

(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2004-261747
(P2004-261747A)

(43) 公開日 平成16年9月24日(2004.9.24)

(51) Int. Cl.⁷

B01J 19/08
B01J 3/00
B01J 3/02
C23C 8/36
H05H 1/46

F I

B01J 19/08
B01J 3/00
B01J 3/02
C23C 8/36
H05H 1/46

K
J
N
A

テーマコード(参考)

4G047
4G075
4K028

審査請求 未請求 請求項の数 13 O L (全 13 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2003-56196 (P2003-56196)

(22) 出願日 平成15年3月3日(2003.3.3)

(71) 出願人 592032636

学校法人トヨタ学園

愛知県名古屋市天白区久方2丁目12番地
1

最終頁に続く

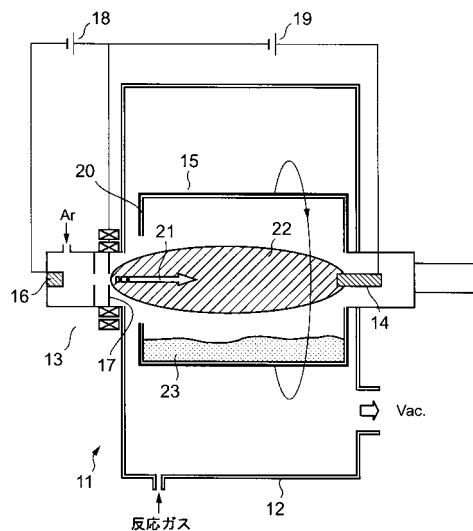
(54) 【発明の名称】 粉体表面改質方法および装置

(57) 【要約】

【課題】 粉体の表面改質処理を均質にかつ高速に行う粉体表面改質方法及装置を提供する。

【解決手段】 活性元素の窒素、酸素、水素、フッ素と塩素のうちから選ばれた1種以上の元素を含んで構成される分子のガス、あるいはそれらの分子が2種以上混合した混合体のガスに電子ビームガンから加速した電子21を照射して解離・電離・励起することにより電子ビーム励起プラズマ22を生成し、このプラズマを粉体23に作用させて、プラズマに含まれる活性元素が関わる窒化、酸化、酸窒化、還元、水素化、フッ化、塩素化などの化学反応により粉体表面を改質する。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

活性元素の窒素、酸素、水素、フッ素と塩素のうちから選ばれた1種以上の元素を含んで構成される分子を1種以上含有するガス、あるいは、不活性元素のアルゴンとヘリウムを加えたもののうちから選ばれた1種以上の元素を含んで構成される分子をさらに加えて混合したガスに、電子ビームガンから加速した電子を照射して解離・電離・励起することにより電子ビーム励起プラズマを生成し、該プラズマを粉体に作用させて含まれる活性元素の化学反応により該粉体の表面を改質することを特徴とする粉体表面改質方法。

【請求項 2】

薄膜を形成する元素を含んで構成される分子のガスに電子ビームガンから加速した電子を照射して解離・電離・励起することにより電子ビーム励起プラズマを生成し、該プラズマを粉体に作用させることにより該粉体の表面に薄膜をコーティングすることを特徴とする粉体表面改質方法。

10

【請求項 3】

前記粉体は前記プラズマが作用する間攪拌されることを特徴とする請求項 1 または 2 記載の粉体表面改質方法。

【請求項 4】

前記粉体を収納する容器に負のバイアス電圧を印加することを特徴とする請求項 1 から 3 のいずれかに記載の粉体表面改質方法。

【請求項 5】

前記粉体は前記プラズマが作用する前または作用する間加熱されることを特徴とする請求項 1 から 4 のいずれかに記載の粉体表面改質方法。

20

【請求項 6】

前記粉体は前記プラズマが作用する前に100℃から1000℃に加熱して乾燥や不純物除去されることを特徴とする請求項 1 から 4 のいずれかに記載の粉体表面改質方法。

【請求項 7】

電子ビームを発生する電子ビームガンと、加速電極と、該電子ビームガンと該加速電極の間を真空に維持してプラズマを生成させる真空チャンバーと、該真空チャンバー内に設けられ粉体を収納する攪拌機構付き容器を備えて、対象粉体を前記容器に仕込んで攪拌し、ガスを前記真空チャンバーに導入して、前記電子ビームガンから前記加速電極に向けて加速された電子を前記真空チャンバー内のガスに照射して解離・電離・励起することにより電子ビーム励起プラズマを生成し、該プラズマを前記対象粉体に作用させることにより該対象粉体の表面を改質あるいは表面に薄膜をコーティングすることを特徴とする粉体表面改質装置。

30

【請求項 8】

前記攪拌機構付き容器には直流電源あるいは高周波電源が接続されていて、負のバイアス電圧が印加できることを特徴とする請求項 7 記載の粉体表面改質装置。

【請求項 9】

前記攪拌機構付き容器には、近接して加熱用ヒータが設置されることを特徴とする請求項 7 または 8 に記載の粉体表面改質装置。

40

【請求項 10】

前記攪拌機構付き容器が、前記電子ビーム励起プラズマの下に上向きに配置された皿型容器であって、容器自体が振動することによりまたは容器内の粉体に粉碎ボールを混入することによりまたは容器内にスクレーパを設置して該スクレーパが回転することにより収納した前記処理粉体を攪拌することを特徴とする請求項 7 から 9 のいずれかに記載の粉体表面改質装置。

【請求項 11】

前記攪拌機構付き容器が、前記電子ビーム励起プラズマを囲むバレル型容器であって、該容器が回転または揺動することにより、または容器内の粉体に粉碎ボールを混入することにより、もしくはその両方により、収納した前記処理粉体を攪拌することを特徴とする請

50

求項 7 から 9 のいずれかに記載の粉体表面改質装置。

【請求項 1 2】

前記バレル型容器は、壁の一部が開口もしくは傾斜して収納した前記処理粉体が該容器から容易に排出できるようになっていることを特徴とする請求項 1 1 記載の粉体表面改質装置。

【請求項 1 3】

前記バレル型容器が傾斜を持って取り付けられ、該容器の上向き開口には粉体を容器内に連続的に供給する粉体供給機構が配置され、該容器の底部には処理済みの粉体を該容器の外部に連続的に排出する粉体排出機構を備えて、表面改質処理を連続して行えるようにしたことを特徴とする請求項 1 1 記載の粉体表面改質装置。

10

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、粉体の表面改質処理方法とそれに用いる装置に関する。

【0002】

【従来の技術】

粉体を扱う様々な技術は微粒子工学として体系的に発展してきており、たとえば粉碎、分級、輸送、乾燥、造粒、攪拌、分散、表面改質などの要素技術は、磁気テープ、磁性流体、触媒、触媒担体、研磨材、顔料、塗料、コピートナー、医薬品、食品、その他、広範な分野の粉体製造に生かされてきた。近年、新しい機能を有する複合粉体やナノ粒子あるいはナノ高分子等が注目されてきており、核となる粒子の表面を変質したり様々な物質をコーティングすることにより複合化するナノレベルにおける粉体表面改質技術が必要とな

20

【0003】

従来の微粒子工学が準備する技術は、大気圧下あるいはせいぜい Torr オーダーの圧力下での処理を前提としており、粉体に付着する水分や不純物の除去が十分に行えない。したがって、ナノレベルの微粒子を取り扱う上で、付着した水分により微粒子が凝集するため、粒子ごとに確実に表面改質をすることが難しく、また付着水分や不純物のため、粉体表面全体をナノレベルで改質することや不純物混入の少ない高品質なコーティング膜を形成することが難しいという問題がある。

30

【0004】

また、特許文献 1 には、大気圧プラズマを利用した粉体の表面処理方法で、希ガスもしくは希ガスと反応性ガスの混合ガスにより粉体を浮遊搬送させながら大気圧グロー放電により表面処理を行う方法が開示されている。

この開示方法は、従来法と同様大気圧下の処理であるため、粉体に付着している水分や不純物の除去が十分でない。また、グロー放電では高エネルギー電子が存在しにくく、ガスの解離効率が小さいため、高次の活性種や分解生成物が得にくい。たとえば、グロー放電における窒素の解離率は、1%程度と非常に小さい。また、メタンガス CH_4 にグロー放電を作用させると、 CH_3 イオン以外の CH_2 イオン、 CH イオン、 C イオンなどのより高次の分解生成物は得にくい。

40

このように、上記開示方法では、表面改質に使えるガス種に制約があり改質反応も容易に進行しないので、高品質の製品となりにくいという欠点がある。

【0005】

付着水分を確実に除去して高品質な表面改質粉体を得るためには、真空プロセスを用いることが要求される。

特許文献 2 には、真空チャンバー内に回転するバレル型容器を設置し容器内にスパッタリング源を設置して、スパッタリング法によって容器内の粉体にコーティングを施す微粉末被覆方法が開示されている。

また、特許文献 3 には、イオンプレーティング法を用いて、熔融蒸発源から供給される蒸気にプラズマガンからの放電プラズマ流を当ててイオン化し、これを粒状体の表面に上方

50

から被着させて成膜することにより、半面被覆粒状体を製造する方法が開示されている。しかし、スパッタリング法やイオンプレーティング法によるコーティングでは、スパッタ源や蒸発源から飛び出した粒子は方向性を持って粉体に付着するため均一なコーティングが難しく、また、スパッタリング法は一般にコーティング速度が小さく実用において処理コストの低減が図り難いという問題がある。

【0006】

【特許文献1】

特開平6-228739号公報

【特許文献2】

特開平2-153068号公報

10

【特許文献2】

特開2000-336473号公報

【0007】

【発明が解決しようとする課題】

そこで、本発明が解決しようとする課題は、粉体の表面改質処理を均質にかつ高速に行う粉体表面改質方法と装置を提供することである。

【0008】

【課題を解決するための手段】

上記課題を解決するため、本発明の第1の粉体表面改質方法は、活性元素の窒素、酸素、水素、フッ素と塩素、および不活性元素のアルゴンとヘリウムのうちから選ばれた1種以上の元素を含んで構成される分子のガス、あるいはそれらの分子が2種以上混合した混合体のガスに電子ビームガンから加速した電子を照射して解離・電離・励起することにより電子ビーム励起プラズマを生成し、このプラズマを粉体に作用させて、プラズマに含まれる活性元素が関わる化学反応により粉体表面を改質することを特徴とする。

20

本発明の方法では、プラズマに含まれる活性元素が関わった、窒化、酸化、酸窒化、還元、水素化、フッ化、塩素化などのプラズマ反応を粉体表面で行わせることにより粉体の表面改質をする。

【0009】

また、本発明第2の粉体表面改質方法は、粉体表面に形成しようとする薄膜の構成元素を含む分子のガスに電子ビームガンから電子ビーム励起プラズマを生成し、このプラズマを粉体に作用させることにより粉体表面に薄膜をコーティングすることを特徴とする。

30

本方法では、化学的気相成長法(CVD)により粉体表面にセラミックス、半導体、金属、有機材料の薄膜を形成することができる。

【0010】

上記第1および第2の発明において、電子ビーム励起プラズマは、電子ビームガンから放出され加速電極により加速された電子が真空チャンバー内のガスに衝突して形成されるもので、電子ビーム励起プラズマ装置については、たとえば本願出願人の所有する特許第2871675号や第2868120号などの明細書に詳しく開示されている。

電子ビーム励起プラズマでは、ガスの衝突断面積が最大になる約60 eVから100 eVのエネルギーに加速した電子ビームで生成させるため、ガスの励起・電離効率が優れており、低圧でも高密度のプラズマを発生させることができる。

40

【0011】

たとえば窒素ガスで10%程度の高い解離率を示し、また高次の活性種や分解生成物を発生させるので、表面改質反応を効率的に行うことができる。たとえばメタンガスからは、 CH_3 イオン以外に、 CH_2 イオン、 CH イオン、 C イオンなどの高次の分解生成物が得られる。

このように、様々な活性種が得られるので、大気圧下の平衡条件に従った反応では形成できない表面改質層も電子ビーム励起プラズマで形成する可能性があり、表面改質粉体の種類を豊富化することができる。

【0012】

50

また、電子ビーム励起プラズマを生成させるときには、たとえば、 10^{-6} Torr 程度まで真空排気を行った後にプロセスガスを導入し電子を照射してプラズマ化する。したがって、微粒子に付着した水分はほぼ完璧に除去される。また、表面改質処理の前に、酸素や水素のプラズマを用いた前処理を行うことにより、粉体に付着した不純物を効率的に除去することができる。

【0013】

さらに、粉体に作用させるプラズマは表面全体に供給されるため、化学反応やコーティングなどの表面改質が表面に均質に行われる。

また、電子ビーム励起プラズマは高密度プラズマであり、表面改質反応は高速に進行し、高い処理効率を達成することができる。

10

さらに、電子ビーム励起プラズマは高密度プラズマ領域を大きくすることが容易で、粉体との反応場を大きくして生産性を向上させることができる。

【0014】

なお、粉体はプラズマが作用する間、攪拌していることが好ましい。個々の粒子が表面を万遍なくプラズマにさらされ、均質な処理を受けるようにするためである。

また、粉体を収納する容器は負のバイアス電圧を印加することが好ましい。バイアス電位によりプラズマ中のイオンが加速され容器に収納された粉体に衝突することにより、反応を促進することができる。

なお、粉体はプラズマが作用する前に、あるいはプラズマが作用する間、加熱してもよい。とくに、粉体はプラズマが作用する前に 100°C から 1000°C に加熱することにより乾燥したり不純物を除去しておいてもよい。真空中で加熱することにより結晶水を含めて効率よく水分や不純物の除去ができる。水分や不純物の除去により、均質な反応や均質な膜の形成ができるばかりでなく、架橋凝集している粉体粒子同士を分離分散させて、より均質で高品質な表面改質処理を行うことができる。

20

【0015】

また、上記課題を解決するため、本発明の粉体表面改質装置は、電子ビームを発生する電子ビームガンと、加速電極と、電子ビームガンと加速電極の間を真空に維持してプラズマを生成させる真空チャンバーと、真空チャンバー内に設けられ粉体を仕込む攪拌機構付き容器を備えて、処理対象粉体を容器に収納して攪拌し、ガスを真空チャンバーに導入し、電子ビームガンから加速した電子を真空チャンバー内のガスに照射して解離・電離・励起することにより電子ビーム励起プラズマを生成し、このプラズマを処理対象粉体に作用させて粉体の表面を改質することを特徴とする。

30

【0016】

ガスは、活性元素の窒素、酸素、水素、フッ素、塩素などを含む分子の単独あるいは混合ガスであって、窒化、酸化、酸窒化、還元、水素化、フッ化、塩素化などのプラズマ反応を粉体表面に生じさせてもよい。なお、さらに、不活性元素のアルゴンやヘリウムを含んで構成される分子のガスを含む混合ガスであってもよい。

また、ガスに薄膜を形成する元素を含んで構成される分子のガスを選択することにより、粉体表面に、セラミックス、半導体、金属、有機材料を薄膜コーティングすることもできる。

40

【0017】

攪拌機構付き容器には直流電源あるいは高周波電源が接続されて、負のバイアス電圧が印加できるようになっていてもよい。

また、攪拌機構付き容器には、近接して加熱用ヒータが設置されていてもよい。加熱用ヒータは、粉体に付着した水分や不純物を除去し、均質な反応や均質な膜の形成を高品質に行う機能を備える。

【0018】

なお、攪拌機構付き容器は、電子ビーム励起プラズマの下に上向きに配置された皿型容器であって、容器自体が振動することにより、または容器内の粉体に粉碎ボールを混入することにより、または容器内にスクレーパを設置してスクレーパが回転することにより、収

50

納した粉体を攪拌するようによい。電子ビーム励起プラズマをリング状電子放射型電子ビームガンを使用して生成させる場合は、リングの径を大きくすることにより高密度プラズマが形成される領域が広がるので、生産性が向上する。

【0019】

また、攪拌機構付き容器が、電子ビーム励起プラズマを囲むバレル型容器であって、容器が回転または揺動することにより、あるいは容器内の粉体に粉碎ボールを混入することにより、あるいはこれらの両方の措置により、収納した処理対象粉体を攪拌するようによい。電子ビームガンと加速電極の間の距離を伸ばすことによりプラズマ反応領域を大きくして、生産性を向上させることができる。

なお、バレル型容器は、壁の一部が開口して収納した粉体を容器から容易に排出できるようになっていてもよい。開口する部分が下側に位置するところで回転や揺動を停止して、開口させて内容物を下に落とすことにより、バレル型容器の中に収納された粉体を簡単に回収することができる。

また、壁の一部が傾斜して、内容物を流し出すようによい。

【0020】

さらに、バレル型容器が傾斜を持って取り付けられ、容器の上向き開口に粉体を容器内に連続的に供給する粉体供給機構が配置され、容器の底部には処理済みの粉体を容器の外部に連続的に排出する粉体排出機構を備えて、表面改質処理を連続して行えるようにしたことを特徴とする。容器に供給される処理対象粉体は容器内に所定時間滞在して表面改質処理され、製品となって容器の下側から回収される。

なお、容器に受けた粉体が簡単に流れ出して容器内の滞留時間が不足しないように、回転容器の壁には仕切板が設けられて、粉体が適当に滞留して十分な処理時間を確保するように構成する。

【0021】

【発明の実施の形態】

以下、いくつかの実施例を用いて本発明の粉体表面改質方法と装置を詳細に説明する。

【0022】

【実施例1】

図1は第1実施例に係る粉体表面改質装置の概念図である。

本実施例の粉体表面改質装置11は、真空チャンバー12の側部に電子ビーム21を導入する圧力勾配型電子ビームガン13を設け、電子ビームガンに対向する位置に加速電極14を設け、真空チャンバーの中に電子ビーム21により励起されるプラズマ22を囲うようにバレル型の粉体容器15を設けたものである。

真空チャンバー12にはガスを導入するノズルと、真空排気する真空配管ノズルが設けられている。

【0023】

電子ビームガン13には陰極16と電子が通る穴を設けた放電電極17を備え、またアルゴンなどの作動ガスを導入するノズルを備える。

また、陰極16と放電電極17の間に放電電源18の出力電圧が印加され、放電電極17と加速電極14の間に加速電源19の出力電圧が印加される。

粉体容器15は、たとえば直径400mm長さ400mmの円筒状のバレル型容器で、容器内に発生するプラズマ22の中心付近を通る水平軸の周りを回転するようになっていて、収納した粉体23が回転中に外にこぼれないように鏝20が設けられている。

【0024】

本実施例では、図の装置を用いて酸化チタン粉体の窒化処理を行った例を説明する。

バレル型粉体容器15に酸化チタン粉体23を約1kg仕込む。

電子ビームガン13の作動ガスとしてアルゴンガスを導入し、電子ビームガン13の陰極16から放出した熱電子をトリガーとして放電空間にアルゴンの直流放電を起こし、真空チャンバー12のノズルから窒素ガスとアルゴンガスを導入して圧力を3mTorrとする。

10

20

30

40

50

【0025】

次いで、放電電極17と加速電極14の間に加速電圧を印加することにより、電子ビーム21を電子ビームガン13の放電空間から真空チャンバー12内に引き出し、バレル型容器15の内部に紡錘状の電子ビーム励起プラズマ22を生成させる。電子ビーム励起プラズマ22は、中心軸がバレル型容器15の回転軸とほぼ重なるようになる。

放電電源18の示す放電電流は10A、加速電源19の示す加速電圧は90Vとした。バレル型容器15を回転または揺動させて粉体23を攪拌しながら60分間継続して粉体の処理を行った。

【0026】

処理後の酸化チタン粉体23は、薄い黄色を呈し、表面窒化が行われていることが推定された。粉体表面の組成比および化学結合状態を調べるため、X線光電子分光分析(XPS)を実施し、ワイドスキンスペクトルおよび主な元素のナローススキンスペクトルを測定した。

ナローススキンスペクトルから各元素の成分割合を求めたところ、窒素は約9atomic%検出された。図2は、横軸を結合エネルギーとし、縦軸にカウント数をとって、XPS分析結果のうち窒素のピーク(N1s)を示したものである。

【0027】

図によれば、396eVの位置にメインのピーク、398~403eVの範囲にメインピークよりかなり小さいブロードなピークが観察される。これらのピークは、396eVがTi-N、400eVがC-NとN-H、402eVがN-Nと-N-Oの結合に係るものとされる。したがって、窒素の大部分はチタンに結合していると見ることができる。

【0028】

酸化チタンは化学的に安定しており、酸素を窒素に置換することは極めて難しいとされるが、本発明の電子ビーム励起プラズマ装置を使用した表面改質方法によれば、効率よくTi-N結合に転換することができた。

なお、真空チャンバー内に形成されるプラズマの大きさは電子ビームガン13と加速電極14の距離や電子ビームの条件によって調整ができるので、粉体容器15の容量や収納する粉体の量を適当な大きさに選択することができ、さらに生産性の向上が見込める。

【0029】

図3と図4はそれぞれ、バレル型粉体容器15から処理後の粉体を取り出す装置の例を説明する概念図である。図4(a)は側面断面図、図4(b)は立面断面図である。

図3の装置は、粉体容器15の壁の一部が一端を軸として持ち上がるダンパー24を形成し、表面改質反応が終わり粉体容器15の回転または揺動が停止すると、ダンパー24の部分が下側に位置するようにする。すると、粉体容器15内の粉体23は全てダンパー24の上に集まるので、ダンパー24の奥側を持ち上げると、粉体23は手前側の開口からこぼれ出るので、別の容器に受けて取り出すことができる。

【0030】

また、図4の装置では、粉体容器15の壁の一部に取出スリット25を設け、取出スリット25を開閉する蓋26を備えている。

表面改質反応が終わり粉体容器15の回転または揺動が停止すると、取出スリット25の位置が下側に来るようにする。取出スリット25が下側に来たところで蓋26を開けると、粉体23は取出スリット25からこぼれ出るので、別の容器に受けて取り出す。

なお、粉体容器15が揺動しからない場合は、揺動中は取出スリット25が上側にあって、処理が終了したときに取出スリット25を下側に持ってきて内容物をこぼさせるようにしてもよい。この場合は、蓋を必要としない。

【0031】

【実施例2】

図5は本発明の第2実施例に係る粉体表面改質装置の概念図である。

本実施例の粉体表面改質装置31は、真空チャンバー32の上部面に電子ビーム41を発生するリング状放射型電子ビームガン33を設け、電子ビームガンの下に皿形粉体容器3

10

20

30

40

50

5を設けたものである。電子ビームガン33の放電カップ37が真空チャンバー32内に突出して設けられ、円筒状の放電カップ37の側面に水平外方向に電子を放出する穴が多数あけられていて、放電カップを囲んで設けられたリング状の加速電極34に向かって電子ビーム41が加速される。

【0032】

真空チャンバー32にはガスを導入するノズルと、真空排気する真空配管ノズルが設けられていて、ガスに加速された電子ビーム41が照射すると電子ビーム励起プラズマ42が生成される。

皿形容器35は粉体43を入れるように垂直上方に向いていて、真空チャンバー32の中で形成される電子ビーム励起プラズマ42の下に粉体43を保持するようになっている。皿形容器35は超音波振動子を備えて、振動することにより収納された粉体43を攪拌して常に新しい表面がプラズマ42に接触するようになっている。

10

【0033】

このようにリング状放射型電子ビームガン33を利用した装置31を用いて、第1実施例と同様に酸化チタン粉体の表面窒素処理を行った。

直径600mmの皿形容器35に約1kgの酸化チタン粉体を仕込み真空チャンバー32を真空に引いて、電子ビームガン33にアルゴンガスを導入し陰極36から放出した熱電子をトリガーとして放電空間にアルゴンの直流放電を起こし、真空チャンバー32に窒素ガスとアルゴンガスを導入して圧力を3mTorrとした。放電カップ37内にある放電電極とリング状加速電極34の間に加速電圧を印加することにより、電子ビーム41を放電カップ37から真空チャンバー32内に引き出し、皿形容器35の上に円盤状の電子ビーム励起プラズマ42を生成させた。

20

放電電流を10A、加速電圧を90Vとして、皿形容器35を振動させながら60分間粉体の処理を行った。

【0034】

処理後の酸化チタン粉体は、第1実施例の場合と同様に、薄い黄色を呈していることが確認できた。X線光電子分光分析を実施した結果、粉体表面における窒素含量は約7atomi%であった。また、窒素のピーク(N1s)を観察した結果からも、396eVの位置にメインのピークがあり、チタン窒素結合が多いことが確認できた。

なお、真空チャンバー内で生成する環状のプラズマの領域は比較的自由に拡張できるので、さらに生産性を向上させることができる。

30

【0035】

【実施例3】

図6は本発明の第3実施例に係る粉体表面改質装置の概念図である。

本実施例は、第1実施例の構成に加熱ヒータとバイアス電圧印加機構を加えたもので、その他に差異がない。そこで、図6には図1と同じ機能を有する構成に同じ参照番号を付して説明を省略するものとした。

本実施例の粉体表面改質装置51は、真空チャンバー12の中に回転軸を水平にして設けられたバレル型粉体容器15の下方にランプヒータ52を設けてある。また粉体容器15には整合器53を介してRF電源54を接続し、セルフバイアス印加を行うことができるようにした。

40

【0036】

本実施例の粉体表面改質装置51を用いて粉体の表面改質を行うときは、処理を行う前に、ランプヒータ52により粉体容器15内の粉体23を加熱して乾燥することができる。粉体は乾燥することにより、付着している水分を除去し、架橋凝集している粉体を分散させて、より均質で高品質な表面改質処理を行うことができる。高温加熱することにより不純物や結晶水の除去も可能である。

また、特に結晶性の薄膜をコーティングするときは、処理中に粉体を加熱することにより結晶の成長を促進することができる。

不純物除去、結晶水除去あるいは結晶形成を考慮すると、加熱温度を100℃から100

50

0℃の範囲で設定できるようにすることが好ましい。

【0037】

RF電源54を用いて粉体容器15にバイアス電圧をかけると、表面改質処理前の粉体に適当なイオンを当てることによりクリーニングを行うことができる。粉体表面に薄膜をコーティングする場合には、バイアス電圧を印加することにより、粉体表面に高機能の薄膜を堆積させることができる。

また、適切なバイアス電圧を印加することにより、粉体表面における窒化、酸化、酸窒化、還元、水素化、塩素化などの化学反応の反応性を向上させることができる。

【0038】

【実施例4】

図7は本発明の第4実施例に係る粉体表面改質装置の概念図である。

本実施例の粉体表面改質装置61は、表面改質工程を連続化した装置である。粉体表面改質装置61は、図には省略した真空チャンバーの側部に電子ビーム71を発生する圧力勾配型電子ビームガン62を斜めの向きに設け、電子ビームガンに対向する位置に加速電極63を設け、電子ビーム71により励起されるプラズマ72を囲んで回転するようにパレル型粉体容器64を傾斜して設け、粉体容器64の上向き開口に粉体供給ホッパ65の排出ノズル66が挿入されて粉体73が粉体容器64の端部に供給されるように配置され、さらに、粉体容器64の下側端部からこぼれ出す粉体73を受けるように粉体取出容器67が設けられている。

【0039】

粉体供給ホッパ65には、壁にヒータ68が設置されていて、粉体表面改質処理を受ける粉体容器64に供給される前に粉体を加熱して乾燥や不純物除去をすることができる。

また、粉体容器64の側壁には適当な間隔で邪魔板69が設けられていて、粉体73が傾斜している壁面を短時間で流れ下らないようにして粉体容器64内で表面改質処理を受けるための滞留時間を確保している。邪魔板69は流動化した粉体の流れを適当に阻害し攪拌効果を有するものであればよく、円環状の仕切板や多数並べた衝立状の板などであってもよい。

【0040】

粉体供給ホッパ65から乾燥した粉体73が排出ノズル66を通過して粉体容器64の中に供給されると、粉体73は邪魔板69を乗り越え乗り越え内壁面をゆっくりと流れ下る。この間に粉体容器64内に生成されたガスの電子ビーム励起プラズマ72の作用を受けて、表面改質処理が施され、最後に粉体容器64の下側端部から粉体取出容器67に落とし貯留する。

このように、本実施例の粉体表面改質装置61は、粉体に対して表面改質処理を連続的に行って回収することができる。

【0041】

【発明の効果】

以上説明した通り、本発明の粉体表面改質方法および装置により、粉体の表面改質処理を均質にかつ高速に行い、新しい特質を備えた微粉体を経済的に生産して提供することができるようになった。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の第1実施例に係る粉体表面改質装置の概念図である。

【図2】第1実施例の装置で窒化処理を行ったときのX線光電子分光分析結果の一部を示す図面である。

【図3】第1実施例の粉体容器から粉体を取り出す装置に例を説明する図面である。

【図4】第1実施例の粉体容器から粉体を取り出す装置の別例を説明する図面である。

【図5】本発明の第2実施例に係る粉体表面改質装置の概念図である。

【図6】本発明の第3実施例に係る粉体表面改質装置の概念図である。

【図7】本発明の第4実施例に係る粉体表面改質装置の概念図である。

【符号の説明】

10

20

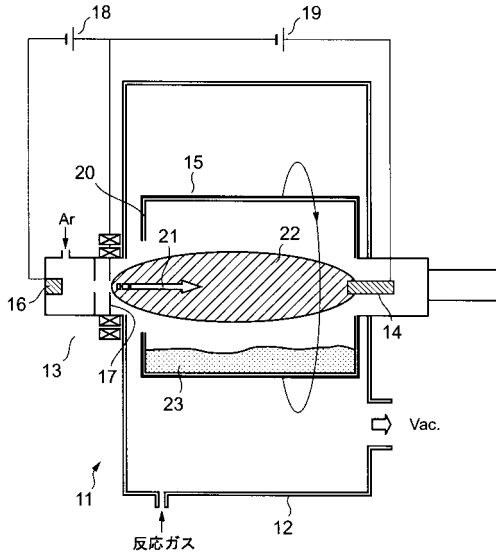
30

40

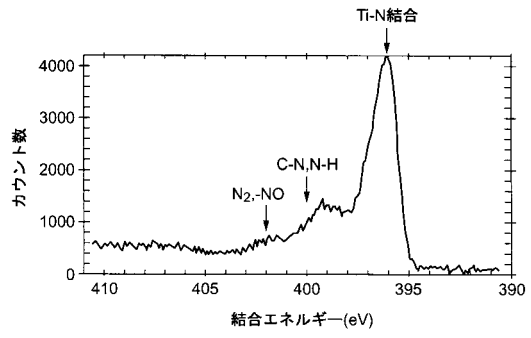
50

1 1	粉体表面改質装置	
1 2	真空チャンバー	
1 3	圧力勾配型電子ビームガン	
1 4	加速電極	
1 5	バレル型粉体容器	
1 6	陰極	
1 7	放電電極	
1 8	放電電源	
1 9	加速電源	
2 0	鏑	10
2 1	電子ビーム	
2 2	電子ビーム励起プラズマ	
2 3	粉体	
2 4	ダンパー	
2 5	取出スリット	
2 6	蓋	
3 1	粉体表面改質装置	
3 2	真空チャンバー	
3 3	リング状放射型電子ビームガン	
3 4	リング状加速電極	20
3 5	皿形粉体容器	
3 6	陰極	
3 7	放電カップ	
4 1	電子ビーム	
4 2	電子ビーム励起プラズマ	
4 3	粉体	
4 4	超音波振動子	
5 1	粉体表面改質装置	
5 2	ランプヒータ	
5 3	整合器	30
5 4	R F 電源	
6 1	粉体表面改質装置	
6 2	圧力勾配型電子ビームガン	
6 3	加速電極	
6 4	バレル型粉体容器	
6 5	粉体供給ホッパ	
6 6	排出ノズル	
6 7	粉体取出容器	
6 8	ヒータ	
6 9	邪魔板	40
7 1	電子ビーム	
7 2	電子ビーム励起プラズマ	
7 3	粉体	

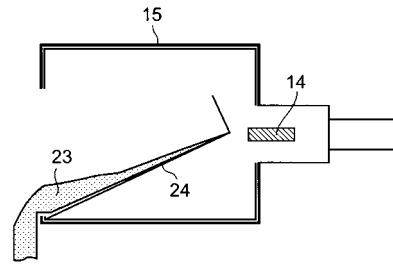
【図 1】



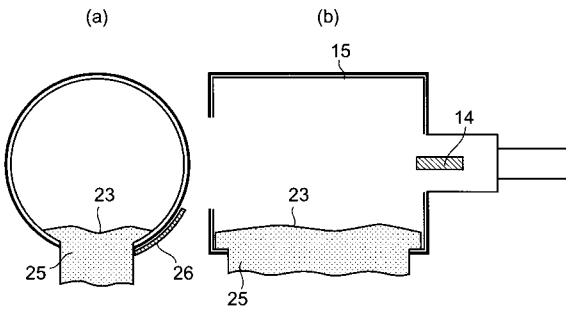
【図 2】



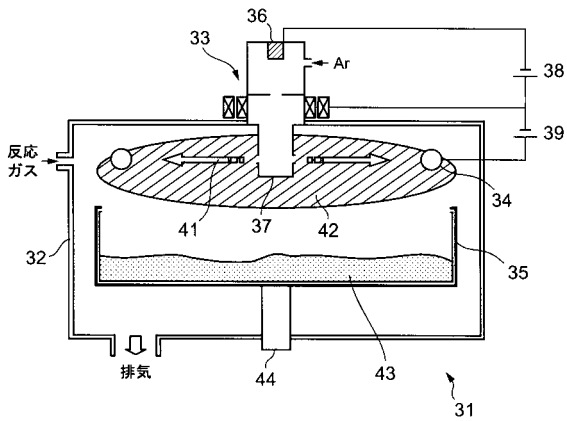
【図 3】



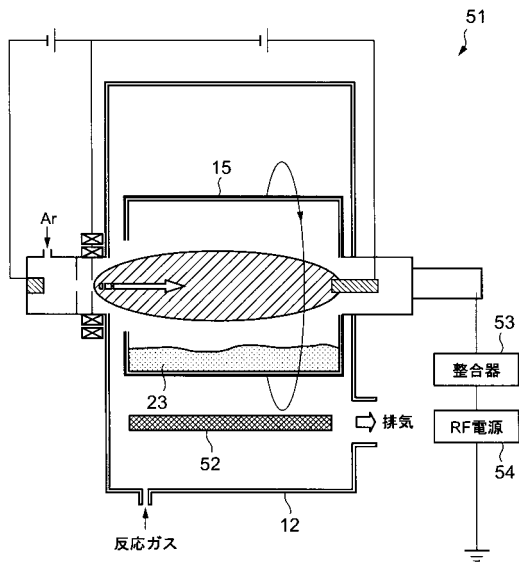
【図 4】



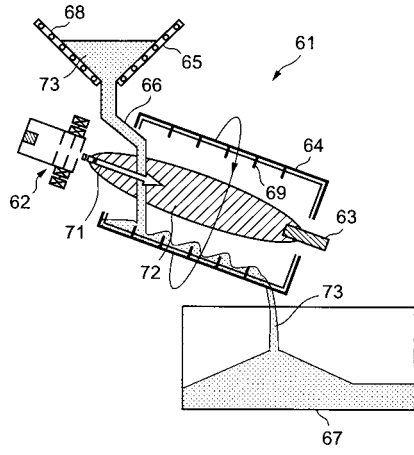
【図 5】



【図 6】



【図 7】



フロントページの続き

(51)Int.Cl. ⁷ F I テーマコード (参考)
// C O 1 G 23/04 C O 1 G 23/04 Z

(74)代理人 100104341
弁理士 関 正治

(72)発明者 原 民夫
愛知県名古屋市天白区久方2丁目1番地1 学校法人トヨタ学園 豊田工業大学内

(72)発明者 庄山 裕章
愛知県名古屋市天白区久方2丁目1番地1 学校法人トヨタ学園 豊田工業大学内

Fターム(参考) 4G047 CA01 CB08 CD03

4G075 AA24 AA27 AA30 BA05 BB05 BB10 CA02 CA39 CA62 CA65

DA02 DA18 EA06 EB01 EB21 EB43 EC12 EC21 ED04 ED15

EE05

4K028 BA01 BA02 BA05 BA11 BA21 BA22