなるナノ粒子は、強い発光強度で発光する。

10

【0057】

従来、遊星型ボールミルを用いてナノ粒子を製造する場合、自転速度および公転速度は、数百rpmに設定されていた。

【0058】

しかし、遊星型ボールミル10は、自転速度を2200rpmに設定し、公転速度を1100rpmに設定してナノ粒子を製造する。即ち、遊星型ボールミル10は、1000rpmよりも速い自転速度および公転速度を用いてナノ粒子を製造する。

【0059】

そうすると、容器4内に作用する重力Fが大きくなり、より強い衝撃力で原料(酸化ジルコニウムの粉体またはシリコンの粉体)を粉砕する。その結果、ナノ粒子の直径が小さくなるとともに、ナノ粒子中の欠陥が増加する。

20

【0060】

従って、発光強度を飛躍的に強くできる。

【0061】

上述したナノ粒子の製造方法は、非常に簡単な方法であり、容器4内に入れるボール5および原料(酸化ジルコニウムの粉体またはシリコンの粉体)の量を増加することによって、多量のナノ粒子を容易に製造できる。例えば、100gのナノ粒子を1時間で製造できる。特に、容器のサイズを3倍にすれば、粉砕のエネルギーが9倍になり、より多くのナノ粒子を短時間で得られる。

30

【0062】

従って、この発明の実施の形態によるナノ粒子の製造方法は、量産に適した製造方法である。

【0063】

上述したナノ粒子の製造方法によって製造されたナノ粒子は、例えば、EL(Electro Luminescence)用の材料として用いられる。ナノ粒子をEL用の材料として想定した場合、導電性高分子を追加してミリングすることが効果的である。

【0064】

EL素子においては、ナノ粒子に電流を注入する必要がある、固められた複数のナノ粒子に電流を注入するには、ナノ粒子の周囲に導電性の物質が存在した方が電流を効率的に注入できるからである。

40

【0065】

図6は、この発明の実施の形態による発光粉体の断面図である。図6を参照して、この発明の実施の形態による発光粉体30は、板形状からなり、ナノ粒子31と、導電性高分子32とを備える。

【0066】

ナノ粒子31は、酸化ジルコニウムまたはシリコンからなり、上述したサイズを有する。導電性高分子32は、例えば、可溶性導電性高分子であるポリチオフェン系、ポリフェニレンビニレン系およびポリビニルカルバゾール系等の誘導体からなり、具体的には、ポリエチレンジオキシチオフェン、ポリ・(1,3-フェニレンビニレン-alt-トリフ

50

エニルアミン、およびポリNエチル2ビニルカルバゾール等の誘導体からなる。

【0067】

図7は、この発明の実施の形態による発光素子の断面図である。図7を参照して、この発明の実施の形態による発光素子40は、発光粉体30と、電極41、42とを備える。

【0068】

電極41、42の各々は、例えば、アルミニウムからなる。そして、電極41は、発光粉体30の一方側の表面に形成され、電極42は、発光粉体30の他方側の表面に形成される。

【0069】

発光素子40は、電流が電極41、42を介して発光粉体30に注入されることによって図4または図5に示すスペクトル帯で発光する。

10

【0070】

図8は、図6に示す発光粉体の製造方法を示す工程図である。図8を参照して、発光粉体の製造が開始されると、所望の直径を有するボール5と、酸化ジルコニウムの粉体またはシリコンの粉体とを略1:1の比で容器4内に入れる(ステップS11)。

【0071】

この場合、例えば、25gのボール5と、25gの酸化ジルコニウムの粉体またはシリコンの粉体とを容器4内に入れる。また、所望の直径は、0.03mm、0.1mm、1mmおよび15mmのいずれかに設定される。

【0072】

20

そして、25gの導電性高分子を容器4内に入れ(ステップS12)、25gのメタノール(液体)を容器4内に入れる(ステップS13)。

【0073】

そうすると、容器4を1000rpmよりも速い回転速度で自転および公転させる(ステップS14)。この場合、容器4の公転速度Vrevは、例えば、1100rpmに設定され、容器4の自転速度Vrotは、例えば、2200rpmに設定される。

【0074】

その後、所望の時間が経過すると、容器4の自転および公転を停止する(ステップS15)。所望の時間は、例えば、1時間以上に設定される。

【0075】

30

ステップS5が終了した時点においては、ナノ粒子と導電性高分子とボール5とメタノール(=溶媒)との液体状の混合物が製造されている。そして、ミリング後のボール5および発光粉体(=ナノ粒子と導電性高分子とメタノールとの混合物)をメッシュを用いて分離する(ステップS16)。

【0076】

引き続いて、液体状の発光粉体をスピコートによって基板上に塗布し、溶媒(メタノール)を飛ばすことによって、発光粉体を板状に成形する(ステップS17)。この場合、板状の平面形状は、三角形、四角形、および五角形等の多角形または円形からなる。これによって、発光粉体の製造が終了する。

【0077】

40

相対的に小さいサイズを有するナノ粒子を製造するとき、ステップS11において、相対的に小さい値に設定された直径を有するボール5が容器4内に入れられ、相対的に大きいサイズを有するナノ粒子を製造するとき、ステップS11において、相対的に大きい値に設定された直径を有するボール5が容器4内に入れられる。

【0078】

即ち、第1のサイズを有するナノ粒子を製造するとき、ステップS11において、第1の値に設定された直径を有するボール5が容器4内に入れられ、第1のサイズよりも小さい第2のサイズを有するナノ粒子を製造するとき、ステップS11において、第1の値よりも小さい第2の値に設定された直径を有するボール5が容器4内に入れられる。

【0079】

50

また、相対的に小さいサイズを有するナノ粒子を製造するとき、ステップS 15において、所望の時間は、相対的に長い時間に設定され、相対的に大きいサイズを有するナノ粒子を製造するとき、ステップS 15において、所望の時間は、相対的に短い時間に設定される。

【0080】

即ち、第1のサイズを有するナノ粒子を製造するとき、ステップS 15において、所望の時間は、第1の時間に設定され、第1のサイズよりも小さい第2のサイズを有するナノ粒子を製造するとき、ステップS 15において、所望の時間は、第1の時間よりも長い第2の時間に設定される。

【0081】

このように、発光粉体30は、ボール5と、酸化ジルコニウムの粉体またはシリコンの粉体と、導電性高分子と、メタノールとを容器4内に入れ、容器4を1000rpmよりも速い回転速度で自転および公転することによって製造される。

【0082】

その結果、酸化ジルコニウムの粉体またはシリコンの粉体は、強い衝撃力によって粉碎され、欠陥が多いナノ粒子と導電性高分子との混合物が製造される。

【0083】

従って、発光粉体の発光強度を強くできる。また、発光粉体に含まれるナノ粒子に電流を容易に注入できる。更に、平面型の照明器具を容易に作製できる。

【0084】

なお、ナノ粒子がこの発明の実施の形態によるナノ粒子の製造方法によって製造されたか否かを判定するためには、対象となったナノ粒子の発光強度が、ミリングしていない酸化ジルコニウムの粉体またはシリコンの粉体の発光強度よりも約10000倍になったか否かを判定すればよい。

【0085】

即ち、対象となったナノ粒子の発光強度が、ミリングしていない酸化ジルコニウムの粉体またはシリコンの粉体の発光強度よりも約10000倍になったとき、対象となるナノ粒子は、この発明の実施の形態によるナノ粒子の製造方法によって製造されたことになる。

【0086】

一方、対象となったナノ粒子の発光強度が、ミリングしていない酸化ジルコニウムの粉体またはシリコンの粉体の発光強度と同程度であれば、対象となるナノ粒子は、この発明の実施の形態によるナノ粒子の製造方法によって製造されなかったことになる。

【0087】

今回開示された実施の形態はすべての点で例示であって制限的なものではないと考えられるべきである。本発明の範囲は、上記した実施の形態の説明ではなくて特許請求の範囲によって示され、特許請求の範囲と均等の意味および範囲内でのすべての変更が含まれることが意図される。

【産業上の利用可能性】

【0088】

この発明は、ナノ粒子の製造方法、発光粉体の製造方法および発光素子に適用される。

【符号の説明】

【0089】

1 本体部、2 制御部、3 回転盤、4 容器、5 ボール、10 遊星型ボールミル、21 操作パネル、30 発光粉体、31 ナノ粒子、32 導電性高分子、40 発光素子、41, 42 電極。

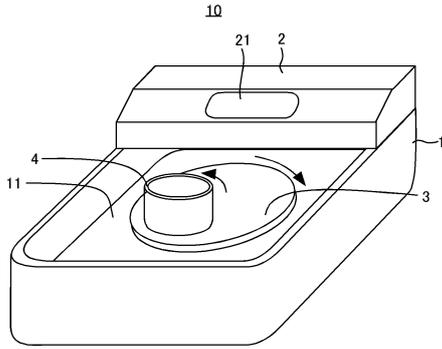
10

20

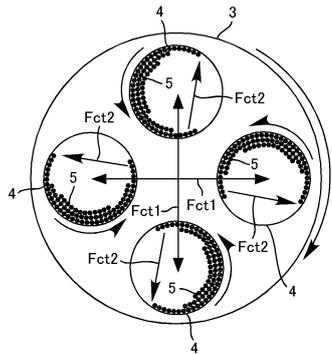
30

40

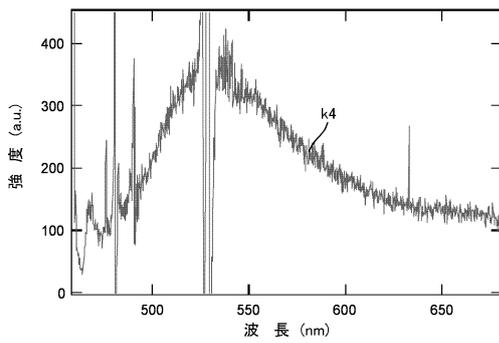
【図1】



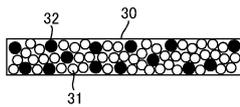
【図2】



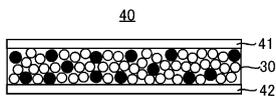
【図5】



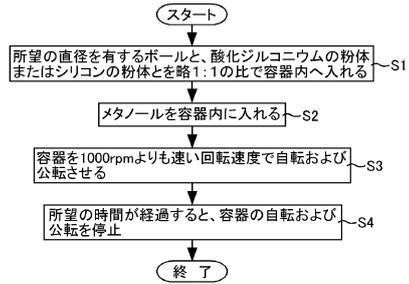
【図6】



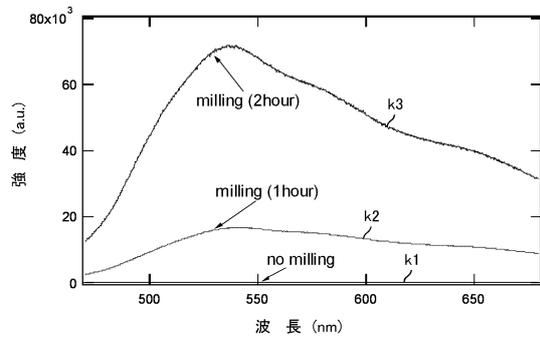
【図7】



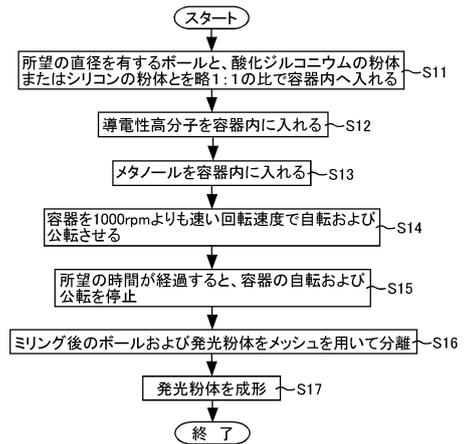
【図3】



【図4】



【図8】



フロントページの続き

審査官 壺内 信吾

- (56)参考文献 特開平03 - 016918 (JP, A)
特開2009 - 286657 (JP, A)
特開2010 - 155766 (JP, A)
特開2011 - 132105 (JP, A)
国際公開第2011 / 102272 (WO, A1)
特開2004 - 356054 (JP, A)
特開2009 - 084121 (JP, A)
国際公開第2009 / 031715 (WO, A1)
特開平06 - 310277 (JP, A)
特開2008 - 266612 (JP, A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
C01G25 / 00 - 47 / 00 , 49 / 10 - 99 / 00
C01B33 / 00 - 33 / 193
C09K11 / 00 - 11 / 89
JSTPlus / JMEDPlus / JST7580 (JDreamIII)