

(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2022-176932
(P2022-176932A)

(43)公開日 令和4年11月30日(2022.11.30)

(51)Int.Cl.
C 2 3 C 16/442 (2006.01)
C 2 3 C 16/18 (2006.01)
C 2 3 C 16/455 (2006.01)
B 0 1 J 19/00 (2006.01)

F I
C 2 3 C 16/442
C 2 3 C 16/18
C 2 3 C 16/455
B 0 1 J 19/00

テーマコード(参考)
N

審査請求 有 請求項の数 15 O L 外国語出願 (全 105 頁)

(21)出願番号	特願2022-117180(P2022-117180)	(71)出願人	517410800 フォー ジ ナノ インコーポレイティド アメリカ合衆国, コロラド 8 0 2 4 1, ソートン, グラント ストリート 1 2 3 0 0, スイート 1 1 0
(22)出願日	令和4年7月22日(2022.7.22)	(74)代理人	100099759 弁理士 青木 篤
(62)分割の表示	特願2020-532862(P2020-532862) の分割	(74)代理人	100123582 弁理士 三橋 真二
原出願日	平成30年8月24日(2018.8.24)	(74)代理人	100173107 弁理士 胡田 尚則
(31)優先権主張番号	62/549,601	(74)代理人	100128495 弁理士 出野 知
(32)優先日	平成29年8月24日(2017.8.24)	(74)代理人	100146466 弁理士 高橋 正俊
(33)優先権主張国・地域又は機関	米国(US)		
(31)優先権主張番号	62/672,289		
(32)優先日	平成30年5月16日(2018.5.16)		
(33)優先権主張国・地域又は機関	米国(US)		

最終頁に続く

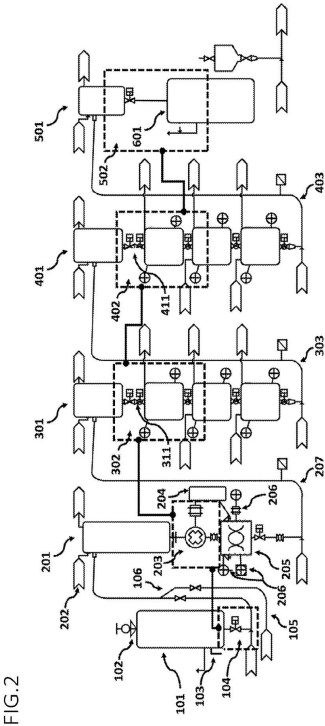
(54)【発明の名称】粉末を合成し、機能化し、表面処理及び／又はカプセル化する製造方法及びその用途

(57)【要約】

【課題】物品を処理するためのシステム、装置及び方法を提供する。

【解決手段】このシステムは、粉末及び中実又は多孔質ワークピースの形の物品を合成し、前処理し、蒸気相コーティングプロセスを実施し、そして後処理するためのサブシステムを含む。この装置により、気体相合成、処理及び堆積プロセスを高効率で、高い全体スループットで実施できる。この方法は、固体、液体又は気体を、処理及び／又はコーティング工程の有無にかかわらず分離又は交換できる気体流及び固体流に転化させ、特定の用途向けに最適化された複合材物品を製造することを含む。

【選択図】図2



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

気体前駆体で複数の流動性物品の表面を処理するための装置であって、

- a) 第一の固体相入口、第一の固体相出口、第一の気体相入口及び第一の気体相出口のそれぞれを少なくとも 1 つを有する第一のチャンバ、
 - b) 前記第一のチャンバの前記第一の固体相入口と流体連通する第一の固体相バルブ又はポンプアセンブリ、
 - c) 前記第一のチャンバの前記第一の気体相入口に隣接し、それと流体連通する第一の気体相バルブ又はポンプアセンブリ、
 - d) 共通信号ハブ、
 - e) 少なくとも 1 つの制御システム、
- を含み、

少なくとも 1 つの第一の固体相入口及び少なくとも 1 つの第一の固体相出口は、信号ハブとの双方向制御信号通信を行うように構成された少なくとも 2 つの作動機構を有する固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリを含み、

少なくとも 1 つの第一の気体相入口及び少なくとも 1 つの第一の気体相出口は、信号ハブとの双方向制御信号通信を行うように構成された、少なくとも 1 つの作動機構を有する気体相バルブアセンブリ又は気体相ポンプアセンブリを含み、

前記第一のチャンバは 2 つ以上のセンサを含む第一のセンサネットワークをさらに含み、前記第一のセンサネットワーク内の各センサは、信号ハブに 1 つ以上の信号を配信するように構成され、前記第一のセンサネットワークは、前記物品を取り囲む気体環境の温度、

圧力及び/又は組成を監視するように構成され、

少なくとも 1 つの制御システムは、同時に、1 つ以上の信号ハブとの間で複数の信号を送信及び複数の信号を受信するように構成され、材料流を調整するための制御可能なユニットを提供する、装置。

【請求項 2】

前記第一のチャンバは、

- a) 1 つ以上の第一の固体相入口を通して、規定可能な比表面積を有する流動性物品を含む固体相を受け取り、
- b) 1 つ以上の第一の固体相出口を通して、規定可能な比表面積を有する処理済表面を有する流動性物品を含む固体相を分配し、
- c) 1 つ以上の第一の気体相入口を通して、規定可能なモル数又はモル流束を有する 1 つ以上の反応性又は非反応性ガス又は前駆体を含む気体相を受け取り、作成し及び/又は収容し、そして、
- d) 1 つ以上の第一の気体相出口を通して、規定可能なモル数又はモル流束を有する 1 つ以上の反応性又は非反応性ガス又は副生成物を含む気体相を分配するように構成されている、請求項 1 記載の装置。

【請求項 3】

1 つ以上の作動機構を有し、複数の流動性物品の材料流量を調整しながら気体環境の温度、圧力及び組成を制御するように構成された、少なくとも 1 つの輸送ユニットをさらに含み、

前記輸送ユニットの入口は、i) 少なくとも 1 つの第一の固体相出口バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリと流体連通し、ii) 信号ハブと双方向制御信号通信し、そして

1 つ以上の輸送ユニット作動機構は、1 つ以上の第一の固体相出口バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリ作動機構と同期作動するように構成されている、請求項 1 記載の装置。

【請求項 4】

第二のチャンバをさらに含み、該第二のチャンバは、

- a) 第二の固体相入口、第二の固体相出口、第二の気体相入口及び第二の気体相出口のそ

れぞれを少なくとも1つ、

b) 前記第二のチャンバの前記第二の固体相入口と流体連通する第二の固体相バルブ又はポンプアセンブリ、

c) 前記第二のチャンバの前記第二の気体相入口に隣接し、それと流体連通する第二の気体相バルブ又はポンプアセンブリ、及び、

d) 共通信号ハブ、

を含み、

少なくとも1つの第二の固体相入口及び少なくとも1つの第二の固体相出口は、信号ハブと双方向制御信号通信を行うように構成された、少なくとも2つの作動機構を有する固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリを含み、

少なくとも1つの第二の気体相入口及び少なくとも1つの第二の気体相出口は、信号ハブとの双方向制御信号通信を行うように構成された、少なくとも1つの作動機構を有する気体相バルブアセンブリ又は気体相ポンプアセンブリを含み、

前記第二のチャンバは、2つ以上のセンサを含む第二のセンサネットワークをさらに含み、前記第二のセンサネットワーク内の各センサは、信号ハブに1つ以上の信号を配信するように構成され、前記第二のセンサネットワークは、前記物品を取り囲む気体環境の温度、圧力及び/又は組成を監視するように構成され、そして

少なくとも1つの制御システムは、1つ以上の信号ハブと複数の信号を同時に送受信するように構成され、材料流を調整するための制御可能なユニットを提供する、

請求項1記載の装置。

【請求項5】

前記第二のチャンバは、

a) 1つ以上の第二の固体相入口を通して、規定可能な比表面積を有する流動性物品を含む固体相を受け取り、

b) 1つ以上の第二の固体相出口を通して、規定可能な比表面積を有する処理済表面を有する流動性物品を含む固体相を分配し、

c) 1つ以上の第二の気体相入口を通して、規定可能なモル数又はモル流体を有する1つ以上の反応性又は非反応性ガス又は前駆体を含む気体相を受け取り、作成し及び/又は収容し、そして、

d) 1つ以上の第二の気体相出口を通して、規定可能なモル数又はモル流束を有する1つ以上の反応性又は非反応性ガス又は副生成物を含む気体相を分配する、ように構成されている、請求項4記載の装置。

【請求項6】

1つ以上の作動機構を有し、複数の流動性物品の材料流量を調整しながら気体環境の温度、圧力及び組成を制御するように構成された、少なくとも1つの輸送ユニットをさらに含み、

前記輸送ユニットの入口は、i) 少なくとも1つの第一の固体相出口バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリと流体連通し、ii) 信号ハブと双方向制御信号通信し、1つ以上の輸送ユニット作動機構は、1つ以上の第一の固体相出口バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリ作動機構と同期作動され、

前記輸送ユニットの出口は、i) 少なくとも1つの第二の固体相入口バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリと流体連通し、ii) 信号ハブと双方向制御信号通信し、1つ以上の輸送ユニット作動機構は1つ以上の第二の固体相入口バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリ作動機構と同期作動される、請求項4記載の装置。

【請求項7】

1つ以上の輸送ユニット作動機構は、1つ以上の第一の固体相出口バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリ作動機構、及び、1つ以上の第二の固体相入口バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリ作動機構と同期作動される、請求項6記載の装置。

【請求項8】

複数の制御システムと、前記複数の制御システムを同時に制御するように構成されたマス

10

20

30

40

50

ター制御システムとをさらに含む、請求項 1 記載の装置。

【請求項 9】

複数の信号ハブと、前記複数の信号ハブへの信号及び該信号ハブからの信号を集約するように構成された共通信号ハブとをさらに含む、請求項 1 記載の装置。

【請求項 10】

バルブアセンブリ又はポンプアセンブリの各作動機構は、

- i) 瞬時の開放、
 - i i) 瞬時の閉止、
 - i i i) プログラム可能な時定数にわたる制御された開放、
 - i v) プログラム可能な時定数にわたる制御された閉止、
 - v) アセンブリを通るコンダクタンスを減らすためのサブコンポーネントの拡張、
 - v i) アセンブリを通るコンダクタンスを増やすためのサブコンポーネントの収縮、
 - v i i) サブコンポーネントの凹又は凸の撓み、
 - v i i i) 固体材料流の方向と同一直線上でのサブコンポーネントの回転、
 - i x) 固体材料流の方向に接線方向でのサブコンポーネントの回転、
 - x) 完全に開いた位置よりも小さい位置へのコンダクタンスの瞬時の増加、
 - x i) 完全に閉じた位置よりも大きい位置へのコンダクタンスの瞬時の低下、
 - x i i) ピストン又はピストン様サブコンポーネントの作動、
 - x i i i) 一次相ユニット体積の通気、収縮又は拡張を促進するために二次相を送達する作動、及び、
 - x i v) 1つ以上のプログラム可能な時定数にわたる正弦波、ディラック関数、三角波又は矩形波の電氣的印加によって開始される作動機構、
- を含む、請求項 1 記載の装置。

【請求項 11】

いずれかの 1つ以上の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリの少なくとも 1つの作動機構は、いずれか 1つ以上の気体バルブ又はポンプアセンブリのいずれか 1つ以上の作動機構と同期して開始されるように構成されている、請求項 1 記載の装置。

【請求項 12】

前記第一のチャンバのいずれか 1つ以上の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリの少なくとも 1つの作動機構は、前記第一のチャンバのいずれか 1つ以上の気体相バルブアセンブリ又は気体相ポンプアセンブリのいずれか 1つ以上の作動機構と同期して開始されるように構成可能であり、
前記第二のチャンバのいずれか 1つ以上の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリの少なくとも 1つの作動機構は、前記第二のチャンバのいずれか 1つ以上の気体相バルブ又はポンプアセンブリのいずれか 1つ以上の作動機構と同期して開始されるように構成可能であり、
前記第二のチャンバのいずれか 1つ以上の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリの少なくとも 1つの作動機構は、前記第一のチャンバのいずれか 1つ以上の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリのいずれか 1つ以上の作動機構と同期して開始されるように構成可能である、
、請求項 4 記載の装置。

【請求項 13】

前記少なくとも 1つの制御システムは機械学習を行うように構成されている、請求項 1 記載の装置。

【請求項 14】

複数の流動性物品に対して第一の表面処理プロセスを実施するための方法であって、
a) 提供され、推定され、測定され又は知られている比表面積を有する複数の流動性物品を第一のチャンバに提供し、少なくとも 1つの制御システムに前記比表面積を入力すること、
b) 表面処理システムの制御システムに、処理される流動性物品の量、質量又は単位体積

の公称目標値を入力し、それによって第一の総表面積目標を規定すること、

c) 前記複数の流動性物品の表面を処理するための反応性前駆体を提供し、経験的又は推定されたプロセス条件を使用して前記第一の総表面積目標の全体を飽和、反応又は処理するのに要求される反応性前駆体の提供され、推定され、測定され又は知られているモル数を前記制御システムに入力し、完全飽和量を規定すること、及び、

d) 目標飽和比を選択して、バッチ、半バッチ、半連続又は連続表面処理プロセスのプロセスレシピを取得すること、ここで、前記プロセスレシピは、前記目標飽和比に関連する少なくとも1つの目標圧力レベルを含む、を含む、方法。

【請求項15】

e) 2つ以上の作動機構を有する1つ以上の第一の固体相入口を通して、目標の量、質量又は単位体積の流動性物品及び気体相環境を第一のチャンバに投与すること、ここで、第一の作動機構は、主に気体相を含む気固組成物の輸送を行い、そして第二の作動機構は、主に固体相を含む気固組成物の輸送を行う、及び、

f) 続いて、1つ以上の作動機構を有する1つ以上の第一の気体相入口を通して、目標のモル数の1つ以上の反応性又は非反応性ガス又は前駆体を含む気体相を前記第一のチャンバに投与すること、ここで、第一の作動機構は、前記固体相が前記第一のチャンバから出てくるのを防止しながら、表面処理反応を行うのに適した条件下で前記気体相の輸送を行う、

をさらに含む、請求項14記載の方法。

【請求項16】

g) 1つ以上の作動機構を有する1つ以上の第一の気体相入口を通して、目標モル数の1つ以上の反応性又は非反応性ガス又は前駆体を含む気体相を第一のチャンバに投与すること、ここで、第一の作動機構は表面処理反応を行うのに適した条件下で前記気体相の輸送を行う、及び、

h) 続いて、2つ以上の作動機構を有する1つ以上の第一の固体相入口を通して、目標の量、質量又は単位体積の流動性物品及び気体相環境を前記第一のチャンバに投与すること、ここで、第一の作動機構は、主に又は完全に気体相を含む気固組成物の輸送を行い、第二の作動機構は、主に固体相を含む気固組成物の輸送を行う、

をさらに含む、請求項14記載の方法。

【請求項17】

i) 2つ以上の作動機構を有する1つ以上の第一の固体相入口を通して、目標の量、質量又は単位体積の流動性物品及び気体相環境を第一のチャンバに投与すること、ここで、第一の作動機構は、主に気体相を含む気固組成物の輸送を行い、第二の作動機構は主に固体相を含む気固組成物の輸送を行う、及び、

j) 1つ以上の作動機構を有する1つ以上の第一の気体相入口を通して、目標モル数の1つ以上の反応性又は非反応性ガス又は前駆体を含む気体相を前記第一のチャンバに同期的に投与すること、ここで、第一の作動機構は、固体相が前記第一のチャンバから出るのを防止しながら、表面処理反応を行うのに適した条件下で前記気体相の輸送を行う、

をさらに含む、請求項14記載の方法。

【請求項18】

k) 1つ以上の圧力測定センサからの信号を監視し、目標圧力レベルが達成されるまで気体相と固体相の滞留時間、許容混合時間及び/又は相互拡散速度を増加させるユニットを組み込むこと、

l) 1つ以上の出口を通して、輸送ユニットに、各相に起因する主な作動機構に関連して、気体及び固体材料を同期的、非同期的、順次に及び/又は周期的に排出すること、

m) 表面処理装填、処理後の比表面積、又は、処理後の粒子サイズ又はサイズ分布の1つ以上について処理済固体材料を特性化し、これらを制御システムに入力して機械学習を組み込むこと、

の1つ以上をさらに含む、請求項15、16又は17記載の方法。

10

20

30

40

50

【請求項 19】

n) 1つ以上の出口を通して、輸送ユニットに、各相に起因する主な作動機構に関連して、気体及び固体材料を同期的、非同期的、順次に及び/又は周期的に排出すること、及び

、
o) 2つ以上の作動機構を有する1つ以上の第二の固体相入口を通して、目標の量、質量又は単位体積の流動性物品及び気体相環境を第二のチャンバに投与することにより第二の表面処理プロセスを開始すること、ここで、第一の作動機構は、主に気体相を含む気固組成物の輸送を行い、第二の作動機構は、主に固体相を含む気固組成物の輸送を行い、ここで、前記第二の反応器チャンバの前記第二の表面処理プロセスは、前記第一の表面処理プロセスに使用されたものとは異なる反応性前駆体、異なる操作圧力、異なる操作温度、異なる滞留時間又は異なる他のプロセスパラメータの1つ以上を利用する、をさらに含む、請求項15、16又は17記載の方法。

10

【請求項 20】

前記第一の表面処理プロセスは、原子層堆積法、分子層堆積法、化学的気相堆積法、物理的気相堆積法、分子層化法、原子層化学的気相堆積法、エピタキシャル堆積法、化学グラフト化法、原子層エッチング法、原子層腐食法、原子層燃焼法又はそれらの組み合わせの1つ以上を含む、請求項15、16又は17記載の方法。

【請求項 21】

火炎溶射法、燃焼溶射法、プラズマ溶射法、噴霧乾燥法又はそれらの組み合わせのうちの1つ以上を実施するように構成されたサブシステムをさらに含む、請求項15、16又は17記載の方法。

20

【請求項 22】

i) 処理圧力、ii) 処理温度、iii) 気体相組成又は流量、iv) 液体相組成又は流量、v) 溶質又は溶媒組成又は流量、及び、vi) 固体相組成又は流量のうちの1つ以上の公称値及び変化率を制御するように構成されたサブシステムをさらに含む、請求項15、16又は17記載の方法。

【請求項 23】

物品を合成又は受け取るためのサブシステム、物品の表面を処理するためのサブシステム、及び物品の表面にコーティングを適用するためのサブシステムを含む、請求項15、16又は17記載の方法。

30

【請求項 24】

複数の複合物品を同期的に処理するのに適した、請求項15、16又は17記載の方法であって、前記流動性物品は1つ以上の個別の粒子、粉末、押出物、顆粒、流動性物体、又は、サイズが125ミリメートル未満の最大寸法を有する物体を含み、前記複合材物品の少なくとも75%の表面はシステムを出るときにコーティング又は処理されている、方法。

【請求項 25】

電池、燃料電池、触媒、コンデンサ、医薬品成分、受動電子部品、太陽電池、3Dプリンタ、半導体デバイス、集積回路、光電子デバイス、熱電デバイス、熱電子デバイス、電気化学デバイス、生物医学デバイス又は電気機械デバイスでの使用に適した材料を製造するように構成された、請求項15、16又は17記載の方法。

40

【請求項 26】

リン、硫黄、窒素、炭素、フッ素、塩素、臭素又はヨウ素を含む前駆体を利用するように構成されている、請求項15、16又は17記載の方法。

【請求項 27】

前駆体は、ホスフィド、ホスフェート、スルフィド、スルフェート、ニトレート、フッ化物、塩化物、臭化物又はヨウ化物を含む、請求項26記載の方法。

【請求項 28】

共通前駆体送達サブシステム、前駆体送達増強サブシステム又は排出物処理又はリサイクルサブシステムのうちの1つ以上をさらに含む、請求項15、16又は17記載の方法。

50

【請求項 29】

機械学習アルゴリズムは、モデル化されたデータ又は経験的データからのサブプロセス偏差を、直接現場信号、間接現場信号、直接外部信号又は間接外部信号のうちの1つ以上に由来する情報を用いて計算する、請求項15、16又は17記載の方法。

【請求項 30】

a) 第一の固体相入口、第一の固体相出口、第一の気体相入口及び第一の気体相出口のそれぞれを少なくとも1つ有する第一のチャンバ、
 b) 第二の固体相入口、第二の固体相出口、第二の気体相入口及び第二の気体相出口のそれぞれを少なくとも1つ有する第二のチャンバ、
 c) 前記第一のチャンバの前記第一の固体相入口と流体連通する第一の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリであって、少なくとも2つの作動機構を有する第一の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリ、
 d) 前記第一のチャンバの前記第一の気体相入口に隣接し、それと流体連通する第一の気体相バルブアセンブリ又は気体相ポンプアセンブリであって、少なくとも1つの作動機構を有する第一の気体相バルブアセンブリ又は気体相ポンプアセンブリ、
 e) 前記第二のチャンバの前記第二の固体相入口と流体連通する第二の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリであって、少なくとも2つの作動機構を有する第二の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリ、
 f) 前記第一のチャンバの前記第二の気体相入口に隣接し、それに流体連通する第二の気体相バルブアセンブリ又は気体相ポンプアセンブリであって、少なくとも1つの作動機構を有する第二の気体相バルブアセンブリ又は気体相ポンプアセンブリ、及び、
 g) 共通信号ハブ、
 を含む、物品を処理するための原子層堆積装置。

10

20

【請求項 31】

各作動機構は、共通信号ハブと双方向信号通信を行うように構成され、そして、

i) 瞬時の開放、
 i i) 瞬時の閉止、
 i i i) プログラム可能な時定数にわたる制御された開放、
 i v) プログラム可能な時定数にわたる制御された閉止、
 v) アセンブリを通るコンダクタンスを減らすためのサブコンポーネントの拡張、
 v i) アセンブリを通るコンダクタンスを増やすためのサブコンポーネントの収縮、
 v i i) サブコンポーネントの凹又は凸の撓み、
 v i i i) 固体材料流の方向と同一直線上でのサブコンポーネントの回転、
 i x) 固体材料流の方向に接線方向でのサブコンポーネントの回転、
 x) 完全に開いた位置よりも小さい位置へのコンダクタンスの瞬時の増加、
 x i) 完全に閉じた位置よりも大きい位置へのコンダクタンスの瞬時の低下、
 x i i) ピストン又はピストン様サブコンポーネントの作動、
 x i i i) 一次相ユニット体積の通気、収縮又は拡張を促進するために二次相を送達する作動、又は、
 x i v) 1つ以上のプログラム可能な時定数にわたる正弦波、ディラック関数、三角波又は矩形波の電氣的印加によって開始される作動機構、
 を含む、請求項30記載の装置。

30

40

【請求項 32】

前記第一のチャンバ及び前記第二のチャンバはそれぞれ、

a) 各固体相入口を通して、規定可能な比表面積を有する前記物品を含む固体相を受け取り、
 b) 各固体相出口を通して、規定可能な比表面積を有する処理済表面を有する前記物品を含む固体相を分配し、
 c) 各気体相入口を通して、規定可能なモル数又はモル流束を有する1つ以上の反応性又は非反応性ガス又は前駆体を含む気体相を受け取り、作成し及び/又は収容し、そして

50

d) 各気体相出口を通して、規定可能なモル数又はモル流束を有する 1 つ以上の反応性又は非反応性ガス又は副生成物を含む気体相を分配する、ように構成されている、請求項 30 記載の装置。

【請求項 33】

前記第一のチャンバは、2 つ以上のセンサを含む第一のセンサネットワークをさらに含み、前記第一のセンサネットワーク内の各センサは、前記共通信号ハブに 1 つ以上の信号を配信するように構成され、前記第一のセンサネットワークは前記物品を取り囲む気体環境の温度、圧力及び/又は組成を監視するように構成されている、請求項 30 記載の装置。

【請求項 34】

同時に、共通信号ハブに複数の信号を送信し、そこから複数の信号を受信するように構成された少なくとも 1 つの制御システムをさらに含み、前記制御システムは、装置全体を通じた材料流を調整するための制御可能なユニットを提供するように構成されている、請求項 30 記載の装置。

【請求項 35】

下記 a) 及び b) と流体連通する第三の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリをさらに含み、

a) 前記第二のチャンバの第二の固体相出口、ここで前記第三の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリは少なくとも 2 つの作動機構を有する、及び、

b) 1 つ以上の作動機構を有し、前記物品の材料流量を調整しながら、気体環境の温度、圧力及び組成を制御するように構成された、第一の輸送ユニット、

前記第一の輸送ユニットは、信号ハブと双方向制御信号通信し、前記第一の輸送ユニットの 1 つ以上の作動機構は、前記第三の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリ作動機構と同期作動するように構成されている、請求項 30 記載の装置。

【請求項 36】

前記第一の輸送ユニットの出口は、少なくとも 2 つの作動機構を有する第四の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリと流体連通し、前記第一の輸送ユニットの 1 つ以上の作動機構は、前記第四の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリ作動機構と同期作動するように構成されている、請求項 35 記載の装置。

【請求項 37】

前記第三の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリの作動機構と同期作動するように構成された前記第一の輸送ユニットの作動機構と、前記第四の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリの作動機構と同期作動するように構成された前記第一の輸送ユニットの作動機構とは、同じである、請求項 35 記載の装置。

【請求項 38】

前記第三の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリの作動機構と同期作動するように構成された前記第一の輸送ユニットの作動機構と、前記第四の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリの作動機構と同期作動するように構成された前記第一の輸送ユニットの作動機構とは、異なる、請求項 35 記載の装置。

【請求項 39】

前記第三の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリと流体連通し、そして前記第一の輸送ユニットと並列である第二の輸送ユニットをさらに含み、前記第二の輸送ユニットは、1 つ以上の作動機構を有し、前記物品の材料流量を調整しながら気体環境の温度、圧力及び組成を制御するように構成され、そして

前記第二の輸送ユニットは、信号ハブと双方向制御信号通信し、前記第二の輸送ユニットの 1 つ以上の作動機構は、前記第三の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリ作動機構と同期作動するように構成されている、請求項 35 記載の装置。

【請求項 40】

各輸送ユニットを通して流れる比表面積が規定されるように、各輸送ユニットに対する処理済表面を有する前記物品を含む固体相の流量を調整するようにさらに構成されている、請求項 39 記載の装置。

10

20

30

40

50

【請求項 4 1】

a) 前記第一のチャンバの前記第一の気体相出口、及び、
 b) 第一の排出物戻りマニホールド、
 に隣接し、それらと流体連通し、それらの間に介在する第三の気体相バルブアセンブリ又は気体相ポンプアセンブリをさらに含み、
 前記第三の気体相バルブアセンブリ又は気体相ポンプアセンブリは、前記共通信号ハブと双方向信号通信する少なくとも 1 つの作動機構を有し、前記第一のチャンバ内の気体環境の圧力を制御するように構成されている、請求項 3 3 記載の装置。

【請求項 4 2】

a) 前記第二のチャンバの前記第二の気体相出口、及び、
 b) 第二の排出物戻りマニホールド、
 に隣接し、それらと流体連通し、それらの間に介在する第四の気体相バルブアセンブリ又は気体相ポンプアセンブリをさらに含み、
 前記第四の気体相バルブアセンブリ又は気体相ポンプアセンブリは、前記共通信号ハブと双方向信号通信する少なくとも 1 つの作動機構を有し、前記第二のチャンバ内の気体環境の圧力を制御するように構成され、
 第四の気体相バルブアセンブリ又は気体相ポンプアセンブリの少なくとも 1 つの作動機構は、前記第三の気体相バルブアセンブリ又は気体相ポンプアセンブリの少なくとも 1 つの作動機構と同期作動するように構成されている、請求項 4 1 記載の装置。

【請求項 4 3】

1 つ以上の作動機構を有し、前記第一の気体相バルブアセンブリ又は気体相ポンプアセンブリと流体連通する、第一の前駆体送達システムをさらに含み、前記前駆体送達システムは、
 i) 外部加熱機構を有する蒸発器ユニット、
 i i) 外部冷却機構を有する蒸発器ユニット、
 i i i) 内部加熱機構を有する蒸発器ユニット、
 i v) 内部冷却機構を有する蒸発器ユニット、
 v) 前記第一のチャンバで実施される特定の物品及びプロセスに構成可能な前駆体体積コントローラ、
 v i) 液体前駆体注入ポンプシステム、
 v i i) 固体前駆体計量システム、
 v i i i) 前記第一のチャンバへの送達が意図された前駆体のモル数に合わせたサイズの 1 つ以上の第一の毛細管ノズル、
 i x) 規定可能な全内部表面積をそれぞれ有する 1 つ以上の第一の膨張タンク、ここで、すべての前記第一の膨張タンクにおける全表面積の組み合わせは、前記第一のチャンバで飽和される物品の全活性表面積より大きい、及び、
 x) 急速熱処理システムを有する第一の蒸発器ユニット、
 を含む、請求項 3 3 記載の装置。

【請求項 4 4】

1 つ以上の作動機構を有し、前記第二の気体相バルブアセンブリ又は気体相ポンプアセンブリと流体連通する第二の前駆体送達システムをさらに含み、前記前駆体送達システムは、
 i) 外部加熱機構を有する第二の蒸発器ユニット、
 i i) 外部冷却機構を有する第二の蒸発器ユニット、
 i i i) 内部加熱機構を有する第二の蒸発器ユニット、
 i v) 内部冷却機構を有する第二の蒸発器ユニット、
 v) 前記第二のチャンバで実施される特定の物品及びプロセスに構成可能な第二の前駆体体積コントローラ、
 v i) 第二の液体前駆体注入ポンプシステム、
 v i i) 第二の固体前駆体計量システム、
 v i i i) 前記第二のチャンバへの送達が意図された前駆体のモル数に合わせたサイズの 1 つ以上の第二の毛細管ノズル、
 i x) 規定可能な全内部表面積をそれぞれ有する 1 つ以上の第二の膨張タンク、ここで、すべての前記第二の膨張タンクにおける全表面積の組み合わせは、前記第二のチャンバで飽和される物品の全活性表面積より大きい、
 x) 急速熱処理システムを有する第二の蒸

10

20

30

40

50

発器ユニットを含み、

第一の前駆体送達システムの少なくとも1つの作動機構は、前記第二の前駆体送達システムの少なくとも1つの作動機構と同期作動される、請求項43記載の装置。

【請求項45】

バッチ、半バッチ、半連続及び連続の原子層堆積プロセス又はサブプロセスのうちの1つ以上を実施するように構成されている、請求項30記載の装置。

【請求項46】

前記第二のチャンバは前記第一のチャンバの下にある、請求項30記載の装置。

【請求項47】

前記第四の固体バルブアセンブリ又はポンプアセンブリの少なくとも一部は、前記第一の固体バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリの少なくとも一部と同一の水平面に配置されている、請求項36記載の装置。

【請求項48】

前記第四の固体バルブアセンブリ又はポンプアセンブリの作動機構は、前記第一の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリの作動機構と同期作動するように構成されている、請求項47記載の装置。

【請求項49】

前記第一の輸送ユニットの出口は、少なくとも2つの作動機構を有する前記第一の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリと流体連通し、前記第一の輸送ユニットの1つ以上の作動機構は前記第一の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリ作動機構と同期作動するように構成されている、請求項35記載の装置。

【請求項50】

前記物品は、粒子、粉末及び多孔性支持体からなる群より選ばれる、請求項30記載の装置。

【請求項51】

前記装置は、約0.1トルの最小圧力で操作するように構成されている、請求項30記載の装置。

【請求項52】

前記装置は、最大約1,500トルの圧力降下に対応するように構成されている、請求項30記載の装置。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

関連特許出願への相互参照

本出願は、2017年8月24日に出願された米国仮出願第62/549,601号及び2018年5月16日に出願された米国仮出願第62/672,289号の利益を主張し、その各々の開示の全体を参照により本明細書中に取り込む。

【0002】

分野

本技術は、一般に、物品を処理するために使用されるシステム、装置及び方法に関し、より具体的には、物品上に層を堆積させるためのシステム、装置及び方法に関する。

【背景技術】

【0003】

背景

ミリメートルスケールからナノメートルサイズまでの粒子、粉末及び流動性物体の組み込みは最終用途製品で至る所に存在している。すべての産業で使用するこれらの材料の有意な割合は、バルク材料自体の特性に悪影響を与えることなくバルク材料の表面特性を変更するアップグレード化又は後処理プロセスによって改良できる。様々な理由により、各分野又は業界は、コーティングされた粒子、粉末又は流動性物体を最終用途製品に組み込むことで、製品の性能に十分な付加価値を与え、各コーティングプロセスに関連するコス

10

20

30

40

50

トが正当化されると判断している。このようなシステムに利用できる気化可能な前駆体の数及び種類を増やすために、過去数十年にわたって多大な努力が払われてきた。しかしながら、幾つかのこれらの材料の評価可能な量を信頼性の高い様式で合成又はカプセル化ユニット操作に送達することには大きな課題が残っている。

【発明の概要】

【0004】

本技術はこれら及び他の欠点を克服することを対象とする。

【0005】

概要

本発明の多くの実施形態の1つの側面は、複数の流動性物品の表面を気体前駆体(vaporous precursor; 以下同じ)で処理するための装置に関し、この装置は、a) 第一の固体相入口、第一の固体相出口、第一の気体相(vapor phase; 以下同じ)入口及び第一の気体相出口のそれぞれの少なくとも1つを有する第一のチャンバ、b) 前記第一のチャンバの前記第一の固体相入口と流体連通する第一の固体相バルブ又はポンプアセンブリ、c) 前記第一のチャンバの前記第一の気体相入口に隣接してそしてそれと流体連通する第一の気体相バルブ又はポンプアセンブリ、d) 共通信号ハブ、及びe) 少なくとも1つの制御システムを含む。

【0006】

少なくとも1つの実施形態において、少なくとも1つの第一の固体相入口及び少なくとも1つの第一の固体相出口は、信号ハブとの双方向制御信号通信を行うように構成された少なくとも2つの作動機構(actuation mechanism; 以下同じ)を有する固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリを含む。少なくとも1つの実施形態において、少なくとも1つの第一の気体相入口及び少なくとも1つの第一の気体相出口は、信号ハブとの双方向制御信号通信を行うように構成された少なくとも1つの作動機構を有する気体相バルブアセンブリ又は気体相ポンプアセンブリを含む。少なくとも1つの実施形態において、前記第一のチャンバは、2つ以上のセンサを含む第一のセンサネットワークをさらに含み、前記第一のセンサネットワーク内の各センサは、信号ハブに1つ以上の信号を送信するように構成され、前記第一のセンサネットワークは、前記物品を取り囲む気体環境の温度、圧力及び/又は組成を監視するように構成されている。少なくとも1つの実施形態において、少なくとも1つの制御システムは、同時に、1つ以上の信号ハブに複数の信号を送信し、そこから複数の信号を受信するように構成され、かつ材料流を調整するための制御可能なユニットを提供する。

【0007】

少なくとも1つの実施形態において、第一のチャンバは、a) 1つ以上の第一の固体相入口を通して規定可能な比表面積(definable specific surface area; 以下同じ)を有する流動性物品を含む固体相を受け取り、b) 1つ以上の第一の固体相出口を通して規定可能な比表面積を有する処理済表面を有する流動性物品を含む固体相を分配し、c) 1つ以上の第一の気体相入口を通して規定可能なモル数又はモル流束を有する1つ以上の反応性又は非反応性ガス又は前駆体を含む気体相を受け取り、作成し及び/又は収容し、d) 1つ以上の第一の気体相出口を通して規定可能なモル数又はモル流束を有する1つ以上の反応性又は非反応性ガス又は副生成物を含む気体相を分配するように構成されている。

【0008】

少なくとも1つの実施形態において、装置は、1つ以上の作動機構を有し、複数の流動性物品の材料流量を調整しながら気体環境の温度、圧力及び組成を制御するように構成されている少なくとも1つの輸送ユニットをさらに含む。少なくとも1つの実施形態において、前記輸送ユニットの入口は、i) 少なくとも1つの第一の固体相出口バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリと流体連通し、ii) 信号ハブと双方向制御信号通信し、そして1つ以上の輸送ユニット作動機構は、1つ以上の第一の固体相出口バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリ作動機構との同期作動するように構成されている。

【0009】

10

20

30

40

50

少なくとも1つの実施形態において、装置は、第二のチャンバを含み、該第二のチャンバは、a) 第二の固体相入口、第二の固体相出口、第二の気体相入口及び第二の気体相出口のそれぞれの少なくとも1つ、b) 前記第二のチャンバの第二の固体相入口と流体連通する第二の固体相バルブ又はポンプアセンブリ、c) 前記第二のチャンバの第二の気体相入口に隣接しそして流体連通する第二の気体相バルブ又はポンプアセンブリ、及び、d) 共通の信号ハブを含む。少なくとも1つの実施形態において、少なくとも1つの第二の固体相入口及び少なくとも1つの第二の固体相出口は、信号ハブとの双方向制御信号通信を行うように構成された少なくとも2つの作動機構を有する固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリを含む。少なくとも1つの実施形態において、少なくとも1つの第二の気体相入口及び少なくとも1つの第二の気体相出口は、信号ハブとの双方向制御信号通信のために構成された少なくとも1つの作動機構を有する気体相バルブアセンブリ又は気体相ポンプアセンブリを含む。少なくとも1つの実施形態において、前記第二のチャンバは、2つ以上のセンサを含む第二のセンサネットワークをさらに含み、前記第二のセンサネットワーク内の各センサは、信号ハブに1つ以上の信号を配信するように構成され、前記第二のセンサネットワークは、前記物品を取り囲む気体環境の温度を、圧力及び／又は組成を監視するように構成されている。少なくとも1つの実施形態において、少なくとも1つの制御システムは、1つ以上の信号ハブに同時に複数の信号を送受信するように構成され、材料流を調整するための制御可能なユニットを提供する。

10

【0010】

少なくとも1つの実施形態において、第二のチャンバは、a) 1つ以上の第二の固体相入口を通して規定可能な比表面積を有する流動性物品を含む固体相を受け取り、b) 1つ以上の第二の固体相出口を通して規定可能な比表面積を有する処理済表面を有する流動性物品を含む固体相を分配し、c) 1つ以上の第二の気体相入口を通して規定可能なモル数又はモル流束を有する1つ以上の反応性又は非反応性ガス又は前駆体を含む気体相を受け取り、作成し及び／又は収容し、d) 1つ以上の第二の気体相出口を通して規定可能なモル数又はモル流束を有する1つ以上の反応性又は非反応性ガス又は副生成物を含む気体相を分配するように構成されている。

20

【0011】

少なくとも1つの実施形態において、装置は、1つ以上の作動機構を有し、複数の流動性物品の材料流量を調整しながら気体環境の温度、圧力及び組成を制御するように構成されている少なくとも1つの輸送ユニットをさらに含む。少なくとも1つの実施形態において、前記輸送ユニットの入口は、i) 少なくとも1つの第一の固体相出口バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリと流体連通し、ii) 信号ハブと双方向制御信号通信し、そして1つ以上の輸送ユニット作動機構は、1つ以上の第一の固体相出口バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリ作動機構との同期作動される。

30

【0012】

少なくとも1つの実施形態において、前記輸送ユニットの出口は、i) 少なくとも1つの第二の固体相入口バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリと流体連通し、ii) 信号ハブと双方向制御信号通信している。少なくとも1つの実施形態において、1つ以上の輸送ユニット作動機構は、1つ以上の第二の固体相入口バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリ作動機構と同期作動される。

40

【0013】

少なくとも1つの実施形態において、1つ以上の輸送ユニット作動機構は、1つ以上の第一の固体相出口バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリ作動機構、及び1つ以上の第二の固体相入口バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリ作動機構と同期作動される。

【0014】

少なくとも1つの実施形態において、装置は、複数の制御システムと、前記複数の制御システムを同時に制御するように構成されたマスター制御システムとをさらに含む。

【0015】

50

少なくとも1つの実施形態において、装置は、複数の信号ハブと、前記複数の信号ハブとの間で信号を集約するように構成された共通信号ハブとをさらに含む。

【0016】

少なくとも1つの実施形態において、バルブアセンブリ又はポンプアセンブリの各作動機構は、i) 瞬時の開放、ii) 瞬時の閉止、iii) プログラム可能な時定数にわたる制御された開放、iv) プログラム可能な時定数にわたる制御された閉止、v) アセンブリを通るコンダクタンスを減らすためのサブコンポーネントの拡張、vi) アセンブリを通るコンダクタンスを増やすためのサブコンポーネントの収縮、vii) サブコンポーネントの凹又は凸の撓み、viii) 固体材料流の方向と同一直線上でのサブコンポーネントの回転、ix) 固体材料流の方向に接線方向でのサブコンポーネントの回転、x) 完全に開いた位置よりも小さい位置へのコンダクタンスの瞬時の増加、xi) 完全に閉じた位置よりも大きい位置へのコンダクタンスの瞬時の低下、xii) ピストン又はピストン様サブコンポーネントの作動、xiii) 一次相ユニット体積の通気、収縮又は拡張を促進するために二次相を送達する作動、又は、xiv) 1つ以上のプログラム可能な時定数にわたる正弦波、ディラック関数、三角波又は矩形波の電氣的印加によって開始される作動機構のうちの1つ以上を含む。

10

【0017】

少なくとも1つの実施形態において、任意の1つ以上の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリの少なくとも1つの作動機構は、任意の1つ以上の気体相バルブ又はポンプアセンブリの任意の1つ以上の作動機構と同期して開始されるように構成されている。

20

【0018】

少なくとも1つの実施形態において、第一のチャンバの任意の1つ以上の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリの少なくとも1つの作動機構は、第一のチャンバの任意の1つ以上の気体相バルブアセンブリ又は気体相ポンプアセンブリの任意の1つ以上の作動機構と同期して開始されるように構成可能である。少なくとも1つの実施形態において、第二のチャンバの任意の1つ以上の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリの少なくとも1つの作動機構は、第二のチャンバの任意の1つ以上の気体相バルブ又はポンプアセンブリの任意の1つ以上の作動機構と同期して開始されるように構成可能である。少なくとも1つの実施形態において、第二のチャンバの任意の1つ以上の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリの少なくとも1つの作動機構は、第一のチャンバの任意の1つ以上の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリの任意の1つ以上の作動機構と同期して開始されるように構成可能である。

30

【0019】

少なくとも1つの実施形態において、少なくとも1つの制御システムは機械学習するように構成されている。

【0020】

本発明の多くの実施形態の別の側面は、a) 提供され、推定され、測定され又は知られている比表面積を有する複数の流動性物品を第一のチャンバに提供し、そして前記比表面積を少なくとも1つの制御システムに入力すること、b) 表面処理システムの制御システムに、処理される流動性物品の量、質量又は単位体積の公称目標を入力し、それにより、第一の総表面積目標を規定すること、c) 前記複数の流動性物品の表面を処理する反応性前駆体を提供し、そして経験的な又は推定されたプロセス条件を使用して、第一の総表面積目標の全体を飽和し、それと反応させ又は処理するのに必要とされる反応性前駆体の提供され、推定され、測定され又は知られているモル数を前記制御システムに入力し、それにより、完全飽和量を規定すること、d) 目標飽和比を選択して、バッチ、半バッチ、半連続又は連続表面処理プロセスのプロセスレシピを取得し、前記プロセスレシピは、前記目標飽和比に関係する少なくとも1つの目標圧力レベルを含む、複数の流動性物品に対して第一の表面処理プロセスを実施する方法に関する。

40

【0021】

50

少なくとも1つの実施形態において、この方法は、e) 目標の量、質量又は単位体積の流動性物品及び気体相環境を、2つ以上の作動機構を有する1つ以上の第一の固体相入口を通して第一のチャンバに投与すること、ここで、第一の作動機構は主として気体相を含む気体／固体組成物の輸送を行い、第二の作動機構は主として固体相を含む気体／固体組成物の輸送を行う、及びf) 次いで、目標モル数の1つ以上の反応性又は非反応性ガス又は前駆体を含む気体相を、1つ以上の作動機構を有する1つ以上の第一の気体相入口を通して前記第一のチャンバに投与すること、ここで、第一の作動機構は前記固体相が第一のチャンバを出るのを防止しながら、表面処理反応を実施するのに適した条件下で、前記気体相の輸送を行う、をさらに含む。

【0022】

10

少なくとも1つの実施形態において、この方法は、g) 目標モル数の1つ以上の反応性又は非反応性ガス又は前駆体を含む気体相を、1つ以上の作動機構を有する1つ以上の第一の気体相入口を通して第一のチャンバに投与すること、ここで、1つ以上の作動機構は、表面処理反応を実施するのに適した条件下で、前記気体相の輸送を実施する、h) 次いで、目標の量、質量又は単位体積の流動性物品及び気体相環境を、2つ以上の作動機構を有する1つ以上の第一の固体相入口を通して前記第一のチャンバに投与すること、ここで、第一の作動機構は、主として又は完全に気体相を含む気体／固体組成物の輸送を行い、第二の作動機構は主として固体相を含む気体／固体組成物の輸送を行う。

【0023】

少なくとも1つの実施形態において、この方法は、i) 目標の量、質量又は単位体積の流動性物品及び気体相環境を、2つ以上の作動機構を有する1つ以上の第一の固体相入口を通して第一のチャンバに投与すること、ここで、第一の作動機構は主として気体相を含む気体／固体組成物の輸送を行い、第二の作動機構は主として固体相を含む気体／固体組成物の輸送を行い、そしてj) 目標モル数の1つ以上の反応性又は非反応性ガス又は前駆体を含む気体相を、1つ以上の作動機構を有する1つ以上の第一の気体相入口を通して前記第一のチャンバに同期的に投与すること、ここで、第一の作動機構は、固体相が前記第一のチャンバを出るのを防止しながら、表面処理反応を実施するのに適した条件下で、前記気体相の輸送を行う、をさらに含む。

20

【0024】

少なくとも1つの実施形態において、この方法は、k) 1つ以上の圧力測定センサからの信号を監視し、上記の目標圧力レベルが達成されるまで、滞留時間、許容混合時間及び／又は気体相と固体相との相互拡散速度を増加させるユニットを組み込むこと、l) 1つ以上の出口を通して輸送ユニットへ、各相に起因する主な作動機構に関係して、気体及び固体材料を同期的に、非同期的に、順次に及び／又は周期的に排出すること、及びm) 表面処理装填、処理後の比表面積又は処理後の粒子サイズ又はサイズ分布の1つ以上について、処理済み固体材料を特徴化し、これらを制御システムに入力して機械学習を組み込むこと、の1つ以上をさらに含む。

30

【0025】

少なくとも1つの実施形態において、この方法は、n) 1つ以上の出口を通して輸送ユニットに、各相に起因する主な作動機構に関係して、気体及び固体材料を同期的に、非同期的に、順次に及び／又は周期的に排出すること、及びo) 目標の量、質量又は単位体積の流動性物品及び気体相環境を、2つ以上の作動機構を有する1つ以上の第二の固体相入口を通して第二のチャンバに投与することによって第二の表面処理プロセスを開始すること、ここで、第一の作動機構は、主として気体相を含む気体／固体組成物の輸送を行い、第二の作動機構は、主として固体相を含む気体／固体組成物の輸送を行う、をさらに含む。少なくとも1つの実施形態において、前記第二の反応器チャンバにおける前記第二の表面処理プロセスは、前記第一の表面処理プロセスに使用したものとは異なる反応性前駆体、異なる操作圧力、異なる操作温度、異なる滞留時間又は異なる他のプロセスパラメータのうちの1つ以上を利用する。

40

【0026】

50

少なくとも1つの実施形態において、第一の表面処理プロセスは、原子層堆積法、分子層堆積法、化学的気相堆積法、物理的気相堆積法、分子層化法(molecular layering process)、原子層化学的気相堆積法、エピタキシャル堆積法、化学グラフト化法、原子層エッチング法、原子層腐食法、原子層燃焼法又はそれらの組み合わせの1つ以上を含む。

【0027】

少なくとも1つの実施形態において、方法は、火炎溶射法、燃焼溶射法、プラズマ溶射法、噴霧乾燥法又はそれらの組み合わせのうちの1つ以上を実施するように構成されたサブシステムをさらに含む。

【0028】

少なくとも1つの実施形態において、この方法は、i) 処理圧力、ii) 処理温度、iii) 気体相組成又は流量、iv) 液体相組成又は流量、v) 溶質又は溶媒組成又は流量、及び、vi) 固体相組成又は流量のうちの1つ以上の公称値及び変化率を制御するように構成されたサブシステムをさらに含む。

【0029】

少なくとも1つの実施形態において、この方法は、物品を合成又は受け取るためのサブシステム、物品の表面を処理するためのサブシステム、及び、物品の表面にコーティングを適用するためのサブシステムを含む。

【0030】

少なくとも1つの実施形態において、この方法は、複数の複合材物品を同期的に処理するのに適しており、流動性物品は、1つ以上の分離した粒子、粉末、押出物、顆粒、流動性物体を含む。少なくとも1つの実施形態において、この方法は、サイズが125ミリメートル未満の最大寸法を有する物体を処理し、前記複合材物品の少なくとも75%の表面はシステムを出るときにコーティング又は処理されているのに適している。

【0031】

少なくとも1つの実施形態において、この方法は、電池、燃料電池、触媒、コンデンサ、医薬品成分、受動電子部品、太陽電池、3Dプリンタ、半導体デバイス、集積回路、光電子デバイス、熱電デバイス、熱電子デバイス、電気化学デバイス、生物医学デバイス又は電気機械デバイスでの使用に適した材料を製造するように構成されている。

【0032】

少なくとも1つの実施形態において、この方法は、リン、硫黄、窒素、炭素、フッ素、塩素、臭素又はヨウ素を含む前駆体を利用するように構成されている。少なくとも1つの実施形態において、前駆体は、ホスフィド、ホスフェート、スルフィド、スルフェート、ニトレート、フッ化物、塩化物、臭化物又はヨウ化物を含む。

【0033】

少なくとも1つの実施形態において、この方法は、共通前駆体送達サブシステム、前駆体送達増強サブシステム又は排出物処理又はリサイクルサブシステムのうちの1つ以上をさらに含む。

【0034】

少なくとも1つの実施形態において、機械学習アルゴリズムは、直接現場信号、間接現場信号、直接外部信号又は間接外部信号のうちの1つ以上から導出された情報を用いて、モデル化又は経験データからサブプロセス偏差を計算する。

【0035】

本発明の多くの実施形態の別の側面は、a) 第一の固体相入口、第一の固体相出口、第一の気体相入口及び第一の気体相出口のそれぞれ少なくとも1つを有する第一のチャンバ、b) 第二の固体相入口、第二の固体相出口、第二の気体相入口及び第二の気体相出口のそれぞれ少なくとも1つを有する第二のチャンバ、c) 前記第一のチャンバの前記第一の固体相入口と流体連通する第一の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリ、ここで、前記第一の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリは少なくとも2つの作動機構を有する、d) 前記第一のチャンバの前記第一の気体相入口に隣接し、流体連通している第一の気体相バルブアセンブリ又は気体相ポンプアセンブリ、ここで、前記第

10

20

30

40

50

一の気体相バルブアセンブリ又は気体相ポンプアセンブリは少なくとも1つの作動機構を有する、e) 前記第二のチャンバの前記第二の固体相入口と流体連通する第二の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリ、ここで、前記第二の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリは少なくとも2つの作動機構を有する、f) 前記第一のチャンバの前記第二の気体相入口に隣接し、流体連通する第二の気体相バルブアセンブリ又は気体相ポンプアセンブリ、ここで、前記第二の気体相バルブアセンブリ又は気体相ポンプアセンブリは少なくとも1つの作動機構を有する、及び、g) 共通信号ハブを含む、物品を処理するための原子層堆積装置に関する。

【0036】

少なくとも1つの実施形態において、原子層堆積装置の各作動機構は、共通信号ハブとの双方向信号通信を行うように構成され、i) 瞬時の開放、ii) 瞬時の閉止、iii) プログラム可能な時定数にわたる制御された開放、iv) プログラム可能な時定数にわたる制御された閉止、v) アセンブリを通るコンダクタンスを減らすためのサブコンポーネントの拡張、vi) アセンブリを通るコンダクタンスを増やすためのサブコンポーネントの収縮、vii) サブコンポーネントの凹又は凸の撓み(concave or convex deflection;以下同じ)、viii) 固体材料流の方向と同一直線上でのサブコンポーネントの回転、ix) 固体材料流の方向に接線方向でのサブコンポーネントの回転、x) 完全に開いた位置よりも小さい位置へのコンダクタンスの瞬時の増加、xi) 完全に閉じた位置よりも大きい位置へのコンダクタンスの瞬時の低下、xii) ピストン又はピストン様サブコンポーネントの作動、xiii) 一次相ユニット体積の通気、収縮又は拡張を促進するために二次相を送達する作動、又は、xiv) 1つ以上のプログラム可能な時定数にわたる正弦波、ディラック関数、三角波又は矩形波の電氣的印加によって開始される作動機構からなる群より選ばれる。

【0037】

少なくとも1つの実施形態において、原子層堆積装置の前記第一のチャンバ及び第二のチャンバは、それぞれ、a) 各固体相入口を通して規定可能な比表面積を有する前記物品を含む固体相を受け取り、b) 各固体相出口を通して規定可能な比表面積を有する処理済表面を有する前記物品を含む固体相を分配し、c) 各気体相入口を通して規定可能なモル数又はモル流束を有する1つ以上の反応性又は非反応性ガス又は前駆体を含む気体相を受け取り、作成し及び/又は収容し、そしてd) 各気体相出口を通して規定可能なモル数又はモル流束を有する1つ以上の反応性又は非反応性ガス又は副生成物を含む気体相を分配するように構成されている。

【0038】

少なくとも1つの実施形態において、原子層堆積装置の前記第一のチャンバは、2つ以上のセンサを含む第一のセンサネットワークをさらに含み、前記第一のセンサネットワーク内の各センサは、前記共通信号ハブに1つ以上の信号を配信するように構成され、前記第一のセンサネットワークは前記物品を取り囲む気体環境の温度、圧力及び/又は組成を監視するように構成されている。

【0039】

少なくとも1つの実施形態において、原子層堆積装置は、同時に、共通信号ハブに複数の信号を送信し、そこから複数の信号を受信するように構成された少なくとも1つの制御システムをさらに含み、前記制御システムは装置全体にわたる材料流を調整するための制御可能なユニットを提供するように構成されている。

【0040】

少なくとも1つの実施形態において、原子層堆積装置は、第三の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリをさらに含み、これは、a) 前記第二のチャンバの第二の固体相出口、ここで前記第三の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリは少なくとも2つの作動機構を有する、及び、b) 1つ以上の作動機構を有し、そして前記物品の材料流量を調整しながら気体環境の温度、圧力及び組成を制御するように構成されている第一の輸送ユニット、と流体連通する。少なくとも1つの実施形態において、原子層堆

積装置の前記第一の輸送ユニットは、信号ハブと双方向制御信号通信し、前記第一の輸送ユニットの1つ以上の作動機構は、前記第三の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリ作動機構と同期作動するように構成されている。

【0041】

少なくとも1つの実施形態において、前記第一の輸送ユニットの出口は、少なくとも2つの作動機構を有する第四の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリと流体連通しており、前記第一の輸送ユニットの1つ以上の作動機構は、前記第四の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリ作動機構と同期作動するように構成されている。

【0042】

少なくとも1つの実施形態において、前記第三の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリの作動機構と同期作動するように構成された前記第一の輸送ユニットの作動機構、及び、前記第四の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリの作動機構と同期作動するように構成された前記第一の輸送ユニットの作動機構は、同じである。

10

【0043】

少なくとも1つの実施形態において、前記第三固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリの作動機構と同期作動するように構成された前記第一の輸送ユニットの作動機構、及び、前記第四の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリの作動機構と同期作動するように構成された前記第一の輸送ユニットの作動機構は、異なる。

【0044】

少なくとも1つの実施形態において、原子層堆積装置は、前記第三の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリと流体連通し、そして前記第一の輸送ユニットと並列である第二の輸送ユニットをさらに含み、前記第二の輸送ユニットは、1つ以上の作動機構を有し、そして前記物品の材料流量を調整しながら、気体環境の温度、圧力及び組成を制御するように構成されている。少なくとも1つの実施形態において、原子層堆積装置の前記第二の輸送ユニットは、信号ハブと双方向制御信号通信し、前記第二の輸送ユニットの1つ以上の作動機構は、前記第三の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリ作動機構と同期作動するように構成されている。

20

【0045】

少なくとも1つの実施形態において、この装置は、各輸送ユニットを流れる比表面積が規定されるように、各輸送ユニットへの処理済表面を有する前記物品を含む固体相の流量を調整するようにさらに構成されている。

30

【0046】

少なくとも1つの実施形態において、原子層堆積装置は、a) 前記第一のチャンバの前記第一の気体相出口及びb) 第一の排出物戻りマニホールドに隣接し、それらの間で流体連通し、介在している第三の気体相バルブアセンブリ又は気体相ポンプアセンブリをさらに含む。少なくとも1つの実施形態において、前記共通信号ハブと双方向信号通信する少なくとも1つの作動機構を有する前記第三気体相バルブアセンブリ又は気体相ポンプアセンブリは、前記第一のチャンバ内の気体環境の圧力を制御するように構成されている。

【0047】

少なくとも1つの実施形態において、原子層堆積装置は、a) 前記第二のチャンバの前記第二の気体相出口及びb) 第二の排出物戻りマニホールドに隣接し、それらの間で流体連通し、介在している第四の気体相バルブアセンブリ又は気体相ポンプアセンブリをさらに含む。少なくとも1つの実施形態において、前記第四の気体相バルブアセンブリ又は、前記共通信号ハブと双方向信号通信する少なくとも1つの作動機構を有し、気体相ポンプアセンブリは前記第二チャンバ内の気体環境の圧力を制御するように構成されている。少なくとも1つの実施形態において、第四の気体相バルブアセンブリ又は気体相ポンプアセンブリの少なくとも1つの作動機構は、前記第三の気体相バルブアセンブリ又は気体相ポンプアセンブリの少なくとも1つの作動機構と同期作動するように構成されている。

40

【0048】

少なくとも1つの実施形態において、原子層堆積装置は、1つ以上の作動機構を有し、前

50

記第一の気体相バルブアセンブリ又は気体相ポンプアセンブリと流体連通する第一の前駆体送達システムをさらに含み、前記前駆体送達システムは、i) 外部加熱機構を有する蒸発器ユニット、ii) 外部冷却機構を有する蒸発器ユニット、iii) 内部加熱機構を有する蒸発器ユニット、iv) 内部冷却機構を有する蒸発器ユニット、v) 前記第一のチャンバ内で実施される特定の物品及びプロセスに構成可能な前駆体体積コントローラ、vi) 液体前駆体注入ポンプシステム、vii) 固体前駆体計量システム、viii) 前記第一のチャンバへの送達が意図された前駆体のモル数に合わせたサイズの1つ以上の第一の毛細管ノズル、ix) 各々が規定可能な総内部表面積を有する1つ以上の第一の膨張タンク、ここで、すべての第一の膨張タンクの総表面積の組み合わせは、前記第一のチャンバ内で飽和される物品の総活性表面積より大きい、及び、x) 急速熱処理システムを有する第一の蒸発器ユニットを含む。

10

【0049】

少なくとも1つの実施形態において、この装置は、1つ以上の作動機構を有し、前記第二の気体相バルブアセンブリ又は気体相ポンプアセンブリと流体連通する第二の前駆体送達システムをさらに含み、前記前駆体送達システムは、i) 外部加熱機構を有する第二の蒸発器ユニット、ii) 外部冷却機構を有する第二の蒸発器ユニット、iii) 内部加熱機構を有する第二の蒸発器ユニット、iv) 内部冷却機構を有する第二の蒸発器ユニット、v) 前記第二のチャンバ内で実施される特定の物品及びプロセスに構成可能な第二の前駆体体積コントローラ、vi) 第二の液体前駆体注入ポンプシステム、vii) 第二の固体前駆体計量システム、viii) 前記第二のチャンバへの送達が意図された前駆体のモル数に合わせたサイズの1つ以上の第二の毛細管ノズル、ix) 各々が規定可能な全内部表面積を有する1つ以上の第二の膨張タンク、ここで、すべての第二の膨張タンクの総表面積の組み合わせは、前記第二のチャンバ内で飽和される物品の総活性表面積より大きい、及び、x) 急速熱処理システムを有する第二の蒸発器ユニットを含む。少なくとも1つの実施形態において、第一の前駆体送達システムの少なくとも1つの作動機構は、前記第二の前駆体送達システムの少なくとも1つの作動機構と同期作動される。

20

【0050】

少なくとも1つの実施形態において、原子層堆積装置は、バッチ、半バッチ、半連続及び連続の原子層堆積プロセス又はサブプロセスのうちの1つ以上を実施するように構成されている。

30

【0051】

少なくとも1つの実施形態において、第二のチャンバは第一のチャンバの下にある。

【0052】

少なくとも1つの実施形態において、第四の固体バルブアセンブリ又はポンプアセンブリの少なくとも一部は、前記第一の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリの少なくとも一部と同じ水平面に配置されている。

【0053】

少なくとも1つの実施形態において、第四の固体バルブアセンブリ又はポンプアセンブリの作動機構は、前記第一の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリの作動機構と同期作動するように構成されている。

40

【0054】

少なくとも1つの実施形態において、前記第一の輸送ユニットの出口は、少なくとも2つの作動機構を有する前記第一の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリと流体連通し、前記第一の輸送ユニットの1つ以上の作動機構は、前記第一の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリ作動機構と同期作動するように構成されている。

【0055】

少なくとも1つの実施形態において、物品は、粒子、粉末及び多孔性支持体からなる群より選ばれる。

【0056】

少なくとも1つの実施形態において、装置は約0.1トルの最小圧力で操作するように構

50

成されている。少なくとも1つの実施形態において、装置は約1,500トル以下の圧力降下に対応するように構成されている。

【0057】

これらの特徴及び他の特徴は、その構成及び操作方法とともに、添付の図面と併せたときに以下の詳細な説明から明らかになるであろう。

【図面の簡単な説明】

【0058】

図面の簡単な説明

1つ以上の実施形態の詳細は、添付の図面及び以下の記載に示されている。本開示の他の特徴、側面及び利点は、記載、図面及び特許請求の範囲から明らかになるであろう。図面において、同様の構成要素を示すために、様々な図を通して同様の参照番号が使用されている。

【0059】

【図1】図1A～1Dは、本技術の例示的な実施形態による、場合により行う合成、前処理工程及び後処理工程とともにコーティング工程を有する、最適化された下部構造及び表面構造を有するコーティングされた粉末を製造する多段階方法を示す。

【0060】

【図2】図2は、本技術の例示的な実施形態による、図1Aのプロセスフローを示す操作フローダイアグラムである。

【0061】

【図3】図3は、本技術の例示的な実施形態による、共通信号ハブ及びマルチセンサ制御を用いた機械学習のための制御スキームを備えた、図2に示されたコーティングサブシステムを示す操作フローダイアグラムである。

【0062】

【図4】図4は、本技術の例示的な実施形態による、マルチゾーン化学前駆体の貯蔵、送達及びリサイクルシステムを示す操作フローダイアグラムである。

【0063】

【図5】図5は、本技術の例示的な実施形態による、低蒸気圧液体及び固体前駆体のための前処理、表面コーティング又は後処理操作を行うように構成された一連の二段階回転処理システムを示す操作フローダイアグラムである。

【0064】

【図6】図6は、本技術の例示的な実施形態による、多段階連続処理及び／又はコーティングシステムを示す操作フローダイアグラムである。

【0065】

【図7】図7は、本技術の例示的な実施形態による、多段階バッチ、半バッチ、半連続又は連続処理及び／又はコーティングシステムを示す操作フローダイアグラムである。

【0066】

【図8】図8は、本技術の例示的な実施形態による、共通の合成サブシステム、共通の第一の処理サブシステム、分散型及び／又は並列型及び同期型のコーティングシステムを示す操作フローダイアグラムである。

【0067】

【図9】図9は、本技術の例示的な実施形態による、非同期の気体／固体コーティング又は処理システムを示す操作フローダイアグラムである。

【0068】

【図10】図10は、本技術の例示的な実施形態による、同期の気体／固体コーティング又は処理システムを示す操作フローダイアグラムである。

【0069】

【図11】図11は、本技術の別の例示的な実施形態による、非同期の気体／固体コーティング又は処理システムを示す操作フローダイアグラムである。

【0070】

10

20

30

40

50

【図12】図12は、本技術のさらに別の例示的な実施形態による、非同期の気体／固体コーティング又は処理システムを示す操作フローダイアグラムである。

【0071】

【図13】図13は、本技術の例示的な実施形態による、最適化されたりチウムイオン電池のカソード粉末を生成するためのプロセスフローを示す操作フローダイアグラムである。

【0072】

【図14】図14Aは、本技術の例示的な実施形態による、前処理された図1Dの方法の基材粉末のTEM画像の概略図である。図14Bは、本技術の例示的な実施形態による、前処理され、次いでALD法を使用して表面コーティングされた図1Dの方法の基材粉末のTEM画像の概略図である。図14Cは、本技術の例示的な実施形態による、前処理され、次いでALD法を使用して表面コーティングされ、次いで、後処理プロセスが行われる、図1Dの方法の基材粉末のTEM画像の概略図である。

【0073】

【図15】図15は、本技術の例示的な実施形態による、共通信号ハブとコンピュータ制御プロセスとの間の相互関係を示すブロックダイアグラムである。

【0074】

【図16】図16は、本技術の例示的な実施形態による、電子データベースサーバーに格納された重要入力に基づいて1つ以上のバルブ依存サブシステムにプロセス制御を提供するために使用される方法を示すブロックダイアグラムである。

【0075】

【図17】図17は、本技術の例示的な実施形態による、温度信号及び制御ループの背後の制御スキームを示すブロックダイアグラムである。

【0076】

図の幾つか又はすべては例示の目的のための概略図であることが認識されるであろう。図面は1つ以上の実施形態を例示する目的で提供され、特許請求の範囲又はその意味を限定するために使用されないことが明確に理解される。特定の高さ、長さ、幅、相対的なサイズ、チャンバの数、サブチャンバなどの描写は、例としてのみ役立つことが意図されており、本技術の範囲を限定することが意図されない。

【発明を実施するための形態】

【0077】

詳細な説明

様々な実施形態は以下に記載される。特定の実施形態は、網羅的な記載として、又は本明細書で議論される、より広範な側面に対する限定として意図されるものではないことに留意されたい。特定の実施形態に関連して記載される1つの側面は、必ずしもその実施形態に限定されるものではなく、他の任意の実施形態で実施することができる。

【0078】

本明細書において、明確さ及び簡潔な記載を目的として、本技術の同一又は別個の側面又は実施形態の一部として特徴を記載することができる。当業者は、本技術の範囲が、同一又は別個の実施形態の一部として本明細書に記載された特徴のすべて又は幾つかの組み合わせを有する実施形態を含むことができることを理解するであろう。

【0079】

本技術の様々な技術及び機構は、明確にするために時々単数形で記載される。しかしながら、幾つかの実施形態は、特に明記しない限り、技術の複数の反復又は機構の複数の具体化を含むことに留意されたい。以下の記載において、本技術の完全な理解を提供するために、多くの特定の詳細は示されている。本技術の特定の例示的な実施形態は、これらの特定の詳細の一部又はすべてなしで実施されうる。他の例において、本技術を不必要に曖昧にしないために、周知のプロセス操作は詳細には記載されていない。

【0080】

以下の用語は全体を通して使用され、以下に定義されたとおりである。

【0081】

本明細書及び添付の特許請求の範囲で使用されるときに、「a」及び「an」及び「the」などの単数形の冠詞及び要素を記載する関係（特に以下の特許請求の範囲の関係）における類似の指示対象は、本明細書で特に明記しない限り、又は文脈により明らかに矛盾しない限り、単数及び複数の両方を網羅すると解釈される。本明細書における値の範囲の列挙は、本明細書で特に明記しない限り、範囲内に入る各個別の値を個別に参照する略記法として機能することのみを意図しており、各個別の値は、本明細書に個別に列挙されているかのように明細書に組み込まれる。本明細書で記載されるすべての方法は、本明細書で特に指示されない限り、又は文脈により明らかに矛盾しない限り、任意の適切な順序で行うことができる。本明細書で提供されるありとあらゆる実施例又は例示的な言葉（例えば、「など」）の使用は、実施形態をより良く明らかにすることのみを意図しており、特に明記しない限り、特許請求の範囲を限定しない。明細書中の言語は、特許請求されていない要素が必須であることを示すと解釈されるべきではない。

10

【0082】

本明細書に例示的に記載される実施形態は、本明細書に具体的に開示されていない任意の要素又は複数の要素、制限又は複数の制限がなくても適切に実施することができる。したがって、例えば、「含む (comprising)」、「含む (including)」、「含む (containing)」などの用語は、限定的ではなく広範に読まれなければならない。さらに、本明細書中に使用されている用語及び表現は説明の用語として使用されており、限定するものではない。そのような用語及び表現の使用には、表示及び記載された特徴の同等物又はその一部を除外する意図はないが、特許請求された技術の範囲内で様々な変更が可能であることが理解される。加えて、「～から本質的になる」という語句は、具体的に列挙された要素、及び請求された技術の基本的かつ新規の特性に実質的に影響しない追加要素を含むと理解される。「からなる」という語句は指定されていない要素を除外する。「含む」という表現は、「含むが、これに限定されない」ということを意味する。したがって、言及されていない他の物質、添加剤、キャリア又は工程が存在することができる。特に指定がない限り、「a」又は「an」は1つ以上を意味する。

20

【0083】

特に明記しない限り、本明細書及び特許請求の範囲で使用される特性、パラメータ、条件などの量を表すすべての数字は、「約」という用語によってすべての場合に修飾されているものと理解されるべきである。したがって、矛盾が示されない限り、以下の明細書及び添付の特許請求の範囲に記載される数値パラメータは近似値である。数値パラメータは、少なくとも、報告された有効数字を考慮して、端数処理手法を適用して解釈すべきである。「約」という用語は、数値指定の前に使用されるときに、例えば、範囲を含む温度、時間、量及び濃度は、(+) 又は (-) 10 %、5 % 又は 1 % 変化する可能性がある近似値を示す。

30

【0084】

当業者によって理解されるように、特に書面による記載を提供することに関して、ありとあらゆる目的のために、本明細書に開示されるすべての範囲は、ありとあらゆる可能な部分範囲及びその部分範囲の組み合わせも包含する。示された範囲は十分に記述しそして同じ範囲を少なくとも半分、3分の1、4分の1、5分の1、10分の1などに分けることを可能にするものと容易に認識できる。非限定的な例として、本明細書中で議論される各範囲は、下1/3、中1/3及び上1/3に容易に分けることができる。当業者には理解されるように、「最大」、「少なくとも」、「より大きい」、「より小さい」などのすべての言語は、列挙された数を含み、上記で議論されたように、次いで副次範囲に分けることができる範囲を指す。最後に、当業者には理解されるように、範囲は各個々の要素が含まれる。

40

【0085】

本明細書で使用されるときに、「同期」とは、共通の開始点、共通の終点、共通の割合又は速度、共通の周波数又は共通の加速度もしくは速度変化率の1つ以上を共有する2つ以

50

上の出来事を指す。

【0086】

本明細書で使用されるときに、「非同期」は、共通の開始点、共通の終点、共通の割合又は速度、共通の周波数又は共通の加速度又は速度変化率の1つ以上を共有しない2つ以上の出来事を指す。

【0087】

用語「隣接する(adjacent)」、「上にある(superjacent)」及び「下にある(subjacent)」は、本明細書で互換的に使用されうる。

【0088】

用語「基材」、「物品」及び「材料」は、本明細書で互換的に使用される。適切な基材、物品又は材料としては、限定するわけではないが、粒子、粉末、多孔質支持体、流動性物品、物体、複合材ワークピース、押出品、押出成形物、充填媒体、フィラー、グレイン、沈殿物、顆粒などが挙げられる。少なくとも1つの実施形態において、本明細書に記載の物品としては、流動性物品が挙げられる。適切な流動性物品としては、限定するわけではないが、金属粉末、セラミック粒子、押出成形物を含む触媒支持体、付加製造合金粉末、ポリマー粒子、電気化学的に活性な沈殿物、フライアッシュ及びその他のケイ酸塩フィラー、炭素顆粒、押出ワークピース、熱フィラー、電気フィラー、卑金属粒子、分離媒体、回路板などの電子部品、金属ショットパウダーなどが挙げられる。

【0089】

基材又は物品は、堆積反応の条件下で化学的及び／又は熱的に安定ないずれの材料であってもよい。「化学的に」安定しているということは、ある場合には適用されたコーティングへの結合を除いて、堆積プロセス中に物品の表面の15%を超える表面が望ましくない化学反応を受けないことを意味する。「熱的に」安定しているということは、堆積反応の条件下で、物品が30%を超えて、融解、昇華、揮発、劣化又はさもなければ劇的に物理的状态を変化しないことを意味する。特定の用途では、典型的には本質的にセラミック又は金属である粉末は使用される。適切な材料としては、限定するわけではないが、シリカ、アルミナ、ガラス、金属、蛍光体、ケイ素、酸化鉄、他の金属酸化物、窒化タングステン又は窒化ホウ素などの窒化物及び他の広範な材料が挙げられる。粉末有機ポリマーを含む有機材料は、堆積温度がいくぶん低いときに使用できる。

【0090】

物品のサイズは、特定の最終使用用途などの様々な要因に依存するであろう。例示的な実施形態において、粉末は、5ナノメートルという小さな粒子サイズから最大でミクロンサイズ以上、例えば最大100ミクロン、あるいは最大1ミクロンの粒子サイズを有することができる。したがって、粒子サイズは、約5nm～約100ミクロン、約50nm～約50ミクロン、約500nm～約25ミクロン又は約1ミクロン～約20ミクロンを含む、約5nm～約1000ミクロンの範囲、及びこれらの値のいずれか2つの間の範囲、又はこれらの値のいずれか1つより小さい範囲であることができる。少なくとも1つの実施形態において、粉末は最大100ミクロンの粒子サイズを有することができる。時にゲルダートクラスD粒子として特性化されるか、又は、クラスA、クラスB又はクラスC粒子として特性化されることもあり、時には押出品又は押出成形物の形態をとる、触媒支持体として使用するように構成された多孔質ワークピースも本明細書中に記載される1つ以上のシステムを使用してコーティングすることができる。そのような多孔質ワークピースは、任意の特徴的な寸法で約10ミクロン～約5センチメートルの範囲の寸法を有することができ、円形、円筒形、球形、楕円形、長円形、矩形、滑らか、粗い又は角形であることもできる。小型の受動電子部品、熱電デバイス又はさらには宝石などの流動性のある固体ワークピースも、本明細書中に記載されるシステムを使用して容易に処理できる。

【0091】

本明細書で使用されるときに、「前駆体」とは、化学プロセスの開始時に使用される、典型的には反応性であるが、特定の操作条件下では時に不活性である反応体又は出発材料を指す。

10

20

30

40

50

【0092】

適切な前駆体としては、アルミニウム *sec*-ブトキシド、三臭化アルミニウム、三塩化アルミニウム、ジエチルアルミニウムエトキシド、ジメチルアルミニウムイソプロポキシド、トリス（エチルメチルアミド）アルミニウム、トリス（ジメチルアミド）アルミニウム、トリエチルアルミニウム、トリイソブチルアルミニウム、トリメチルアルミニウム、トリス（ジエチルアミド）アルミニウム、トリス（エチルメチルアミド）アルミニウム、トリメチルアンチモン（*III*）、トリエチルアンチモン（*III*）、トリフェニルアンチモン（*III*）、トリス（ジメチルアミド）アンチモン（*III*）、トリメチルアルシン、トリフェニルアルシン、トリフェニルアルシンオキシド、バリウムビス（2, 2, 6, 6-テトラメチル-3, 5-ヘプタンジオネート）水和物、硝酸バリウム、ビス（ペンタメチルシクロペンタジエニル）バリウムテトラヒドロフラン、ビス（トリイソプロピルシクロペンタジエニル）バリウムテトラヒドロフラン、ビス（アセテート-O）トリフェニルビスマス（*V*）、トリフェニルビスマス、トリス（2-メトキシフェニル）ビスムチン、ジボラン、トリメチルボロン、トリエチルボロン、トリイソプロピルボレート、トリフェニルボラン、トリス（ペンタフルオロフェニル）ボラン、カドミウムアセチルアセトネート、カルシウムビス（2, 2, 6, 6-テトラメチル-3, 5-ヘプタンジオネート）、四臭化炭素、四塩化炭素、セリウム（*III*）トリフルオロアセチルアセトネート、テトラキス（2, 2, 6, 6-テトラメチル-3, 5-ヘプタンジオナト）セリウム（*IV*）、トリス（シクロペンタジエニル）セリウム（*III*）、トリス（イソプロピルシクロペンタジエニル）セリウム（*III*）、トリス（1, 2, 3, 4-テトラメチル-2, 4-シクロペンタジエニル）セリウム（*III*）、ビス（シクロペンタジエニル）クロム（*II*）、ビス（ペンタメチルシクロペンタジエニル）クロム（*II*）、クロム（*III*）トリス（2, 2, 6, 6-テトラメチル-3, 5-ヘプタンジオネート）、塩化クロム（*II*）、塩化クロム（*III*）、カルボニルクロム（*II*）、カルボニルクロム（*III*）、シクロペンタジエニル（*II*）クロムカルボニル、ビス（シクロペンタジエニル）コバルト（*II*）、ビス（エチルシクロペンタジエニル）コバルト（*II*）、ビス（ペンタメチルシクロペンタジエニル）コバルト（*II*）、トリビス（*N,N'*-ジイソプロピルアセトミナト）コバルト（*II*）、ジカルボニル（シクロペンタジエニル）コバルト（*III*）、シクロペンタジエニルコバルト（*II*）カルボニル、銅ビス（6, 6, 7, 7, 8, 8, 8-ヘプタフルオロ-2, 2-ジメチル-3, 5-オクタンジオネート、銅ビス（2, 2, 6, 6-テトラメチル-3, 5-ヘプタンジオネート、（*N,N'*-ジイソプロピルアセトアミナト）銅（*II*）、トリス（2, 2, 6, 6-テトラメチル-3, 5-ヘプタンジオナト）ジスプロシウム（*III*）、トリス（イソプロピルシクロペンタジエニル）ジスプロシウム（*III*）、エルビウム（*III*）トリス（2, 2, 6, 6-テトラメチル-3, 5-ヘプタンジオネート）、トリス（ブチルシクロペンタジエニル）エルビウム（*III*）、トリス（*N,N*-ビス（トリメチルシリル））アミド）ユーロピウム（*III*）、トリス（テトラメチルシクロペンタジエニル）ユーロピウム（*III*）、三フッ化窒素、トリス（*N,N*-ビス（トリメチルシリル）アミド）ガドリニウム（*III*）、トリス（シクロペンタジエニル）ガドリニウム（*III*）、トリス（テトラメチルシクロペンタジエニル）ガドリニウム（*III*）、三臭化ガリウム、三塩化ガリウム、トリエチルガリウム、トリイソプロピルガリウム、トリメチルガリウム、トリス（ジメチルアミド）ガリウム、トリ-*tert*-ブチルガリウム、ジゲルマン、ゲルマン、テトラメチルゲルマニウム、フッ化ゲルマニウム（*IV*）、塩化ゲルマニウム（*IV*）、ヘキサエチルジゲルマニウム（*IV*）、ヘキサフェニルジゲルマニウム（*IV*）、トリブチルゲルマニウムヒドリド、トリフェニルゲルマニウムヒドリド、ジメチル（アセチルアセトネート）金（*III*）、ジメチル（トリフルオロアセチルアセトネート）金（*III*）、ハフニウム（*IV*）クロリド、ハフニウム（*IV*）*tert*-ブトキシド、テトラキス（ジエチルアミド）ハフニウム（*IV*）、テトラキス（ジメチルアミド）ハフニウム（*IV*）、テトラキス（エチルメチルアミド）ハフニウム（*IV*）、ビス（*tert*-ブチルシクロペンタジエニル）ジメチルハフニウム（*IV*）、ビス（メチル-*n*-シクロペンタジエニル）ジメチルハフニウム（*IV*）、

10

20

30

40

50

、ビス(トリメチルシリル)アミドハフニウム(IV)クロリド、ジメチルビス(シクロペンタジエニル)ハフニウム(IV)、ハフニウムイソプロポキシド、トリス(N, N-ビス(トリメチルシリル)アミド)ホルミウム(III)、三塩化インジウム、ヨウ化インジウム(I)、インジウムアセチルアセトネート、トリエチルインジウム、トリス(ジメチルアミド)インジウム、トリス(ジエチルアミド)インジウム、トリス(シクロペンタジエニル)インジウム、1, 5-シクロオクタジエン(アセチルアセトナト)イリジウム(I)、1, 5-シクロオクタジエン(ヘキサフルオロアセチルアセトナト)イリジウム(I)、1-エチルシクロペンタジエニル-1, 3-シクロヘキサジエンイリジウム(I)、(メチルシクロペンタジエニル)(1, 5-シクロオクタジエン)イリジウム(I)、ビス(N, N'-ジ-tert-ブチルアセトアミジナト)鉄(II)、ビス(ペンタメチルシクロペンタジエニル)鉄(II)、フェロセン、1, 1'-ジエチルフェロセン、鉄ペンタカルボニル、鉄(III)トリス(2, 2, 6, 6-テトラメチル-3, 5-ヘプタンジオネート)、トリス(N, N'-ジ-tert-ブチルアセトアミジナト)ランタン(III)、ランタン(III)イソプロポキシド、トリス(N, N-ビス(トリメチルシリル)アミド)ランタン(III)、トリス(シクロペンタジエニル)ランタン(III)、トリス(テトラメチルシクロペンタジエニル)ランタン(III)、テトラエチル鉛、テトラメチル鉛、テトラフェニル鉛、チタン-ブトキシド、リチウムトリメチルシリルアミド、リチウム(2, 2, 6, 6-テトラメチル-3, 5-ヘプタンジオネート)、トリス(N, N-ジイソプロピルアセトアミジナト)ルテチウム(III)、ルテチウム(III)トリス(2, 2, 6, 6-テトラメチル-3, 5-ヘプタンジオネート)、ビス(シクロペンタジエニル)マグネシウム(II)、ビス(ペンタメチルシクロペンタジエニル)マグネシウム(II)、ビス(ペンタエチルシクロペンタジエニル)マグネシウム(II)、ビス(シクロペンタジエニル)マンガン(II)、ビス(N, N-ジイソプロピルペンチルアミジナト)マンガン(II)、ビス(エチルシクロペンタジエニル)マンガン(II)、ビス(ペンタメチルシクロペンタジエニル)マンガン(II)、ビス(イソプロピルシクロペンタジエニル)マンガン(II)、シクロペンタジエニルマンガントリカルボニル、マンガンカルボニル、メチルシクロペンタジエニルマンガントリカルボニル、マンガントリス(2, 2, 6, 6-テトラメチル-3, 5-ヘプタンジオネート)、モリブデンヘキサカルボニル、モリブデン(V)クロリド、モリブデン(VI)フルオリド、ビス(シクロペンタジエニル)モリブデン(IV)ジクロリド、シクロペンタジエニルモリブデン(II)トリカルボニル、プロピルシクロペンタジエニルモリブデン(I)トリカルボニル、トリス(N, N-ビス(トリメチルシリル)アミド)ネオジム(III)、ビス(メチルシクロペンタジエニル)ニッケル(II)、アリル(シクロペンタジエニル)ニッケル(II)、ビス(シクロペンタジエニル)ニッケル(II)、ビス(エチルシクロペンタジエニル)ニッケル(II)、ビス(トリフェニルホスフィン)ニッケル(II)ジクロリド、ニッケル(II)ビス(2, 2, 6, 6-テトラメチル-3, 5-ヘプタンジオネート)、ビス(シクロペンタジエニル)ニオブ(IV)ジクロリド、ニオブ(V)クロリド、ニオブ(V)イソプロポキシド、ニオブ(V)エトキシド、N, N-ジメチルヒドラジン、アンモニア、ヒドラジン、フッ化アンモニウム、アジドトリメチルシラン、トリオスミウムドデカカルボニル、アリル(シクロペンタジエニル)パラジウム(II)、パラジウム(II)ヘキサフルオロアセチルアセトネート、ビス(2, 2, 6, 6-テトラメチル-3, 5-ヘプタンジオナト)パラジウム(II)、ホスフィン、tert-ブチルホスフィン、トリス(トリメチルシリル)ホスフィン、オキシ塩化リン、トリエチルホスフェート、トリメチルホスフェート、メチルシクロペンタジエニル(トリメチル)白金(IV)、塩化白金酸、プラセオジム(III)ヘキサフルオロアセチルアセトネート水和物、ジレニウムデカカルボニル、アセチルアセトナト(1, 5-シクロオクタジエン)ロジウム(I)、ビス(エチルシクロペンタジエニル)ルテニウム(II)、ビス(シクロペンタジエニル)ルテニウム(II)、ビス(ペンタメチルシクロペンタジエニル)ルテニウム(II)、トリルテニウムドデカカルボニル、トリス(N, N-ビス(トリメチルシリル))アミド)サマリウム(III)、トリス(テトラメチルシクロペンタジエ

ニル) サマリウム (I I I)、トリス (2, 2, 6, 6-テトラメチル-3, 5-ヘプタンジジオナト) スカンジウム (I I I)、セレン化ジメチル、セレン化ジエチル、2, 4, 6, 8-テトラメチルシクロテトラシロキサン、ジメトキシジメチルシラン、ジシラン、メチルシラン、オクタメチルシクロテトラシロキサン、シラン、トリス (イソプロポキシ) シラノール、トリス (tert-ブトキシ) シラノール、トリス (tert-ペントキシ) シラノール、(3-アミノプロピル) トリエトキシシラン、N-sec-ブチル (トリメチルシリル) アミン、クロロペンタメチルジシラン、ヘキサメチルジシラザン、塩化ケイ素 (I V)、臭化ケイ素 (I V)、ペンタメチルジシラン、テトラエチルシラン、N, N', N''-トリ-tert-ブチルシラントリアミン、(2, 2, 6, 6-テトラメチル-3, 5-ヘプタンジジオナト) 銀 (I)、トリエトキシホスフィン (トリフルオロアセチルアセトネート) 銀 (I)、銀 (I) トリエチルホスフィン (6, 6, 7, 7, 8, 8, 8-ヘプタフルオロ-2, 2-ジメチル-3, 5-オクタジオネート)、トリメチルホスフィン (ヘキサフルオロアセチルアセトナト) 銀 (I)、ビニルトリエチルシラン (ヘキサフルオロアセチルアセトナト) 銀 (I)、テトラメチルヘプタンジオン酸ストロンチウム、ペンタキス (ジメチルアミド) タンタル (V)、塩化タンタル (V)、タンタル (V) エトキシド、フッ化タンタル (V)、トリス (エチルメチルアミド) tert-ブチルイミド) タンタル (V)、トリス (ジエチルアミド) (tert-ブチルイミド) タンタル (V)、四臭化テルル、四塩化テルル、テルビウム (2, 2, 6, 6-テトラメチル-3, 5-ヘプタンジジオネート)、トリス (シクロペンタジエニル) テルビウム (I I I)、トリス (テトラメチルシクロペンタジエニル) テルビウム (I I I)、タリウム (I) エトキシド、タリウム (I) ヘキサフルオロアセチルアセトネート、シクロペンタジエニルタリウム、2, 2, 6, 6-テトラメチル-3, 5-ヘプタンジジオナトタリウム (I)、トリス (N, N-ビス (トリメチルシリル) アミド) ツリウム (I I I)、トリス (シクロペンタジエニル) ツリウム (I I I)、塩化スズ (I V)、テトラメチルスズ、スズ (I I) アセチルアセトネート、スズ (I V) tert-ブトキシド、スズ (I I) ヘキサフルオロアセチルアセトネート、ビス (N, N'-ジイソプロピルアセトアミジナト) スズ (I I)、N, N-ジ-tert-ブチル-2, 3-ジアミドブタンスズ (I I)、テトラキス (ジメチルアミノ) スズ (I V)、ビス (ジエチルアミド) ビス (ジメチルアミド) チタン (I V)、テトラキス (ジエチルアミド) チタン (I V)、テトラキス (ジメチルアミド) チタン (I V)、テトラキス (エチルメチルアミド) チタン (I V)、チタン (I V) ブロミド、チタン (I V) クロリド、チタン (I V) フルオリド、チタン (I V) tert-ブトキシド、チタン (I V) イソプロポキシド、チタン (I V) エトキシド、チタン (I V) メトキシド、チタン (I V) イソプロポキシド、ビス (2, 2, 6, 6-テトラメチル-3, 5-ヘプタンジジオネート)、ジクロロチタン (I V) オキシド、ビス (tert-ブチルイミド) ビス (ジメチルアミド) タングステン (V I)、タングステンヘキサカルボニル、タングステン (V I) クロリド、タングステン (V I) フルオリド、トリアミンタングステン (I V) トリカルボニル、シクロペンタジエニルタングステン (I I) トリカルボニルヒドリド、ビス (イソプロピルシクロペンタジエニル) タングステン (I V) ジヒドリド、ビス (シクロペンタジエニル) タングステン (I V) ジヒドリド、ビス (シクロペンタジエニル) タングステン (I V) ジクロリド、ビス (ブチルシクロペンタジエニル) タングステン (I V) ジョージド、ビス (シクロペンタジエニル) バナジウム (I I)、三塩化酸化バナジウム (V)、バナジウム (V) オキシトリイソプロポキシド、トリス (N, N-ビス (トリメチルシリル) アミド) イッテルビウム (I I I)、トリス (シクロペンタジエニル) イッテルビウム (I I I)、トリス (N, N-ビス (トリメチルシリル) アミド) イットリウム (I I I)、イットリウム (I I I) トリス (tert-ブトキシド)、イットリウム (I I I) トリイソプロポキシド、イットリウム (I I I) トリス (2, 2, 6, 6-テトラメチル-3, 5-ヘプタンジジオネート)、トリス (ブチルシクロペンタジエニル) イットリウム (I I I)、トリス (シクロペンタジエニル) イットリウム (I I I)、イットリウム 2-メトキシエトキシド、ジエチル亜鉛、ジメチル亜鉛、ジフェニル亜鉛、ビス (2, 2, 6, 6-テトラメチ

ルー3,5-ヘプタンジオネート) 亜鉛 (I I)、ビス (ペンタフルオロフェニル) 亜鉛、ジルコニウム (I V) ジブトキシド (ビス-2,4-ペンタンジオネート)、ジルコニウム (I V) 2-エチルヘキサノエート、ジルコニウムテトラキス (2, 2, 6, 6-テトラメチル-3,5-ヘプタンジオネート)、ビス (シクロペンタジエニル) ジルコニウム (I V) ジヒドリド、ビス (メチル-n-シクロペンタジエニル) メトキシメチルジルコニウム、テトラキス (ジエチルアミド) ジルコニウム (I V)、ジメチルビス (ペンタメチルシクロペンタジエニル) ジルコニウム (I V)、テトラキス (ジメチルアミド) ジルコニウム (I V)、テトラキス (エチルメチルアミド) ジルコニウム (I V)、臭化ジルコニウム (I V)、塩化ジルコニウム (I V)、ジルコニウム (I V) tert-ブトキシドの1つ以上及びそれらの2つ以上の混合物を挙げることができる。粉末及び粒子の合成、時にそれらのカプセル化のための前駆体は、しばしば金属塩及び水酸化物を含み、乾燥粉末、液体又は気体フィードストックとして、又は適切な溶媒中に溶解して、注入デバイス、ノズル、スプレーデバイス、蒸発器、ソニケータ又はその他の既知のサブコンポーネントにより投与される。金属塩は、Ac、Ag、Al、Am、As、At、Au、B、Ba、Be、Bh、Bi、Bk、Br、C、Ca、Cd、Ce、Cf、Cm、Cn、Co、Cr、Cs、Cu、Db、Ds、Dy、Er、Es、Eu、Fe、Fl、Fm、Fr、Ga、Gd、Ge、H、Hf、Hg、Ho、Hs、In、K、La、Li、Lr、Lu、Lv、Mc、Md、Mg、Mn、Mo、Mt、N、Na、Nb、Nd、Nh、Ni、No、Np、O、Og、Os、P、Pa、Pb、Pd、Pm、Po、Pr、Pt、Pu、Ra、Rb、Re、Rf、Rg、Rh、Ru、S、Sb、Sc、Se、Sg、Si、Sm、Sn、Sr、Ta、Tb、Tc、Te、Th、Ti、Tl、Tm、Ts、U、V、W、Y、Yb、Zn、Zr又はそれらの組み合わせのハロゲン化物、硫酸塩、硝酸塩、シュウ酸塩、リン酸塩又はその他の無機もしくは有機化合物の形をとることができる。

10

20

【0093】

少なくとも1つの実施形態において、前駆体は1つ以上のリン、硫黄、窒素、炭素、フッ素、塩素、臭素又はヨウ素を含む。少なくとも1つの実施形態において、前駆体は、リン化物、リン酸塩、硫化物、硫酸塩、硝酸塩、フッ化物、塩化物、臭化物又はヨウ化物を含む。

【0094】

本明細書中に記載される本技術の様々な実施形態は、物品を処理するためのシステム、装置及び方法に関する。処理としては、限定するわけではないが、物品の合成、機能化、表面処理及びカプセル化のうちの1つ以上を挙げることができる。1つの側面において、本技術は、物品を処理するための装置を提供する。この装置は、様々な物品に対する様々な処理工程の実施に適している。例として、システム、装置又は方法は、様々な気相堆積技術によって物品又は基材に層を適用するように構成されている。気相堆積技術の例としては、分子層状化 (ML)、化学的気相堆積 (CVD)、物理的気相堆積 (PVD)、原子層堆積 (ALD)、分子層堆積 (MLD)、気相エピタキシー (VPE)、原子層化学的気相堆積 (ALCVD)、イオン注入又は同様の技術を挙げることができる。これらのそれぞれにおいて、コーティングは、粉末を反応性前駆体にさらすことによって形成され、反応性前駆体は、気体相 (例えば、CVDの場合) 又は粉末粒子の表面 (ALD及びMLDなど) で反応する。

30

40

【0095】

1つの側面において、本明細書に開示されるのは、共通信号ハブから制御される、物品、基材又は物体を合成処理、機能化及び/又はカプセル化するシステム及び方法であり、以下の1つ以上を含む。

1. 入口、出口、及び、同時に、材料流を調整し、前駆体の生成物への転化を制御し、公称操作圧力を制御するための制御可能なユニットを、備えた少なくとも1つのチャンバを有する合成サブシステム、

2. 入口、出口、及び、同時に、材料流を調整し、前処理プロセス (プラズマ処理、熱処理、マイクロ波処理、酸化処理、還元処理、pH調整処理、分子グラフト化処理、エッチング処理又はそれらの組み合わせの1つ以上を含むことができる) を制御する制御可能なユニット、を備えた少なくとも1つのチャンバ、及び、公称操作圧力、ガス濃度、温度及

50

び/又は又は流量の1つ以上を制御するための手段を有する前処理サブシステム、

3. 入口、出口、及び、同時に、材料流を調整し、前駆体の機能化製品への転化を制御し、公称動作圧力を制御するための制御可能なユニット、を有する少なくとも1つのチャンバを有する機能化サブシステム、

4. 入口、出口、及び、同時に、材料流を調整し、後処理プロセス（プラズマ処理、熱処理、マイクロ波処理、酸化処理、還元処理、pH調整処理、分子グラフト化処理、エッチング処理又はそれらの組み合わせの1つ以上を含むことができる）を制御するための制御可能なユニットを含む少なくとも1つのチャンバ、及び、公称操作圧力、ガス濃度、温度及び/又は流量の1つ以上を制御するための手段（ユニット）を有する後処理サブシステム、

5. 少なくとも2つの作動機構を備えたバルブ又はポンプアセンブリ。2つ以上の作動機構は、バルブ又はポンプアセンブリ内の2つ以上の個別のサブバルブ又はサブポンプ、又は、共通のバルブ又はポンプの個別の特徴部を制御できるが、少なくとも1つの作動機構は、固体相の特性によって大きく左右され、少なくとも1つは気体相の特性によって大きく左右され、妥当な場合には、少なくとも1つは液体相の特性によって大きく左右される。バルブアセンブリの場合に、各作動機構は、i) 瞬時の開放、i i) 瞬時の閉止、i i i) プログラム可能な時定数にわたる制御された開放、i v) プログラム可能な時定数にわたる制御された閉止、v) アセンブリを通るコンダクタンスを減らすためのサブコンポーネントの拡張、v i) アセンブリを通るコンダクタンスを増やすためのサブコンポーネントの収縮、v i i) サブコンポーネントの凹又は凸の撓み、v i i i) 固体材料流の方向と同一直線上でのサブコンポーネントの回転、i x) 固体材料流の方向に接線方向でのサブコンポーネントの回転、x) 完全に開いた位置よりも小さい位置へのコンダクタンスの瞬時の増加、x i) 完全に閉じた位置よりも大きい位置へのコンダクタンスの瞬時の低下、x i i) ピストン又はピストン様サブコンポーネントの作動、x i i i) 一次相ユニット体積の通気、収縮又は拡張を促進するために二次相を送達する作動、又は、x i v) 1つ以上のプログラム可能な時定数にわたる正弦波、ディラック関数、三角波又は矩形波の電氣的印加によって開始される作動機構のうちの1つ以上を表す。

6. それぞれが入口、出口、及び、材料流を供給及び調整し、各入口及び出口の前後の周囲環境を過渡的に制御するための制御可能なユニットを有する1つ以上の垂直移送操作手段であって、少なくとも1つの移送操作手段は下向きであり、材料を下にあるレシーバに堆積し、そして少なくとも1つの移送操作手段は上向きであり、材料を上にあるレシーバに堆積し、垂直移送操作の供給操作は実質的に均一な輸送速度を共通して制御及び維持する。

7. 機械学習するように構成された制御システムであって、化学反応反応体流、化学反応生成物流、化学反応操作条件、システムの健康状態、移送のタイミング及びプログラム可能な工程、監視対象の物理化学パラメータに関するバッチ処理の考慮事項、ルーピングの考慮事項、及び、製造中の材料の質量又は体積輸送の連続的な監視、の同時又は同期フィードバック及び/又はフィードフォワード制御をするように設計された制御システム、

8. 連続モードでの操作に適した、典型的に1つ以上のサブシステム、及び、好ましくは半連続モード又はバッチモードで操作する1つ以上のサブシステム、

9. 前駆体送達ユニット、チャンバ幾何形状、分析モニタリング機器の接続性、フローエンハンサ、スターラ、バイブレータ、アジテータ、ヒータ、フィルタ、アクチュエータ、バルブ、制御システム、制御インテリジェンス、又は、高歩留まりでの製品の製造に不可欠であると判断される他の独自の設計特徴部を含む、商業又は工業製品での使用に適した特定の材料の組み合わせの製造に要求される少なくとも1つの歩留まり向上構造又は機能設計特徴部、及び、

10. 他のシステムのサブコンポーネント、構成及び/又はサービスのいずれか1つ以上

【0096】

装置は、複数の、固体相入口、固体相出口、気体相入口、気体相出口、固体相バルブアセ

10

20

30

40

50

ンブリ、気体相バルブアセンブリ、信号ハブ及び制御システムを含むことができる。少なくとも1つの実施形態において、物品は粉末又は流動性物品を含むことができる。

【0097】

別の側面において、本明細書に開示されるのは、第一の固体相入口、第一の固体相出口、第一の気体相入口及び第一の気体相出口のそれぞれを少なくとも1つ有する第一のチャンバを少なくとも含み、前記第一のチャンバの前記第一の固体相入口と流体連通する第一の固体相バルブ又はポンプアセンブリを少なくとも含み、前記第一のチャンバの前記第一の気体相入口に隣接しそして流体連通する第一の気体相バルブ又はポンプアセンブリを少なくとも含み、そして共通信号ハブを含む装置である。

【0098】

さらに別の側面において、本明細書に開示されるのは、物品を処理するための、又は、気体前駆体で物品の表面を処理するための装置である。この装置は、a) 第一の固体相入口、第一の固体相出口、第一の気体相入口及び第一の気体相出口のそれぞれを少なくとも1つ有する第一のチャンバ、b) 前記第一のチャンバの前記第一の固体相入口と流体連通する第一の固体相バルブ又はポンプアセンブリ、c) 前記第一のチャンバの前記第一の気体相入口に隣接しそしてそれと流体連通する第一の気体相バルブ又はポンプアセンブリ、及び、d) 共通信号ハブを含む。少なくとも1つの実施形態において、物品は複数の流動性物品を含む。

【0099】

装置において、少なくとも1つの第一の固体相入口及び少なくとも1つの第一の固体相出口は、信号ハブとの双方向制御信号通信を可能にするように構成された少なくとも2つの作動機構を有する固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリを含む。

【0100】

装置において、少なくとも1つの第一の気体相入口及び少なくとも1つの第一の気体相出口は、信号ハブとの双方向制御信号通信を行うように構成された少なくとも1つの作動機構を有する気体相バルブアセンブリ又は気体相ポンプアセンブリを含む。

【0101】

装置において、第一のチャンバは、2つ以上のセンサを含む第一のセンサネットワークをさらに含む。第一のセンサネットワーク内の各センサは信号ハブに1つ以上の信号を配信可能にするように構成でき、前記第一のセンサネットワークは物品を取り囲む気体環境の温度、圧力及び／又は組成を監視するように構成されている。

【0102】

装置は少なくとも1つの制御システムを含む。この制御システムは、同時に、1つ以上の信号ハブに複数の信号を送信し、そこから複数の信号を受信するように構成され、材料流を調整する制御可能なユニット又は制御可能な手段を提供する。

【0103】

装置は、1つ以上の作動機構を有し、複数の物品の材料流量を調整しながら気体環境の温度、圧力及び組成を制御するように構成された、少なくとも1つの輸送手段又は輸送ユニットをさらに含むことができる。輸送ユニットの入口は、少なくとも1つの第一の固体相出口バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリと流体連通するように構成されうる。輸送ユニットの入口は、信号ハブと双方向制御信号通信するように構成されうる。1つ以上の輸送ユニット作動機構は、1つ以上の第一の固体相出口バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリ作動機構と同期作動するように構成されている。

【0104】

装置は、第一のチャンバと類似であるか又は異なる第二のチャンバをさらに含むことができる。第二のチャンバは、1つ以上の、a) 第二の固体相入口、第二の固体相出口、第二の気体相入口及び第二の気体相出口のそれぞれの少なくとも1つ、b) 前記第二のチャンバの前記第二の固体相入口と流体連通する第二の固体相バルブ又はポンプアセンブリ、c) 前記第二のチャンバの前記第二の気体相入口に隣接してそしてそれと流体連通する第二の気体相バルブ又はポンプアセンブリ、及び、d) 共通信号ハブを含むことができる。

10

20

30

40

50

【0105】

装置において、少なくとも1つの第二の固体相入口及び少なくとも1つの第二の固体相出口は、信号ハブと双方向制御信号通信を行うように構成された少なくとも2つの作動機構を有する固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリを含む。

【0106】

装置において、少なくとも1つの第二の気体相入口及び少なくとも1つの第二の気体相出口は、信号ハブと双方向制御信号通信を行うように構成された少なくとも1つの作動機構を有する気体相バルブアセンブリ又は気体相ポンプアセンブリを含む。

【0107】

装置において、第二のチャンバは2つ以上のセンサを含む第二のセンサネットワークをさらに含む。第二のセンサネットワーク内の各センサは、1つ以上の信号を信号ハブに配信するように構成され、前記第二のセンサネットワークは物品を取り囲む気体環境の温度、圧力及び／又は組成を監視するように構成されている。

【0108】

装置は、第二のチャンバのための少なくとも1つの制御システムをさらに含む。この制御システムは、1つ以上の信号ハブとの間で複数の信号を同時に送受信するように構成され、材料流を調整するための制御可能なユニットを提供する。

【0109】

第二のチャンバを有する装置は第二の輸送手段又は輸送ユニットをさらに含む。第二の輸送ユニットは、1つ以上の作動機構を有し、複数の物品の材料流量を調整しながら気体環境の温度、圧力及び組成を制御するように構成された少なくとも1つの輸送ユニットを含むことができる。少なくとも1つの実施形態において、第二の輸送ユニットの入口は、少なくとも1つの第一の固体相出口バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリと流体連通している。少なくとも1つの実施形態において、第二の輸送ユニットの入口は信号ハブと双方向制御信号通信している。少なくとも1つの実施形態において、1つ以上の輸送ユニット作動機構は、1つ以上の第一の固体相出口バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリ作動機構と同期して作動されうる。少なくとも1つの実施形態において、第二の輸送ユニットの出口は、少なくとも1つの第二の固体相入口バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリと流体連通している。少なくとも1つの実施形態において、第二の輸送ユニットの出口は、信号ハブと双方向制御信号通信している。少なくとも1つの実施形態において、1つ以上の輸送ユニット作動機構は、1つ以上の第二の固体相入口バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリ作動機構と同期して作動されうる。少なくとも1つの実施形態において、1つ以上の輸送ユニット作動機構は、1つ以上の第一の固体相出口バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリ作動機構、及び、1つ以上の第二の固体相入口バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリ作動機構と同期して作動されうる。

【0110】

装置は複数の制御システムを含むことができる。少なくとも1つの実施形態において、装置は、複数の制御システムを同時に制御するように構成されたマスター制御システムを含む。少なくとも1つの実施形態において、装置は、機械学習するように構成された少なくとも1つの制御システムを含む。装置は複数の信号ハブを含むことができる。少なくとも1つの実施形態において、装置は前記複数の信号ハブとの間で信号を集約するように構成された共通信号ハブを含む。

【0111】

少なくとも1つの実施形態において、本明細書に記載の装置は、1つ以上の固体相入口を通る規定可能な比表面積を有する物品を含む固体相を受け取り、1つ以上の固体相出口を通る規定可能な比表面積を有する処理済表面を有する物品を含む固体相を分配し、1つ以上の気体相入口を通る規定可能なモル数又はモル流束を有する1つ以上の反応性又は非反応性ガス又は前駆体を含む気体相を受け取り、作成し及び／又は収容し、及び／又は、1つ以上の気体相出口を通る規定可能なモル数又はモル流束を有する1つ以上の反応性又は非反応性ガス又は副生成物を含む気体相を分配するように構成されている。

10

20

30

40

50

【0112】

少なくとも1つの実施形態において、装置のバルブアセンブリ又はポンプアセンブリの作動機構は信号ハブと双方向制御信号通信を行うように構成される。少なくとも1つの実施形態において、バルブアセンブリ又はポンプアセンブリの作動機構は、i) 瞬時の開放、ii) 瞬時の閉止、iii) プログラム可能な時定数にわたる制御された開放、iv) プログラム可能な時定数にわたる制御された閉止、v) アセンブリを通るコンダクタンスを減らすためのサブコンポーネントの拡張、vi) アセンブリを通るコンダクタンスを増やすためのサブコンポーネントの収縮、vii) サブコンポーネントの凹又は凸の撓み、viii) 固体材料流の方向と同一直線上でのサブコンポーネントの回転、ix) 固体材料流の方向に接線方向でのサブコンポーネントの回転、x) 完全に開いた位置よりも小さい位置へのコンダクタンスの瞬時の増加、xi) 完全に閉じた位置よりも大きい位置へのコンダクタンスの瞬時の低下、xii) ピストン又はピストン様サブコンポーネントの作動、xiii) 一次相ユニット体積の通気、収縮又は拡張を促進するために二次相を送達する作動、又は、xiv) 1つ以上のプログラム可能な時定数にわたる正弦波、ディラック関数、三角波又は矩形波の電氣的印加によって開始される作動機構のうちの1つ以上を含む。

10

【0113】

1つの側面において、第一の固体相入口、第一の固体相出口、第一の気体相入口及び第一の気体相出口のそれぞれの少なくとも1つを有する第一のチャンバを少なくとも含み、第二の固体相入口、第二の固体相出口、第二の気体相入口及び第二の気体相出口のそれぞれの少なくとも1つを有する第二のチャンバを少なくとも含み、前記第一のチャンバの前記第一の固体相入口と流体連通する第一の固体相バルブ又はポンプアセンブリであって、少なくとも2つの作動機構を有する第一の固体相バルブ又はポンプアセンブリを少なくとも含み、前記第一のチャンバの前記第一の気体相入口に隣接し、流体連通する第一の気体相バルブ又はポンプアセンブリであって、少なくとも1つの作動機構を有する第一の気体相バルブ又はポンプアセンブリを少なくとも含み、前記第二のチャンバの前記第二の固体相入口と流体連通する第二の固体相バルブ又はポンプアセンブリであって、少なくとも2つの作動機構を有する第二の固体相バルブ又はポンプアセンブリを少なくとも含み、前記第一のチャンバの前記第二の気体相入口に隣接し、流体連通する第二の気体相バルブ又はポンプアセンブリであって、少なくとも1つの作動機構を有する第二の気体相バルブ又はポンプアセンブリを少なくとも含み、そして、g) 共通信号ハブを含む、装置は提供される。

20

30

【0114】

装置の作動機構は、共通信号ハブと双方向信号通信するように構成されうる。作動機構は、i) 瞬時の開放、ii) 瞬時の閉止、iii) プログラム可能な時定数にわたる制御された開放、iv) プログラム可能な時定数にわたる制御された閉止、v) アセンブリを通るコンダクタンスを減らすためのサブコンポーネントの拡張、vi) アセンブリを通るコンダクタンスを増やすためのサブコンポーネントの収縮、vii) サブコンポーネントの凹又は凸の撓み、viii) 固体材料流の方向と同一直線上でのサブコンポーネントの回転、ix) 固体材料流の方向に接線方向でのサブコンポーネントの回転、x) 完全に開いた位置よりも小さい位置へのコンダクタンスの瞬時の増加、xi) 完全に閉じた位置よりも大きい位置へのコンダクタンスの瞬時の低下、xii) ピストン又はピストン様サブコンポーネントの作動、xiii) 一次相ユニット体積の通気、収縮又は拡張を促進するために二次相を送達する作動、又は、xiv) 1つ以上のプログラム可能な時定数にわたる正弦波、ディラック関数、三角波又は矩形波の電氣的印加によって開始される作動機構のうちの1つ以上から選ぶことができる。少なくとも1つの実施形態において、装置は物品を処理するための原子層堆積装置である。物品は、例えば、粒子、粉末又は多孔性支持体を含むことができる。

40

【0115】

第一のチャンバ及び第二のチャンバはそれぞれ、1つ以上の機能を発揮するように構成さ

50

れうる。例えば、第一のチャンバ及び第二のチャンバは、各固体相入口を通る規定可能な比表面積を有する物品を含む固体相を受け取り、各固体相出口を通る規定可能な比表面積を有する処理済表面を有する物品を含む固体相を分配し、各気体相入口を通る規定可能なモル数又はモル流束を有する1つ以上の反応性又は非反応性ガス又は前駆体を含む気体相を受け取り、作成し及び/又は収容し、及び/又は、各気体相出口を通る規定可能なモル数又はモル流束を有する1つ以上の反応性又は非反応性ガス又は副生成物を含む気体相を分配する。少なくとも1つの実施形態において、第一のチャンバは2つ以上のセンサを含む第一のセンサネットワークをさらに含む。各センサは、1つ以上の信号を前記共通信号ハブに配信するように構成されうる。さらに、第一のセンサネットワークは、例えば、物品を取り囲む気体環境の温度、圧力、及び/又は組成などの様々な特性を監視するように構成されうる。少なくとも1つの実施形態において、装置は少なくとも1つの制御システムをさらに含む。この制御システムは、同時に、共通信号ハブに複数の信号を送信し、そこから複数の信号を受信するように構成されうる。制御システムは、材料流を調整するための制御可能なユニットを提供するようにさらに構成されうる。本明細書に記載される装置は、例えば、原子層堆積プロセス又はサブプロセスなどのバッチ、半バッチ、半連続及び連続プロセスのうちの1つ以上を実施することができる。

【0116】

様々な作動機構は、互いに同時に、同期的に又は非同期的に作動されるように構成されうる。少なくとも1つの実施形態において、任意の1つ以上の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリの少なくとも1つの作動機構は、任意の1つ以上の気体相バルブ又は気体相ポンプアセンブリの任意の1つ以上の作動機構と同期して開始されるように構成可能である。少なくとも1つの実施形態において、第一のチャンバ内の任意の1つ以上の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリの少なくとも1つの作動機構は、第一のチャンバ内の任意の1つ以上の気体相バルブアセンブリ又は気体相ポンプアセンブリの任意の1つ以上の作動機構と同期して開始されるように構成可能である。少なくとも1つの実施形態において、第二のチャンバの任意の1つ以上の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリの少なくとも1つの作動機構は、前記第二のチャンバの任意の1つ以上の気体相バルブ又はポンプアセンブリの任意の1つ以上の作動機構と同期して開始されるように構成可能である。少なくとも1つの実施形態において、第二のチャンバの任意の1つ以上の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリの少なくとも1つの作動機構は、第一のチャンバの任意の1つ以上の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリの任意の1つ以上の作動機構と同期して開始されるように構成可能である。

【0117】

さらに別の側面において、本明細書に開示されるのは、気体状前駆体で物品の表面を処理する方法である。この方法は、第一のチャンバの1つ以上の第一の固体相入口を通る規定可能な比表面積を有する物品を含む固体相を受け入れること、第一のチャンバの1つ以上の第一の固体相出口を通る規定可能な比表面積を有する処理済表面を有する物品を含む固体相を分配すること、第一のチャンバの1つ以上の第一の気体相入口を通る規定可能なモル数又はモル流束を有する1つ以上の反応性又は非反応性ガス又は前駆体を含む気体相を受け入れ、作成し及び/又は収容すること、及び、第一のチャンバの1つ以上の第一の気体相出口を通る規定可能なモル数又はモル流束を有する1つ以上の反応性又は非反応性ガス又は副生成物を含む気体相を分配することを含む。

【0118】

別の側面において、本明細書に開示されるのは、少なくとも1つのチャンバ及び少なくとも1つの制御システムを含む表面処理システムにおいて、反応性前駆体で複数の物品に対して表面処理プロセスを実施する方法である。この方法は、複数の物品を提供すること、ここで、前記物品は提供され、推定され、測定され、又は知られている比表面積を有する、及び、前記比表面積を制御システムに入力し、処理される物品の量、質量又は単位体積の公称目標を、表面処理システムの制御システムに入力し、それにより、第一の総表面積

目標を規定すること、複数の物品の表面を処理する反応性前駆体を提供すること、及び、経験的又は推定プロセス条件を使用して、第一の総表面積目標のすべてを飽和させ、それと反応させ又は処理するのに要求される、提供され、推定され、測定され、又は知られている1つ以上の反応性前駆体のモル数を制御システムに入れ、完全な飽和量を規定すること、及び、目標飽和比を選択して、目標飽和比に関連付けられた少なくとも1つの目標圧力レベルを含むバッチ、半バッチ、半連続又は連続表面処理プロセスのプロセスレシピを得ること、を含む。

【0119】

本明細書に記載の方法は追加の工程、例えば、2つ以上の作動機構を有する1つ以上の第一の固体相入口を通して第一のチャンバに、目標の量、質量又は単位体積の物品及び気体相環境を投与すること、ここで、第一の作動機構は主に気体相を含む気体／固体組成物の輸送を実施し、第二の作動機構は主に固体相を含む気体／固体組成物の輸送を実施し、次いで、1つ以上の作動機構を有する1つ以上の第一の気体相入口を通して、第一のチャンバに、目標モル数の1つ以上の反応性又は非反応性ガス又は前駆体を含む気体相を投与すること、ここで、第一の作動機構は、固体相が第一のチャンバを出るのを防止しながら、表面処理反応を実施するのに適した条件下で気体相の輸送を実施すること、を含むことができる。

【0120】

方法は、1つ以上の作動機構を有する1つ以上の第一の気体相入口を通して、目標モル数の1つ以上の反応性又は非反応性ガス又は前駆体を含む気体相を第一のチャンバに投与すること、ここで、第一の作動機構は、表面処理反応を実施するのに適した条件下で気体相の輸送を実施する、次いで、2つ以上の作動機構を有する1つ以上の第一の固体相入口を通して、目標の量、質量又は単位体積の流動性物品及び気体相環境を第一のチャンバに投与することをさらに含む。適切な作動機構は、主に又は完全に気体相を含む気体／固体組成物の輸送を実施する作動機構、及び/又は、主に固体相を含む気体／固体組成物の輸送を実施する作動機構を含むことができる。

【0121】

さらに、この方法は、2つ以上の作動機構を有する1つ以上の第一の固体相入口を通して、目標の量、質量又は単位体積の物品及び気体相環境を第一のチャンバに投与すること、ここで、第一の作動機構は、主に気体相を含む気体／固体組成物の輸送を実施し、第二の作動機構は主に固体相を含む気体／固体組成物の輸送を実施する、及び、1つ以上の作動機構を有する1つ以上の第一の気体相入口を通して、目標のモル数の1つ以上の反応性又は非反応性ガス又は前駆体を含む気体相を第一のチャンバに同期的に投与すること、ここで、第一の作動機構は、固体相が第一のチャンバから出るのを防止しながら、表面処理反応を実施するのに適した条件下に、気体相の輸送を実施する、を含むことができる。

【0122】

この方法は追加の工程、例えば、1つ以上の圧力測定センサからの信号を監視すること、及び、少なくとも1つの目標圧力レベルが達成されるまで、滞留時間、許容混合時間及び/又は気体相及び固体相の相互拡散速度を増加させる手段を組み込むこと、1つ以上の出口を通して輸送ユニット内に、各相に起因する主な作動機構に関して、同期的に、非同期的に、順次に及び/又は定期的に気体及び固体材料を排出すること、表面処理装填、処理後の比表面積又は処理後の粒子サイズ又はサイズ分布のうちの1つ以上について処理済固体材料を特性化すること、及び、該特性値を機械学習を組み込むために制御システムに入力することを含むことができる。

【0123】

この方法は、1つ以上の出口を通して輸送ユニット内に、各相に起因する主な作動機構に関して、同期的に、非同期的に、順次に及び/又は周期的に気体及び固体材料を排出すること、及び、2つ以上の作動機構を有する1つ以上の第二の固体相入口を通して第二のチャンバに、目標の量、質量又は単位体積の物品及び気体相環境を投与することにより、第二の表面処理プロセスを開始することの1つ以上をさらに含むことができる。第一の作

動機構は、主に気体相を含む気体／固体組成物の輸送を実施し、第二の作動機構は、主に固体相を含む気体／固体組成物の輸送を実施することができる。少なくとも1つの実施形態において、第二の反応器チャンバにおける第二の表面処理プロセスは、第一の表面処理プロセスのために使用されたものとは異なる反応性前駆体、異なる操作圧力、異なる操作温度、異なる滞留時間又は異なる他のプロセスパラメータのうちの1つ以上を利用する。

【0124】

適切な表面処理プロセスとしては、限定するわけではないが、原子層堆積法、分子層堆積法、化学的気相堆積法、物理的気相堆積法、分子層化法、原子層化学的気相堆積法、エピタキシャル堆積法、化学グラフト法、原子層エッチング法、原子層腐食法、原子層燃焼法又はそれらの任意の組み合わせが挙げられる。

【0125】

少なくとも1つの実施形態において、方法は、火炎溶射法、燃焼溶射法、プラズマ溶射法、噴霧乾燥法又はそれらの組み合わせのうちの1つ以上を実施するように構成されたサブシステムをさらに含む。

【0126】

少なくとも1つの実施形態において、この方法は、i) 処理圧力、ii) 処理温度、iii) 気体相組成又は流量、iv) 液体相組成又は流量、v) 溶質又は溶媒組成又は流量、及び、vi) 固体相組成又は流量のうちの1つ以上の公称値及び変化率を制御するように構成されたサブシステムをさらに含む。少なくとも1つの実施形態において、この方法は、物品を合成又は受け取るためのサブシステム、物品の表面を処理するためのサブシステム、及び物品の表面にコーティングを施すためのサブシステムをさらに含む。少なくとも1つの実施形態において、この方法は、共通の前駆体送達サブシステム、前駆体送達強化サブシステム又は排出物処理もしくはリサイクルサブシステムのうちの1つ又は複数をさらに含む。

【0127】

本明細書に記載の装置及び方法は、複数の複合材物品、例えば離散粒子、粉末、押出成形物、顆粒、流動性物品及び物体、又は適切な寸法及び特性を有する物体、例えばサイズが125mm未満の最大寸法を有する物体を同期的に処理するのに適しており、前記複合材物品の少なくとも75%の表面はシステムを出るときにコーティング又は処理されている。少なくとも1つの実施形態において、この方法は、直接現場信号、間接現場信号、直接外部信号又は間接外部信号のうちの1つ以上から導出された情報を用いてモデル化データ又は経験データからサブプロセス偏差を計算する機械学習アルゴリズムをさらに含む。

【0128】

本明細書に記載の装置及び方法は、電池、燃料電池、触媒、コンデンサ、医薬品成分、受動電子部品、太陽電池、3Dプリンタ、半導体デバイス、集積回路、光電子デバイス、熱電デバイス、熱電子デバイス、電気化学デバイス、生物医学デバイス又は電気機械デバイスでの使用に適した材料を製造するように構成される。

【0129】

装置及び方法で使用するのに適した前駆体は本明細書に記載される。少なくとも1つの実施形態において、本明細書に記載の装置及び方法は、リン、硫黄、窒素、炭素、フッ素、塩素、臭素又はヨウ素のうちの1つ以上を含む前駆体を利用するように構成される。少なくとも1つの実施形態において、本明細書に記載の装置及び方法は、リン化物、リン酸塩、硫化物、硫酸塩、硝酸塩、フッ化物、塩化物、臭化物又はヨウ化物のうちの1つ以上を含む前駆体を利用するように構成される。

【0130】

別の側面において、物品を処理するための原子層堆積装置は開示され、これは、第一の固体相入口、第一の固体相出口、第一の気体相入口及び第一の気体相出口のそれぞれを少なくとも1つを有する第一のチャンバ、第二の固体相入口、第二の固体相出口、第二の気体相入口及び第二の気体相出口のそれぞれを少なくとも1つ有する第二のチャンバ、前記第一のチャンバの前記第一の固体相入口と流体連通する第一の固体相バルブアセンブリ又は

10

20

30

40

50

固体相ポンプアセンブリであって、少なくとも2つの作動機構を有する第一の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリ、前記第一のチャンバの前記第一の気体相入口に隣接し、そして流体連通する第一の気体相バルブアセンブリ又は気体相ポンプアセンブリであって、少なくとも1つの作動機構を有する第一の気体相バルブアセンブリ又は気体相ポンプアセンブリ、前記第二のチャンバの前記第二の固体相入口と流体連通する第二の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリであって、少なくとも2つの作動機構を有する第二の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリ、前記第一のチャンバの前記第二の気体相入口に隣接し、そして流体連通する第二の気体相バルブアセンブリ又は気体相ポンプアセンブリであって、少なくとも1つの作動機構を有する第二の気体相バルブアセンブリ又は気体相ポンプアセンブリ、及び、共通信号ハブを含む。

10

【0131】

少なくとも1つの実施形態において、原子層堆積装置の各作動機構は、共通信号ハブと双方向信号通信するように構成され、そして、i) 瞬時の開放、ii) 瞬時の閉止、iii) プログラム可能な時定数にわたる制御された開放、iv) プログラム可能な時定数にわたる制御された閉止、v) アセンブリを通るコンダクタンスを減らすためのサブコンポーネントの拡張、vi) アセンブリを通るコンダクタンスを増やすためのサブコンポーネントの収縮、vii) サブコンポーネントの凹又は凸の撓み、viii) 固体材料流の方向と同一直線上でのサブコンポーネントの回転、ix) 固体材料流の方向に接線方向でのサブコンポーネントの回転、x) 完全に開いた位置よりも小さい位置へのコンダクタンスの瞬時の増加、xi) 完全に閉じた位置よりも大きい位置へのコンダクタンスの瞬時の低下、xii) ピストン又はピストン様サブコンポーネントの作動、xiii) 一次相ユニット体積の通気、収縮又は拡張を促進するために二次相を送達する作動、又は、xiv) 1つ以上のプログラム可能な時定数にわたる正弦波、ディラック関数、三角波又は矩形波の電氣的印加によって開始される作動機構のうちの1つ以上を含む。

20

【0132】

少なくとも1つの実施形態において、原子層堆積装置の前記第一のチャンバ及び第二のチャンバはそれぞれ、a) 各固体相入口を通して規定可能な比表面積を有する前記物品を含む固体相を受け取り、b) 各固体相出口を通して規定可能な比表面積を有する処理済表面を有する前記物品を含む固体相を分配し、c) 各気体相入口を通る規定可能なモル数又はモル流束を有する1つ以上の反応性又は非反応性ガス又は前駆体を含む気体相を受け取り、作成し及び/又は収容し、そしてd) 各気体相出口を通る規定可能なモル数又はモル流束を有する1つ以上の反応性又は非反応性ガス又は副生成物を含む気体相を分配するように構成される。

30

【0133】

少なくとも1つの実施形態において、原子層堆積装置の前記第一のチャンバは、2つ以上のセンサを含む第一のセンサネットワークをさらに含み、前記第一のセンサネットワーク内の各センサは、1つ以上の信号を前記共通信号ハブに配信するように構成され、前記第一のセンサネットワークは前記物品を取り囲む気体環境の温度、圧力及び/又は組成を監視するように構成される。

40

【0134】

少なくとも1つの実施形態において、原子層堆積装置は、同時に、共通信号ハブに複数の信号を送信し、そこから複数の信号を受信するように構成された少なくとも1つの制御システムをさらに含み、前記制御システムは、装置全体にわたる材料流を調整するための制御可能なユニットを提供するように構成されている。

【0135】

少なくとも1つの実施形態において、原子層堆積装置は、a) 前記第二のチャンバの第二の固体相出口と連通する第三の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリであって、少なくとも2つの作動機構を有する第三の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリ、及び、b) 1つ以上の作動機構を有し、そして前記物品の材料流量を調整しながら気体環境の温度、圧力及び組成を制御するように構成された第一の輸送ユニット

50

をさらに含む。少なくとも1つの実施形態において、原子層堆積装置の前記第一の輸送ユニットは、信号ハブと双方向制御信号通信しており、前記第一の輸送ユニットの1つ以上の作動機構は、前記第三の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリ作動機構と同期作動するように構成される。少なくとも1つの実施形態において、前記第一の輸送ユニットの出口は、少なくとも2つの作動機構を有する第四の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリと流体連通しており、前記第一の輸送ユニットの1つ以上の作動機構は前記第四の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリ作動機構と同期作動するように構成されている。少なくとも1つの実施形態において、前記第三の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリの作動機構と同期作動するように構成された前記第一の輸送ユニットの作動機構、及び、前記第四の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリの作動機構と同期作動するように構成された前記第一の輸送ユニットの作動機構は同じである。少なくとも1つの実施形態において、前記第三の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリの作動機構と同期作動するように構成された前記第一の輸送ユニットの作動機構、及び、前記第四の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリの作動機構と同期作動するように構成された前記第一の輸送ユニットの作動機構は異なる。

10

【0136】

少なくとも1つの実施形態において、原子層堆積装置は、前記第三の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリと流体連通し、そして前記第一の輸送ユニットと並行している第二の輸送ユニットであって、1つ以上の作動機構を有し、前記物品の材料流量を調整しながら、気体環境の温度、圧力及び組成を制御するように構成された第二の輸送ユニットをさらに含む。少なくとも1つの実施形態において、原子層堆積装置の前記第二の輸送ユニットは、信号ハブと双方向制御信号通信しており、前記第二の輸送ユニットの1つ以上の作動機構は、前記第三の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリ作動機構と同期作動するように構成されている。

20

【0137】

少なくとも1つの実施形態において、原子層堆積装置は、各輸送ユニットを通して流れる比表面積を規定することができるように、それぞれの輸送ユニットへの処理済表面を有する前記物品を含む固体相の流量を調整するようにさらに構成されている。少なくとも1つの実施形態において、原子層堆積装置は、a) 前記第一のチャンバの前記第一の気体相出口及びb) 第一の排出物戻りマニホールドに隣接し、流体連通し、それらの間に介在する第三の気体相バルブアセンブリ又は気体相ポンプアセンブリをさらに含む。少なくとも1つの実施形態において、前記第三の気体相バルブアセンブリ又は気体相ポンプアセンブリは前記共通信号ハブと双方向信号通信する少なくとも1つの作動機構を有し、前記第一のチャンバ内の気体環境の圧力を制御するように構成されている。

30

【0138】

少なくとも1つの実施形態において、原子層堆積装置は、a) 前記第二のチャンバの前記第二の気体相出口及びb) 第二の排出物戻りマニホールドに隣接し、流体連通し、それらの間に介在する第四の気体相バルブアセンブリ又は気体相ポンプアセンブリをさらに含む。少なくとも1つの実施形態において、前記共通信号ハブと双方向信号通信する少なくとも1つの作動機構を有し、前記第二チャンバ内の気体環境の圧力を制御するように構成された前記第四の気体相バルブアセンブリ又は気体相ポンプアセンブリをさらに含む。少なくとも1つの実施形態において、第四の気体相バルブアセンブリ又は気体相ポンプアセンブリの少なくとも1つの作動機構は、前記第三の気体相バルブアセンブリ又は気体相ポンプアセンブリの少なくとも1つの作動機構と同期作動するように構成されている。

40

【0139】

少なくとも1つの実施形態において、原子層堆積装置は、1つ以上の作動機構を有し、前記第一の気体相バルブアセンブリ又は気体相ポンプアセンブリと流体連通する第一の前駆体送達システムをさらに含み、前記前駆体送達システムは、i) 外部加熱機構を有する蒸発器ユニット、ii) 外部冷却機構を有する蒸発器ユニット、iii) 内部加熱機構を有

50

する蒸発器ユニット、i v) 内部冷却機構を有する蒸発器ユニット、v) 前記第一のチャンバ内で行われる特定の物品及びプロセスに構成可能である前駆体体積コントローラ、v i) 液体前駆体注入ポンプシステム、v i i) 固体前駆体計量システム、v i i i) 前記第一のチャンバへの送達が意図された前駆体のモル数に合わせたサイズの1つ以上の第一の毛細管ノズル、i x) 各々が規定可能な総内部表面積を有する1つ以上の第一の膨張タンク、ここで、すべての第一の膨張タンクの総表面積の合計は、前記第一のチャンバで飽和される物品の総活性表面積より大きい、及び、x) 急速熱処理システムを有する第一の蒸発器ユニットを含む。

【0140】

少なくとも1つの実施形態において、装置は、1つ以上の作動機構を有し、前記第二の気体相バルブアセンブリ又は気体相ポンプアセンブリと流体連通する第二の前駆体送達システムをさらに含み、前記前駆体送達システムは、i) 外部加熱機構を有する第二の蒸発器ユニット、i i) 外部冷却機構を有する第二の蒸発器ユニット、i i i) 内部加熱機構を有する第二の蒸発器ユニット、i v) 内部冷却機構を有する第二の蒸発器ユニット、v) 前記第二のチャンバ内で実施される特定の物品及びプロセスに構成可能な第二の前駆体体積コントローラ、v i) 第二の液体前駆体注入ポンプシステム、v i i) 第二の固体前駆体計量システム、v i i i) 前記第二のチャンバへの送達が意図された前駆体のモル数に合わせたサイズの1つ以上の第二の毛細管ノズル、i x) 各々が規定可能な総内部表面積を有する1つ以上の第二の膨張タンク、ここで、すべての第二の膨張タンクの総表面積の合計は、前記第二のチャンバ内で飽和される物品の全活性表面積より大きい、及び、x) 急速熱処理システムを有する第二の蒸発器ユニットを含む。少なくとも1つの実施形態において、第一の前駆体送達システムの少なくとも1つの作動機構は前記第二の前駆体送達システム少なくとも1つの作動機構と同期作動される。

【0141】

原子層堆積装置は、バッチ、半バッチ、半連続及び連続原子層堆積プロセス又はサブプロセスのうちの1つ以上を実施するように構成されうる。

【0142】

最終使用用途に応じて、チャンバ、入口、出口及びバルブの位置又は場所を変更することができる。少なくとも1つの実施形態において、第二のチャンバは第一のチャンバの下にある。少なくとも1つの実施形態において、第四の固体バルブアセンブリ又はポンプアセンブリの少なくとも一部は、第一の固体バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリの少なくとも一部と同じ水平面に配置される。少なくとも1つの実施形態において、第四の固体バルブアセンブリ又はポンプアセンブリの作動機構は前記第一の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリの作動機構と同期作動するように構成される。少なくとも1つの実施形態において、前記第一の輸送ユニットの出口は、少なくとも2つの作動機構を有する前記第一の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリと流体連通しており、前記第一の輸送ユニットの1つ以上の作動機構は前記第一の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリ作動機構との同期作動するように構成されている。

【0143】

本技術のシステム及び装置は、様々な圧力レベルで操作するように構成されうる。例えば、装置は、約0.1トルの最小圧力で操作するように構成されうる。さらに、装置は、例えば、最大約1500トルの圧力降下に対応するように構成されうる。

【0144】

図1は、本技術の多くの可能性のある構成のうちの4つを示している。図1Aは、本技術の一般的な実施形態、合成工程後の処理工程及びコーティング工程後の処理工程により最適化された下部構造及び表面構造を有するカプセル化粉末を生成するための四工程方法を示す。図1Aに示す実施形態は、合成され、コーティングされた粉末を製造するための装置及び方法を提供し、これは、劣った複合材粉末を生成することなく、合成後の処理工程及びコーティング後の処理工程から利益を得る。そのような方法より具体的な例は図1Bに示されており、ここで、合成プロセスは火炎系又は燃焼合成タイプのスプレー熱分解プ

ロセスを含み、前処理工程は急速プラズマアニーリング工程を含み、そして、ALDコーティング工程後の後処理工程は熱アニーリングを含む。そのような方法において、前駆体は火炎中又はその近くに投与され、粒子は連続法で合成されうる。幾つかの用途では、エネルギー提供工程（例えば、熱処理、プラズマ処理、電磁波/電磁場処理など）は特定の結晶相を促進し、表面積を低減し、又はそのような工程がなければ劣った製品を作成するであろうその他の属性を低減するという利益がある。このような合成工程と処理工程の組み合わせは、本明細書中に記載されるシステムの1つ以上で行うことができ、各サブ工程は、機械学習機能を備えることができるマスターコントローラとして機能する共通信号ハブに接続されうる。合成及び処理工程に対して条件が最適化されると、表面改質サブプロセス及びサブシステムを包括的なプロセス及びシステムに統合できる。このようなプロセスの1つであるALDは、特定の空間（空間ALD）又は時間（時間ALD）にわたって行われる特定の一連の工程及びシーケンスを含む。特定の工程数及びプロセス条件は、特定の製品に合わせて調整できる。コーティングされたワークピース又は粉末を生成できるように表面コーティング処理を規定すると、サブシステムで特定の後処理サブプロセスを実施して、最終使用用途に合わせて材料を完全に最適化することができる。図1Cは、多機能の多層の及び/又はハイブリッドのコーティングを生成するために複数のコーティング工程を含むか、又は、第一のコーティング材料の構成成分が第一の合成された粉末に拡散して第一の統合された下部構造を生成するように第一のコーティング材料が設計され、次いで、合成工程及びコーティング工程により、多機能又はハイブリッドの上部構造を生成し、次いで、場合により、後処理工程を行うことができる、実施形態を示す。この方法は、他の不活性又は活性材料と共にスラリーに配合される粒子又は粉末を含むスラリースプレー法を組み込んでおり、これは、例えば、火炎溶射、プラズマ溶射又は噴霧乾燥システムを通して送達することができる。この方法は、2つの工程で合成されることから利益が得られる複合材粉末に特に有用であり、2つの工程で生成される組成物は独特であり、1工程法では容易に達成できない。このタイプの材料は、さらに基材に均一に適用された第一のALDコーティング材料からさらに恩恵を受けることができ、それが第二の合成工程で処理されると、均一に分散した第一のALDコーティング材料を最終複合材粒子内に均一に取り込むことができる。続いて、第二のALDコーティング材料を複合材料の外表面に適用することができ、次いで、必要に応じて別の処理工程を行うことができる。図1Dは、粉末をシステムに提供し、コーティング工程の前後に処理工程を含む簡略化実施形態を示す。この方法において、1つ以上の記載されたサブシステム及びサブプロセスで粉末に前処理工程は行われ、粉末がコーティングされると、類似の又は異なる処理サブシステム及びサブプロセスで処理されて、最適化された複合基材又は粉末を生成する。

【0145】

図2は、図1Aの1つの実施形態のプロセスフローダイアグラムを示し、合成サブシステム、前処理サブシステム、シリーズでの二工程ALDコーティングプロセス、後処理サブシステム、最適化された材料を収集するための単位操作を含み、すべての重要なプロセス及び操作パラメータに対する共通のコンピュータ制御を含む。この方法は、最終用途環境で顧客に価値のある提案を達成するように調整及び設計された複合材粉末製品を製造するように設計されている。合成サブシステム101は、粒子合成システムの配列の1つを表すことができ、ここで、1つ以上の前駆体フィードストックは、制御ポート103を通して測定及び制御された既知の流量、濃度、温度、圧力、周期性で入口アセンブリ102を通してシステムに効果的に送達され、システムは出口アセンブリ104を通して合成された材料を送り出す。制御ポートは、i) 場合によりろ過ユニットを備えたシステムに出入りする物質又は材料流のために設計されたバルブ調整ポート、ii) プロセス物質及び/又は製品監視のための現場測定能力を得るための診断ポート、iii) 外部測定能力を得るためにプロセス物質及び/又は製品を取り出すためのサンプリングポート、iv) プラズマグロー放電、又は有機材料のFTIR分光監視など、プロセス物質及び/又は製品を監視するための光ポート、v) 合成サブシステムで実施されるプロセス全体にわたって、粉末、ワークピース、押出物などにせん断を与え及び/又は攪拌/混合するための噴射又は

機械的混合ポートのうちの1つ以上を含むことができる。制御ポートは、合成サブシステムの一部に、上部近傍に、中央に及び/又は底部に、又は底部近傍に配置できる。少なくとも1つの実施形態において、同じタイプ又は分類の制御ポートは、システム全体の複数の場所に意図的に配置され、時に、壁から合成サブシステムを中心まで延在し、又はさらには合成サブシステムの反対側まで延在することができるバッフル又はインターナルを含む。完了すると、合成粉末は制御された様式で出口アセンブリを出て、輸送ユニット105及び/又は106を介して処理サブシステムに送られ、ここで、1つは一次経路を表し、もう1つは一次経路の1つ以上の特徴を増強する二次経路を表し、それは不活性流ブースターシステム又は対流熱変調システムを含む。

【0146】

処理サブシステム201は、前処理プロセスを実施する前処理操作を表す。制御ポート202は、合成サブシステムで合成される粉末の特性を改善するために行われる特定のサブプロセスを行うように、タイプ、場所及び頻度が選択される。処理サブシステムの重要な特徴は、処理サブシステムにおけるプロセスに関連する各相の全体的な材料及び物質輸送を制御するコンピュータ制御処理アセンブリ203である。処理アセンブリは、サブシステムを通る材料流を制御するために使用される材料流バルブを含み、輸送ユニットから直接粉末を受け取るように構成され、又は、処理アセンブリの上方に描かれているようにホッパーを介してステージングされる。処理アセンブリは、典型的に、1以上の不活性ガス、還元ガス又は気体、酸化性ガス又は気体、エッチャント又はその他の化学反応性ガス又は気体、ドーパントガス、分子グラフト化気体又は他の機能化ガス又は気体を含むことができる、処理エンハンサ204により増強される。効率を最大化するために、処理エンハンサは、出口アセンブリ104及び輸送ユニット106と電気通信するように設計されており、それにより、処理エンハンサの出力パラメータは、合成サブシステム101からの合成された材料の既知の定量化された物理的属性と整合する。監視され、各サブシステムの制御システム全体を通る重要な特徴の1つは、基材、粉末、押出物又はワークピースの比表面積である。処理サブシステムは処理混合機205から利益を得ることができ、それは、例えば、スターラ、ブレンダー、インペラ、静翼又は音叉などの材料混合又はブレンディングユニット（例えば、機械式、音響式、振動式など）、及び、エネルギー送達及び制御手段（例えば、伝導、対流又は輻射加熱、プラズマ曝露など）を備えることができ、それらは共通信号ハブから完全に制御可能である。さらに、制御ポート103と形態、分類及び機能が類似している処理制御ポート206は、処理サブシステムで特定のタイプのサブプロセス及び操作を実施するのに有用である。完了すると、処理粉末（及び図2で提供された、合成及び処理された粉末）は、制御された様式で処理サブシステムを出て、輸送ユニット207を介してコーティングサブシステムに送られる。

【0147】

コーティングサブシステム301は、本技術のプロセス、サブプロセス、システム及び/又はサブシステムを使用して最適化された広範な製品を生産するために展開できるコーティングサブシステムのより広いカテゴリーの1つの実施形態である。コーティングサブシステムは、バッチ、半バッチ、半連続又は連続コーティングサブシステムを表すことができる。例示的なシステムとしては、van Ommenら（米国出願番号第11/955,184号）により記載されたバッチシステム、Kingら（米国出願番号第13/069,452号）により記載された半バッチ又は半連続システム、及びElamら（米国出願番号第14/339,058号）により記載された連続システムが挙げられ、それらをすべて参照により本明細書に取り込む。コーティングサブシステム301は、Kingら（米国出願番号第13/069,452号）のプロセスを実施するのに適合するように設計され、一方、システム及びプロセス全体は、Ommenら、Kingら及びElamらにより記載されたシステムに対して改良する重要な特徴を取り込んでいる。コーティングサブシステムは、入口、出口、及び、材料流を同時に調整し、前駆体の機能化製品への転化を制御し、公称操作圧力及び温度を制御するための制御可能なユニットを備えた少なくとも1つのチャンバを含むことができる。コーティングサブシステムは、入口及び出口を有する少なくとも1つのバルブアセン

10

20

30

40

50

ブリ 3 1 1 を含み、ここで、入口は隣接する又は上にあるチャンバの出口と流体連通し、出口は隣接する又は下にあるチャンバの入口と流体連通し、バルブアセンブリは、隣接するチャンバ内の公称圧力を維持するための少なくとも 2 つのコンピュータ制御作動機構を有する。第一のコンピュータ制御作動機構は、物質の第一の相を、物質の他の相が 1 つのチャンバから他のチャンバに流れることを可能にすることなく放出する手段を提供し、第二の、第三などのコンピュータ制御作動機構は、物質の他の相が 1 つの隣接するチャンバから異なる隣接するチャンバに流れることを可能にする逐次手段を提供する。各システム又はサブシステムは、システム又はサブシステム内に存在する物質の相ごとに少なくとも 1 つのコンピュータ制御作動機構を含む。これは、Ommenら、Kingら及びElamらにより記載されたいずれかのシステムで思料されるものを超える。各コンピュータ制御作動機構は共通信号ハブと、別個のサブプロセスを制御するための別個のサブシステムの材料の同じ相のための少なくとも 1 つのコンピュータ制御作動機構と電子通信する。これは、サブシステム 1 0 4、2 0 3、3 0 2 などを接続する破線の矩形で概念的に示されており、例えば、並列として描かれたコーティングサブシステムの 1 つ又は複数のサブコンポーネント（例えば、コーティングサブシステム 3 0 2 及び 4 0 2）はさらに、水平面に描かれている場合に、同じ水平面に存在していることができ、描かれたサブシステム又はサブコンポーネントが異なる水平面にあることを妨げない。この材料相ベースの監視及び制御システムは、好ましくは、反応体流、生成物流、操作条件の同時フィードバック及びフィードフォワード制御するように、そして製造中の材料の質量又は体積輸送を連続的に監視するように設計されている。コーティングサブシステムは、前駆体送達ユニット、チャンバ幾何形状、分析モニタリング機器の接続性、フローエンハンサ、スターラ、バイブレータ、アジテータ、ヒータ、フィルタ、アクチュエータ、バルブ、制御システム、制御インテリジェンス、又は、高歩留まりでの製品の製造に不可欠であると決定された他の独自の設計特徴を含む、商業製品又は工業製品での使用に適した特定の材料の組み合わせの製造に要求される少なくとも 1 つの歩留まり向上構造又は機能設計の特徴をさらに含むことができる。

10

20

【0 1 4 8】

図 2 のコーティングサブシステムは、それぞれが入口、出口及び材料流を供給及び調整し、周囲環境を一時的に制御するための制御可能なユニットを備えた少なくとも 2 つの垂直移送操作手段を含む。適切には、少なくとも 1 つの移送操作手段は下向きであり、材料を下にあるレシーバに堆積し、少なくとも 1 つの移送操作手段（例えば、輸送ユニット 3 0 3）は上向きであり、材料を上にあるレシーバ（例えば、コーティングサブシステム 4 0 1、処理システム 5 0 1、停止ユニット 6 0 1、又は、合成システム 1 0 1、処理システム 2 0 1 又はコーティングサブシステム 3 0 1 への再循環）に堆積し、そして各垂直移動操作手段の供給操作は共通制御され、実質的に均一な毎時輸送速度を維持する。このシステムは、共通信号ハブから輸送ユニット 1 0 6、2 0 7、3 0 3 などを通る材料の同期流を提供するように設計されている。

30

【0 1 4 9】

図 2 の第二のコーティングサブシステム、すなわち、コーティングサブシステム 4 0 1 はコーティングサブシステム 3 0 1 に類似しているが、これらのサブシステムのそれぞれで実施されるサブプロセスは、基材又はワークピース、コーティングのタイプ及び/又は組成、サブプロセスがサブシステム、サブシステム群又はシステム全体を通る第一のパス、第二のパス又は第 n 番目のパスを表すかどうか、対象の最適化された複合材料及びその産業上の利用可能性に起因する性能上の利点の性質に応じて、同じであっても又は異なってもよい。

40

【0 1 5 0】

図 2 の処理サブシステム 5 0 1 は処理サブシステム 2 0 1 に類似しており、図 1 A に示す第四の工程を実施するように設計されている。各処理サブシステムで実施されるサブプロセスは、基材又はワークピース、処理プロセスのタイプ、このサブプロセスがサブシステム、サブシステム群又はシステム全体を通る第一のパス、第二のパス又は第 n 番目のパス

50

を表すかどうか、対象の最適化された複合材料及びその産業上の利用可能性に起因する性能上の利点の性質に応じて、同じであっても又は異なってもよい。幾つかの材料及び製品については、処理サブシステム501は不要であり、この工程を任意工程にし、図1に示される各任意のスキームを単純化する。幾つかの他の材料及び製品については、処理サブシステム501は、処理サブシステム501に到達する前にサブシステム101、201、301及び/又は401を場合により通過する材料の性能を改善するように設計された熱アニールサブプロセスを表す。材料の同期化された流れに関連する時定数を超える滞留時間の恩恵を受ける処理プロセスでは、この技術は1つ以上の並列システムに収束又は発散する流れを提供する。これらの並列システムは、適切なサイズの輸送ユニット及びチャンバ/容器容量で全体的に均一な輸送速度を維持し、連続モードで操作する少なくとも1つのサブシステムと、半連続モード又はバッチモードで操作する少なくとも1つのサブシステムの集中管理を可能にするように設計されている。例えば、単一の合成サブシステム101は、ダイバータバルブ又は類似の機器を使用して2つ以上の並列製品ストリームに分割され、次いで、2つ以上の並列コーティングサブシステム（例示的なサブシステムは、図2に示される半連続ユニットによって表すことができる）に供給される単一の半バッチ処理サブシステム201に供給される連続プロセスであることができる。そのようなシステムにおいて、各コーティングサブシステムチャンバの体積は処理サブシステム201の体積よりも小さくなりうる。後続の材料取り扱いシステムは、並行製品ストリームを再結合するように展開され、1つの共通処理サブシステム501に供給し、次いで、停止ユニット601により描かれているような袋詰め操作又は類似の操作へと流れる。あるいは、コンピュータ制御信号により単位体積が継続処理のプロセスに再び入るまで、材料のバッチ、サブバッチ又は他の単位体積量を収集し又はそうでなければ一時的に保存することができるサージタンクを使用することができる。

【0151】

図3は、図2Aのコーティングサブシステム302の1つの実施形態を示し、該システムは、共通信号ハブ（360）と、温度、圧力、ガス組成、pHなどによるマルチセンサー制御による機械学習のための制御スキームを有し、それは共通投与要素、共通排出又はろ過要素、及び、サブシステム及び完全なシステム全体の両方を通した質量及び物質の単位体積管理を備える。この構成において、材料の1つの相のグローバル輸送ベクトルは、バルブアセンブリ311と315との間でほぼ垂直に向けられ、材料の第二の相は、例えば、個々の制御ポート330又は331、例えば、又は、代替例として制御ポートマニホールド350から水平に輸送され得る。代わりに、又はそれに加えて、材料の1つ以上の第二の相は、第一の相の輸送の前、その間又はその後に、バルブアセンブリ311及び/又は315を通して投与されうる。1つ以上の制御ポートはコンピュータ制御され、他の制御ポート（例えば、信号線340）又はバルブアセンブリ（例えば、信号線390）と同期又は非同期で操作する作動機構を有することができる。さらに、システムは、無限の数の構成及び/又は操作モードでシステム全体を操作する手段として、信号線380及び共通信号ハブ360を含み、そのうちの4つが図1に強調されている。さらに、コーティングサブシステム302は、前駆体デリバリーユニット、チャンバ幾何形状（例えば、310で表される過度に単純化された幾何形状）、分析モニタリング機器の接続性、フローエンハンサ（例えば、320）、スターラ、バイブレータ、アジテータ、ヒータ（例えば、321）、フィルタ、アクチュエータ、バルブ、流動化助剤又は相、制御システム、制御インテリジェンス又は高歩留まりで製品を製造するために重要であると決定されるその他の独自の設計特徴部を含む、商業製品又は工業製品での使用に適した特定の材料の組み合わせの製造に要求される少なくとも1つの歩留まり改善構造又は機能設計特徴部をさらに含むことができる。

【0152】

例えば、コーティングサブシステム302などの気体/固体サブプロセスを実施するサブシステムでは、バルブアセンブリ311及びバルブアセンブリ315を利用すると有利であることができ、これらのそれぞれは、コーティングサブシステム301を通して基材の

流れを制御又は計量するための少なくとも2つの作動機構を有する。2つ以上の作動機構は、バルブアセンブリ311又は315内の2つ以上の別個のサブバルブ、又は共通バルブの別個の特徴部を制御することができるが、少なくとも1つの作動機構は、固体相の特性により大きく左右され、そして少なくとも1つの他のバルブは、気体相の特性により大きく左右される。各作動機構は、i)バルブの瞬時の開放、ii)バルブの瞬時の閉止、iii)プログラム可能な時定数にわたるバルブの制御された開放、iv)プログラム可能な時定数にわたるバルブの制御された閉止、v)バルブアセンブリを通るコンダクタンスを減らすためのバルブアセンブリのサブコンポーネントの拡張、vi)バルブアセンブリを通るコンダクタンスを増やすためのバルブアセンブリのサブコンポーネントの収縮、vii)コーティングサブシステムの体積容量を変化させるためのバルブアセンブリのサブコンポーネントの凹又は凸の撓み、viii)バルク材料流の方向と同一直線上でのサブコンポーネントの回転、又は、ix)バルク材料流の方向に接線方向でのサブコンポーネントの回転のうちの1つ以上を含むことができる。

【0153】

少なくとも1つの実施形態において、これらの機構のうちの2つ以上を同期的に作動させることができ、ここで、2つ以上の作動機構を単一のバルブアセンブリ又は2つ以上のバルブアセンブリに関連付けることができる。少なくとも1つの実施形態において、2つ以上の作動機構を、作動同士の間に関時間経過なしにシーケンスで関連付けることができる。幾つかの材料では、作動機構間の時定数は有益な場合があり、典型的に、材料の総表面積、総体積、粒子サイズ又はサイズ分布、細孔サイズ、構造又はサイズ分布、劣化現象、エッチング又は堆積速度、温度、圧力などの重要パラメータに関連付けられ、それらのパラメータでスケーリングされる。他の任意の実施形態において、コーティングサブシステム302が実施されるサブプロセスの継続時間の一部又は全部を通して間欠的に又は、共通信信号ハブ360を介して制御されながらランダム又は確率論的に、1つ以上の機構を作動させることが有用であることができる。作動機構(312, 313, 316, 317)、及び他のサブシステムの他のバルブアセンブリ及びコーティングサブシステム302の制御ポートは、好ましくは、共通信信号ハブ360を介して制御及び調整され、とりわけ、異なるコーティングプロセス、基材の変化に対応する。

【0154】

図4は、本明細書に記載される単一の前駆体に適した前駆体貯蔵、送達及びリサイクルサブシステムの化学システム700の実施形態を例示する。貯蔵ユニット701は、ポンプステーション702を通して分配マニホールド704への化学物質前駆体のコンピュータ制御送達をするように構成され、これは、例えば図2に適用されるように、特定の化学物質を直接提供することができ、合成サブシステム101、処理サブシステム201、コーティングサブシステム301又は401又は処理サブシステム501を提供することができる。特定の化学物質の組成及び適用性に依存する。ポンプステーション702は、好ましくは、すべての構成要素が共通信信号ハブと電気通信する二次バルブ構成を使用して、一定の前駆体圧力を維持する能力を有する。ここでも、共通信信号ハブ360は、分配マニホールド704の特定の脚(信号コネクタ705を有する)と、例えば図3の制御ポートマニホールド350との間に電気通信経路を提供する手段として表されている。化学システムは、共通信信号ハブ360を介して対応するサブシステム(例えば、101, 201, 301, 401, 501など)と電気通信しており、それにより、任意の1つ以上のバルブアセンブリの特定の機構の作動は1つ以上のサブシステム内又はサブシステム間で流体連通される。さらに、バルブアセンブリの作動は、任意の構成、例えば、同期的、連続的、間欠的又は断続的に整合され、1つ以上の時定数だけオフセットされうる。構成のタイプは、材料の総表面積、総体積、粒子サイズ又はサイズ分布、劣化現象、エッチング又は堆積速度、温度、圧力などの1つ以上の共通の重要パラメータに依存し、それらでスケーリングされる。時定数は、化学システム700と特定のデリバリーポイント(信号コネクタ703を使用)との間の距離、ポンプステーション702からの流量、戻りマニホールド706からのリサイクル導入によってさらに減衰させることができる。

【0155】

図4に示されている輸送エンハンサ800は、二次（三次）媒体中で希釈された前駆体の二相（又は三相）流のために設計されており、低蒸気圧液体前駆体、高度発熱性前駆体、毒性又は有害前駆体及び固体前駆体の送達に特に有利であることができる。輸送エンハンサは、体積膨張、強化ガス流、ガス流にさらされたときの前駆体の気化速度を向上させるための、より大きな前駆体／容器表面積、熱伝達の改善又はそれらの任意の組み合わせにより、前駆体を気化させるように設計することができる。少なくとも1つの実施形態において、前駆体は、バルブ付きデリバリーアセンブリ805と流体連通している前駆体容器801に供給、保管又は配置することができ、該容器は、順に、図2の1つ以上のサブシステム、例えば、204、302、402などに操作可能に接続することができ、場合により、広く蒸発ユニットを表す蒸発器チャンバ810を含むことができる。蒸発器チャンバは外部から加熱されても、又は、内部加熱機構を組み込んでもよい。他の実施形態において、蒸発器チャンバは、気化される材料に関連する適切な特徴を備えた毛細管を表すことができる。輸送エンハンサは、好ましくは、材料の総表面積、総体積、粒子サイズ又はサイズ分布、劣化現象、エッチング又は堆積速度、反応温度、操作圧力などの1つ以上の共通の重要パラメータに基づいてサイズ決定されるように構成され、輸送エンハンサが操作可能に接続されたサブシステムにより行われる方法及び材料に特異的であり、共通信号ハブを使用してさらに調整される前駆体体積コントローラ804を備える。デリバリーノズル811は、前駆体体積コントローラとノズルが貫通するように構成されているチャンバの圧力の圧力降下の恩恵を受ける。少なくとも1つの実施形態において、輸送エンハンサを使用して、特定の前駆体をコーティングサブシステムに送る。共通信号ハブは、コーティングサブシステムに対応する特定のサブプロセス工程でコーティングされる材料の総表面積を飽和させるのに要求される特定の前駆体の臨界しきい値量を特定し、その量を真空前駆体体積コントローラに装填する。蒸発器チャンバの圧力は、特定の前駆体の臨界しきい値量で満たされたときに、同時に又は順次に、前駆体体積コントローラの圧力よりも十分に低い圧力条件にされる。コーティングチャンバ310は、同時に又は順次に、蒸発器チャンバの圧力よりも十分に低い圧力条件にされる。信号コネクタ806及び807を介して共通信号ハブによって状態を継続的に監視する。あるいは、圧力差を使用して前駆体の送達を制御するのではなく、重力搬送が幾つかの固体前駆体の送達に十分な場合があり、直接的又は間接的に、全体又は一部を落下させることができる。幾つかの場合には、蒸発器チャンバ810は充填媒体808で満たされ、それはコーティングサブシステム302に対応する特定のサブプロセス工程でコーティングされる材料の総表面積よりも大きな表面積を有するように構成される。少なくとも1つの実施形態において、充填媒体は表面積がより小さいこともある。蒸発器チャンバには、場合により、急速熱処理システムを装備することができ、該システムは指定された時刻に充填媒体から前駆物質を迅速に解放するように設計される。代わりに、又はそれに加えて、充填媒体を除去せずに蒸発器チャンバを洗浄し、切り替える能力を高めるために、そのようなシステムに反応性ガスを取り込んでもよい。蒸発器チャンバは、バルブ803を介したバルブ付きデリバリーアセンブリ805がそのように操作可能に構成されたときに、チャンバと流体連通する1以上のパージポート802aを介して、又は、場合により分配プレート809を介してチャンバと流体連通するパージポート802bを介して追加の二次又は三次媒体デリバリーシステムに操作可能に接続されることができる。

【0156】

特定の低蒸気圧の液体又は固体前駆体を利用する各サブシステムは、例えば、Provencherらによる米国特許公開第2008/0202416号明細書に開示されているように、上記の単一の分配マニホールド704は1つ以上のサブシステムに操作可能に接続されている、単一の分配マニホールド704を備えた従来の集中化学システム700に対して、各前駆体入口アセンブリごとに1つ以上の専用輸送エンハンサ800を流体連通させることから利益を得ることができる。少なくとも1つの実施形態において、分配マニホールド704の1つ以上の脚部は、前駆体容器801と流体連通するように構成され、低蒸気圧液体

10

20

30

40

50

前駆体、高発熱前駆体、毒性又は有毒な前駆体、固体前駆体又はその他の困難又は危険な前駆体と特性化されない前駆体をより正確に送達及び管理することができる。そのような構成において、蒸発器チャンバ 810 は、例えば、図 3 のコーティングチャンバ 310 を表すことができ、送達ノズル 811 は、効率的な前駆体送達のためにそこに直接貫通することができる。輸送エンハンサは、例えば、輸送エンハンサの存在しないサブシステムと比較して、サブシステムで製造される材料のスループットを少なくとも 10 % 増加させるため、又は前駆体消費効率を少なくとも 5 % 増加させるために利用されうる。表面積によって概略決定されるプロセス（コーティング又はグラフトプロセスなど）の場合に、総表面積は重要パラメータとして利用されうる。酸化、還元及びエッチングなどのプロセスでは、体積値を規定できる表面積及び反応侵入深さの両方を重要パラメータとして利用できる。特定の二次粒子サイズを達成するための熱アニーリング、造粒又は凝集などのプロセスでは、平均直径などの長さスケールを重要パラメータとして利用できる。これらのプロセス及び潜在的な重要パラメータは、本発明を限定することを意図したものではなく、注目の各サブシステムの入力及び出力で定性的又は定量的に特定及び監視され、共通信号ハブを介したプロセス及び製品の最適化のための機械学習を可能にするパラメータの代表的なサブセットとして含まれている。

【0157】

図 5 は、本技術の別の実施形態を示し、これは、共通信号ハブ 360 と電氣的に接続された二段階回転システムをそれぞれ含むコーティングサブシステム 301 に供給する前処理サブシステム 201 を含む。この構成において、処理及びコーティングのためのバッチ又は連続回転型反応器サブシステムは、それぞれ輸送ユニット 207 及び 303 に接続され、各輸送ユニットは、後続の単位操作に入る前にセパレータシステム 901 に供給する。このシステムに特に関連するのは、効率的な操作システムを実現するために要求されるパラメータモニタリングである。図 5 に示すプロセスは、バルクバッグアンロード又は出口アセンブリ 104 から受け取ったままの粉末から始まり、これは、処置アセンブリ 203 に輸送され、第一の処理工程、例えば、軽度の還元ガス暴露を行い、それは処理エンハンサ 204 により提供され、第一の回転バッチシステムで実施される。暴露時間、回転速度、濃度、圧力及び温度などのプロセスパラメータは、この例示的な第一の処理工程における総表面積によって主に決めることができる。第二の処理工程において、材料は所定の速度で処理ミキサ 205 に入り、コンピュータ制御条件下で処理制御ポート 206 を介して第二の処理工程を実施することができる。この第二の処理工程の機能が後続のコーティング工程へのホットフローのための材料を均一に予熱することである場合には、プロセスパラメータは、質量、熱伝導率及び／又は熱容量などの因子によって主に決めることができる。セパレータシステム 901 は、サイクロンセパレータ又は他の固気分類システムを表すことができ、その場合、輸送ユニット 207 及び 303 を通る材料密度、粒子サイズ及び流量は、操作品質にとって重要なパラメータである。材料が第一のセパレータシステム 901 を通過し、バッチ式回転ドラム反応器に代表されるコーティングサブシステム 302 に入ると、例示的なコーティングプロセスは、直列又は並列の 1 つ以上の単位操作で実施できる。図 5 は、1 つの前駆体が化学システムから（分配マニホールドの 1 つの脚部を介して）コーティングサブシステム 302 a に送られる構成を例示し、異なる前駆体は、輸送エンハンサからの追加支援によりコーティングサブシステム 302 b への送達から利益を得る。所望ならば、別個の輸送エンハンサをコーティングサブシステム 302 a に操作可能に接続することができる。すべての場合において、すべてのコーティングサブシステム（及び通信信号の送受信から恩恵を受けるすべての個々のサブコンポーネント）は、共通信号ハブ 360 と電氣的に接続されている。コーティングサブシステムで実施されるプロセスの重要パラメータは材料の総表面積に最も大きく依存しうるが、輸送エンハンサを使用するとき、材料パラメータ及び前駆体特性の両方に基づくさらなるプロセスの改良が必要になる場合がある。図 5 は材料がバッチ（201）、連続（901）、バッチ（301）、連続（901）から半バッチ停止ユニット 601 までステージングされる実施形態をさらに表し、それは入口、出口、及び、材料流を供給及び調整し、周囲環境を一時

10

20

30

40

50

的に制御するための制御可能なユニットをそれぞれ有する少なくとも2つの垂直移送操作手段を含む。このようなシステムにおいて、少なくとも1つの移送操作手段は下向きであり、下にあるレシーバに材料を堆積させ、少なくとも1つの移送操作手段は上向きであり、上にあるレシーバに材料を堆積させる。さらに、垂直移送操作手段の供給操作は一般に制御され、実質的に均一な毎時輸送速度を維持する。システムは、化学反応反応体流、化学反応生成物流、化学反応操作条件及び製造中の材料の質量輸送又は体積輸送の連続モニタリングの同時フィードバック及びフィードフォワード制御を行うように設計された制御システムを含むことができる。連続モードで操作する少なくとも1つのサブシステム、及び半連続モード又はバッチモードで操作する少なくとも1つのサブシステムも含まれることができる。これは、複合材製品の製造効率を最大化する手段として、共通信号ハブにおける製造システム全体にわたって、注目のすべての固有及び外因性の特性及びパラメータを定量化して記録するのに役立つ。

【0158】

図6はシステム全体のプロセス条件及び輸送特性を最適化するための統合機械学習を備えた、コンピュータ制御による個別の同期単位操作を含む多段空間配置連続処理及び/又はコーティングシステムの概略図を示している。入力を監視及び制御するために、初期バッチ及び/又は半バッチ操作が組み込まれ、材料は、最終バッチ又は半バッチ単位操作でシステム全体から出てくる。図6に示される例示的なプロセスフローダイアグラムは、同じサイズの単位操作が含まれており、個々のサブシステムを通る輸送速度は同じである必要があるが、実際には、各サブプロセスを行う並列反応器のサイズ及び数は、前駆体、材料及び製品に関連する重要パラメータに基づいてスケールリングされ、そして共通信号ハブ360で監視及び制御される（接続は図示せず）。代表的な連続攪拌反応器は320及び321で表されるフローエンハンサ、バッフル、インターナル、スターラ/アジテータなどとともに全体に示されており、良好な製品の均一性をもたらす。Elamら（米国出願第14/339,058号明細書）によって教示されているような内部セパレータシステムを含まない単一の連続ユニットに対して、一連の別個の連続ユニットを組み込むこの実施形態の利点は、各セパレータユニット（901）が処理基材からの気体相反応体及び製品の解放を可能にし、様々なエフルエントストリームを管理することを可能にし、及び/又は、ストリームを混合することなくリサイクルすることを可能にし、前駆体混合及び前駆体利用に関する潜在的な問題を克服する。各々の後続の連続攪拌容器への気体相材料のキャリアオーバーを最小限に抑制するために不活性カーテンを形成するディップレグに追加の不活性パージを適用することで、セパレータシステムをさらに改善できる。このシステムの追加の利点としては、大気圧よりも高い圧力で操作する能力が挙げられる。これにより、スループット容量が向上し、表面積の大きい材料の処理及びコーティングが容易になる。幾つかの実施形態において、半径方向の混合が支配的であり、他の実施形態において、軸方向の混合が支配的である。反応器チャンバは、水平面からの0°、1°、2°、3°、4°、5°、6°、7°、8°、9°、10°、11°、12°、13°、14°又は15°の角度で取り付けることができ、ここで、滞留時間が長くなることで利益が得られる表面積の大きい材料には、角度が小さいほど適している。

【0159】

図7は、システム全体でプロセス条件及び輸送特性を最適化するためのコンピュータ制御及び統合機械学習を備えた個別同期機械流動化単位操作を含む多段階バッチ、半バッチ、半連続又は連続処理及び/又はコーティングシステムの概略図を示している。この構成において、粉末又は流動性物品又は基材は、場合により、合成システム101を使用して合成され、処理サブシステム205に運ばれるか、又は、手動又は自動で装填される。処理された基材は、入口及び出口を有するバルブアセンブリ311を通してコーティングサブシステム302aに投与され、ここで、入口は、隣接する又は上にあるチャンバの出口と流体連通しており、出口は、隣接する又は下にあるチャンバの入口と流体連通している。バルブアセンブリ311は、隣接するチャンバ内の公称圧力を維持するための少なくとも2つのコンピュータ制御作動機構を有し、ここで、少なくとも1つのコンピュータ制御作

動機構はサブシステム内に存在する材料の相ごとに利用可能である。第一のコンピュータ制御作動機構は、物質の1つの相を、物質の他の相を1つのチャンバから他のチャンバに流れさせることなく放出する手段を提供する。第二の、第三などのコンピュータ制御作動機構は、物質の他の相を1つの隣接するチャンバから異なる隣接するチャンバに流れさせる順次の手段を提供する。図7のシステムは、化学反応反応体流、化学反応生成物流、化学反応操作条件の同時フィードバック及びフィードフォワード制御、及び製造中の材料の質量又は体積輸送の連続監視を行うように設計された共通信号ハブ360も含む。システムは2つの平行なコーティングサブシステム（例えば、図2の302及び402で示されるとおり）を含むことができ、それぞれは入口、出口、及び、材料流を供給及び調整し、周囲環境を一時的に制御するための制御可能なユニットを有し、ここで、少なくとも1つの移送操作手段は下向きであり（例えば、バルブアセンブリ311及び411）、下のレシーバに材料を堆積し、少なくとも1つの移送操作手段は上向きであり（例えば、輸送ユニット303）、上にあるレシーバに材料を堆積する。コーティングサブシステム302a及び302bが、それぞれコーティングサブシステム402a及び402bと同様のプロセスを実施しているので、垂直移送操作手段の供給操作は共通信号ハブによって共通して制御され、実質的に均一な毎時輸送速度を維持する。1つ以上の機械的流動化システム（321）はロータ、リボン、ステータ又はパドルなどの各サブシステムチャンバー内に存在することができ、前駆体は機械的流動化条件下に気体相、液体相又は固体相で反応器へ注入するように構成できる。反応副生成物の連続的、間欠的又は周期的な排出は行われ、一方、前駆物質の注入は、初期的にのみ、又は排出工程に対して同時に、順次に、定期的に、パルス状で又は非同期的に行われることができる。機械的流動化システム321は、基材排出プロセスを支持する二重機能を果たす。このシステムは、幅広いサイズ分布を有する粒子及び流動性基材、ならびに中実から非常に多孔性の範囲のものを処理及びコーティングするのに有益である。例えば、約 $0.01\text{ m}^2/\text{g}$ ～約 $1.5\text{ m}^2/\text{g}$ の比表面積を有する材料は、定期的な排出工程なしで処理されうる。約 $1.5\text{ m}^2/\text{g}$ ～約 $50\text{ m}^2/\text{g}$ の比表面積を有する材料は、複数の排出工程及び1つ又は幾つかの前駆体投与工程を用いて処理されうる。約 $50\text{ m}^2/\text{g}$ ～約 $2,000\text{ m}^2/\text{g}$ の比表面積を有する材料は、複数の連続したパルス状の排気及び投与工程を用いて処理して、表面飽和を完了させることができ、及び/又は、前駆体の送達時間を最小限に抑えるために結露の危険性を冒すことなくより高い前駆体圧力及び濃度を達成するように構成されたバンパータンクを組み込むことができる。この構成は、機械的混合システムが、処理中の内部混合と、吐出ノズル及び下にある又はさもなければ一連の単位操作への材料の効果的なポンプ送りとの両方の二重機能を果たす能力を有する。一体型バグフィルタを使用して、前駆体投与及び副生成物排出工程の融通性を改善することができ、各サブシステムが製品の完全性を乱すことなく「呼吸」できるようにする。あるいは、又はさらに、様々なタイプの空気式コンベア、機械式コンベヤ、振動デバイス、ガスデリバリージェット、音波デバイスなどを使用して、コーティングされた粉末又は流動性材料を次の連続する反応器に輸送することができる。

【0160】

図8はシステムの概略図を示しており、場合により、共通合成サブシステム101、共通の第一の処理サブシステム201、共通信号ハブ360（ラベル付き及びラベルなしのすべてのサブコンポーネントへの接続は図示せず）によるコンピュータ制御を備えたサブチャンバを含む、分配された及び/又は平行の同期されたコーティングサブシステム302a及び302bを含み、それぞれ、個々のサブシステム全体でプロセス条件及び双方向輸送特性を最適化し、次いで、共通の第二の処理サブシステム501及び停止ユニット601の再集中化システムを最適化するための統合化機械学習を備える。システムは、それぞれ少なくとも2つの作動機構を有するコーティングサブシステム302a及び315bを通る基材流をそれぞれ制御又は計量するための2つの平行な入口バルブアセンブリ311a及び311bならびに出口バルブアセンブリ315a及び315bを含む。2つ以上の作動機構は、バルブアセンブリ311又は315内の2つ以上の個別のサブバルブ、又は

共通バルブの個別の特徴部を制御することができるが、少なくとも1つの作動機構は、固体相の特性によって大きく左右され、そして少なくとも1つは気体相の特性によって大きく左右される。各作動機構は、i) バルブの瞬時の開放、ii) バルブの瞬時の閉止、iii) プログラム可能な時定数にわたるバルブの制御された開放、iv) プログラム可能な時定数にわたるバルブの制御された閉止、v) バルブアセンブリを通るコンダクタンスを減らすためのバルブアセンブリのサブコンポーネントの拡張、vi) バルブアセンブリを通るコンダクタンスを増やすためのバルブアセンブリのサブコンポーネントの収縮、vii) コーティングサブシステムの体積容量を変化させるためのバルブアセンブリのサブコンポーネントの凹又は凸の撓み、viii) バルク材料流の方向と同一直線上でのサブコンポーネントの回転、又は、ix) バルク材料流の方向に接線方向でのサブコンポーネントの回転のうちの1つ以上を含むことができる。機械流動化システム321は、混合及び基材排出プロセスの支持の両方の二重機能を果たす。このような直列及び並列サブシステムの組み合わせアプローチにおいて、各制御ポートマニホールド350との双方向流又は通信、及び/又は、化学サブシステム700及び/又は輸送エンハンサ800との双方向流又は通信、特に、粒子サイズ、表面積、サイズ分布、密度、熱容量、熱伝導率、磁化率、官能基及び/又はサイト密度又は同様の特性に基づいて異なる自然時定数を有する工程及びサブ工程における材料及びプロセスの情報は慎重に監視及び制御されなければならない。一般に連続モード又は擬似連続モードで操作する少なくとも1つのサブシステム、及び、半連続モード又はバッチモードで操作する少なくとも1つのサブシステムは存在し、システムは、複合材製品の製造効率を調和させそして最大化させる手段として、共通信号ハブ360において、製造システム全体にわたって注目されるすべての固有及び外因性の特性及びパラメータを定量化して記録するように構成される。

【0161】

図9は、コンピュータ制御及び機械学習、内部混合補助、ガス分配機構及び/又は固体流制御を可能にする外部ろ過及び複数の作動機構を備えた個々の半連続サブチャンバを含む非同期気体/固体コーティング又は処理システムの概略図を示す。図9のサブシステムは、図2のコーティングサブシステム301及び401をエミュレートすることができるが、粉末混合をさらに促進するように特別に設計された各チャンバへの混合インターナル321の追加を除く。混合インターナルは、1つ以上のガス送達入口（例えば、図3の制御ポートマニホールド350で特定されたものなど）に隣接し、流体連通している。前駆体及び粉末の混合は、ガス分配ユニット及び粉末分配ユニットの1つ以上を適用することで向上され、ガス-粉末の相互混合時間を少なくとも約25%短縮する。粉末バルク混合を促進するための反応器インターナルの追加により、ガス-粉末の相互混合時間を少なくとも約50%短縮できる。ガス分配ノズルは、優先的に、特定のタイプ又はクラスの粉末に存在する可能性のある粉末ブリッジングの問題を軽減するために設計及び戦略的に配置される。コーティングサブシステム302及びコーティングサブシステム402の両方は、入口、出口、及び、材料流を供給及び調整し、周囲環境を一時的に制御するための制御可能なユニットをそれぞれ有する少なくとも2つの垂直移送操作手段を含む。この描写では、コーティングサブシステムNはチャンバ302aからの少なくとも1つの移送操作手段を含み、それは下向きであり、材料を下にあるレシーバ302bに堆積させ、輸送ユニット303は上向きであり、材料をコーティングサブシステムN+1における上にあるレシーバに堆積させ、ここで、給供給作業は共通して制御され、実質的に均一な毎時輸送速度を維持する。機械学習及び固体輸送速度（例えば、輸送ユニット303及び403における）の両方は、混合インターナル321の利点が組み込まれていない同等のサブシステムに存在する可能性のある最大バッチサイズの制限を緩和し、表面積の大きい材料の処理もより高い材料スループットで行うことができる。1つ以上の標準的なバルブ操作を使用して、システム全体にわたる固体輸送及び/又は循環速度を制御することができる。

【0162】

図10は、外部ろ過、エフルエント管理、コンピュータ制御及び機械学習を用いた固体流制御及び輸送管理制御を備えた並流/輸送用に設計された個々の同期サブチャンバを含む同期気体/固体コーティング又は処理システムの概略図を示している。この構成において、順次工程「a」及び順次工程「b」のために、バルブアセンブリ311及び315は、それぞれポンプアセンブリ318及び319に置き換えられる。上述の各バルブアセンブリ内に存在する作動機構と同様に、ポンプアセンブリ318及び319のそれぞれは少なくとも2つの作動機構を有し、それぞれコーティングサブシステム302a及び302bを通る気体相及び固体相の両方の流れを制御又は計量する手段を提供する。2つ以上の作動機構は、ポンプアセンブリ318又は319内の2つ以上の別個のポンプサブアセンブリ又は共通ポンプの別個の特徴部を制御することができるが、少なくとも1つの作動機構は、固体相の特性により大きく左右され、少なくとも1つは気体相の特性により大きく左右される。各作動機構は、i) ポンプ送り速度の瞬時の増加、ii) ポンプ送り速度の瞬時の低下、iii) 1つ以上のプログラム可能な時定数にわたるポンプ送り速度の変動を制御するための正弦波、三角波又は矩形波の電氣的印加、iv) ポンプアセンブリを通るコンダクタンスを減らすためのポンプアセンブリのサブコンポーネントの拡張、v) ポンプアセンブリを通るコンダクタンスを増やすためのポンプアセンブリのサブコンポーネントの収縮、vi) ポンプアセンブリの体積容量を変化させるためのポンプアセンブリ内のインラインバルブ付きサブコンポーネントの凹状又は凸状の撓み、vii) システム圧における一時的な工程機能の増加又は減少を提供するためのポンプアセンブリ内のピストン又はピストン様サブコンポーネントの作動、viii) 送達された材料の輸送ベクトルを変更するためのバルク材料流の方向に接線方向でのサブコンポーネントの回転、又はviii) 処理中の一次相単位体積の通気、収縮又は拡張を促進するための二次相の取り込みのうちの1つ以上を含む。

【0163】

図10は、各コーティングサブシステムが、材料、前駆体、温度、圧力及び他のプロセス条件の特定の特性に基づいて選択されるフィルタアセンブリ902を備えた専用の外部セパレータシステム901を有するシステムを示している。多くの粉末は小さな粒子を含み、結果として、通気性があり、時に凝集性があるゲルダート (Geldart) 群C又は群A粉末となる。この構成において、これらの粉末の通気性及び凝集性は連続輸送型反応器で活用でき、高圧での操作も可能である。粉末は、不活性溶媒中で希釈された前駆体ガスを使用して、又はジェット、ノズル又は当業界で知られている同様の既知の衝突デバイスを使用して通気されうる。並流供給されそして通気された粉末及び前駆体は、ポンプアセンブリ318を使用して、指定された操作温度でコーティングサブシステム302aを通してポンプ送り又は搬送される。前駆体は、特定のタイプのポンプが使用され、ポンプキャビテーションが前駆体-粉末バルク混合の完了を担うようなときに、ポンプの吸入側に適切に添加されうる。このような構成において、ポンプの吐出側に重要な長さのパイプは設置され、それは生じるコーティングサブシステムプロセスの滞留時間を決定する。例えば、ALDプロセスの場合に、パイプの長さは、材料の比表面積、前駆体の推定飽和装填量、コーティングサブシステムの目標操作圧力及びポンプ速度、及び、特定の最終使用用途の材料のスループット目標に基づいて構築される。長さは、フィルタアセンブリ902 (例えば、高温ガスフィルタ要素) のセパレータシステム901で残留未反応前駆体及び副生成物ガスが粉末から分離される前に、所望の反応が完了するように設計することができる。高温ガスフィルタのディップレグでパージ工程 (典型的に不活性) を行い、次の段階に持ち越される前駆体又は後続のサブプロセスの汚染と考えられる他の材料を最小限に抑えることもできる。図10に示すシステムの実施形態は、設計上、周囲よりわずかに高い圧力で操作されうる。

【0164】

図11は、効率的な操作のために気体/固体流制御及びシステム圧力を最大化するためのコンピュータ制御及び機械学習を可能にする複数のガス流作動機構を含む、外部ろ過及び

分離を備えた連続輸送チャンバを含む同期気体／固体コーティング又は処理システムの概略図を示している。上記の実施形態と同様に、コーティングサブシステム302a, 302b, 402a又は402bは、それぞれ別個のセパレータシステム901によって分離されたバルブアセンブリ311, 315, 411及び415を有する、合成、処理又はコーティングのための類似又は異なる処理サブシステム間でインラインになっている。この実施形態において、各バルブアセンブリは、各反応チャンバを通して輸送される気体及び固体の連続した接線流を管理する。各バルブアセンブリは、各異なるサブリアクタで発生する各サブプロセスを厳密に制御する手段として、共通信号ハブ360と電気的に接続されている。サブリアクタ302a及び302bを使用して異なる表面コーティング化学処理を行うことができ、異なる（ただし既知又は予測可能な）パラメータを必要とし、該パラメータとしては、限定するわけではないが、温度、圧力、流量、濃度、反応器の直径及びパイプの長さが挙げられる。共通信号ハブがなければ、材料及びプロセスは相互混合し、有効でない処理工程及び材料／製品の損失につながる。最終的に、このサブシステムは、ゲルダート群B又は群Dに分類される、より大きな粒子サイズの粉末を優先することがある。コーティングサブシステム302におけるALDを群B又は群Dの粉末に適用する実施形態において、ALDはこれらの順次流動床ライザー反応器で実現でき、ここではサイクロンタイプの分離ユニットで描かれている。粉末及び希釈前駆体の両方を、バルブアセンブリ311（ポンプアセンブリ318と交換可能）を使用してチャンバ302aに計量し、ライザー反応器の底部に供給する。典型的に不活性ガスで希釈される前駆体はライザー反応器の流動化及び／又はエルトリエーション媒体で使用される。流動床の良好混合性及び分散ガス接触は前駆体-粉末混合及び製品の均一性の原因を担う。適切には、反応器は、バブリング流動床（例えば、約0.5～約2.0フィート/秒の表面気体速度を有する）そして大きい高さ対直径の比（例えば、2を超える）として操作できるが、他の操作レジメは特定の操作時間に有益であることができる。未反応の前駆体及び生成物ガスは、従来のサイクロンにおいて、コーティングされた粉末から分離される。次の工程への前駆体のキャリーオーバーを最小限に抑えるために、サイクロンディップレグへのN₂パージは提供される。前駆体、又は後続のサブプロセスの汚染物、次の段階へのキャリーオーバーと考えられる他の材料を最小限に抑えるために、高温ガスフィルタのディップレグにパージ工程（典型的に、不活性）を行うこともできる。図11に示すシステムの実施形態は、設計上、周囲圧力よりわずかに高い圧力で優先的に操作される。

【0165】

図10と図11の類似性に基づいて、システムの幾つかの実施形態は、サブシステム内の材料流をさらに調整及び制御する方法として、バルブアセンブリ及びポンプアセンブリの両方を組み込むサブシステム101, 201, 301, 401又は501を含むことから利益を得ることができる。システムの他の実施形態は、連続モードで操作する少なくとも1つのサブシステム、及び、半連続又はバッチモードで操作する少なくとも1つのサブシステムを有し、ここで、1つ以上のサブシステムは1つ以上のバルブアセンブリを含むことができ、そして1つ以上のサブシステムは1つ以上のポンプアセンブリを含むことができる。

【0166】

図12は、各サブチャンバの上部及び底部と流体連通する同期ガスインプット、外部ろ過、ガスリサイクル、コンピュータ制御及び機械学習、固体流制御及び機械的輸送機構を可能にする複数の作動機構を備えた、個々の同期サブチャンバを含む非同期気体／固体コーティング又は処理システムの概略図を示す。この構成において、コーティングサブシステム301及び401は、ALD又はMLDコーティングを粒子、小さな流動性物体、触媒ペレット、押出物、顆粒、又は、ゲルダートクラスD材料などの粒子又は粉末として容易に特性化されない他の可動性材料に適用するように構成される。多孔質物体を処理し、コーティングし又は機能化する際に、共通信号ハブ360（図示せず）は、高表面積プロセスに対応するように流量及び圧力を構成及び調整しなければならない（完全な表面飽和に要求されるモル数はシステムの操作圧力に対応する）。触媒ペレット又は押出物を基材と

して使用することが意図されるときに、コーティングサブシステム 301 は複数の個別制御ポート 330 a 及び 330 b を提供し、ここで、1 つ以上の個別制御ポートは反応器チャンバの上部又は上部付近、又は、下部又は下部付近に位置する。複数のポートの目的は、システムの圧力を急速に調整することを可能にすることであり、幾つかの場合には、潜在的に曲がりくねった細孔ネットワークへの拡散を促進できるように上向きに調整し、幾つかの場合には、システムを均一に迅速に出るように下向きに調整し、幾つかの場合には、前駆体の混合を防ぐためにガスブランケットを提供する。1 つ以上の圧力調整個別制御ポートは前駆体送達ポート 331 と同じ場所にあることができ、それは、前駆体送達システム 700、輸送エンハンサ 800 又はプロセス増強のために設計された同様の有益なサブシステムに接続されうる。この実施形態において、多孔質粒子、ペレット又は押出物は、反応器パイプの上部に供給され、反応器の底部から連続的に取り出される。ガス分配器及びガス収集器は反応器内の異なる高さに配置される。個々の ALD 半サイクルは、バルブアセンブリ 311, 315, 411 又は 415、輸送ユニット 303 によって、又は段階的なフラッシュガス及びガス収集によって分離される。幾つかの場合には、バルブアセンブリ（又はポンプアセンブリ）は、優先的に、不活性ガスパージ特徴部を含むことができ、それはクリーニング、フラッシング、パージ、エアレーションなどを支援することができる。

【0167】

図 13 は、低容量／電圧フェード、高エネルギー密度を有し、4.5～4.8 V の上限カットオフ電圧操作に適した、最適化された Li リッチ及び Mn リッチのリチウムイオン電池カソード粉末を製造するための例示的なフローチャートを示す。第一の粉末は第一の合成サブシステムで合成され、特定のサイズ、サイズ分布、表面積、真密度、タップ密度及び元素組成を有する粉末 1001 は、本明細書又は取り込んだ文献のいずれかの明細書又はテキストで参照された 1 つ以上の前駆体を用いて生成される。次に、粉末 1001 は特定の表面コーティングが適用されるコーティングサブシステムに輸送され、粉末 1002 を形成する。粉末 1002 は第三のサブシステムでスラリー 1003 中に直接配合され、粉末 1001 の構成要素と組み合わせられたときに、最適な第二の材料相を生成するように決められた比で特定の要素の前駆体と組み合わせられる。このスラリーを第二の合成サブシステムに投与して、複合材粉末 1004 を生成し、それは、この時点で第一の材料の第一のコア、第二の材料の内部コーティング、及び、第三の材料の別の相を含み、該第三の別の相は、第二の合成サブシステムで行われるプロセス中に発生する優先的な再構築又は再配置を除いて、粉末 1002 の表面上に主に配置されている。粉末 1004 は、第二のコーティングサブシステムに輸送され、その上に最終表面コーティングが適用されて粉末 1005 を製造し、次いでそれが処理サブシステムに輸送されて複合材粉末 1006 を製造する。別の実施形態において、第五の工程後に加えて、第一、第二、第三又は第四の工程後に、追加の処理工程を行うことができる。最終複合材粉末 1006 は、本明細書に記載の 1 つ以上の工程が存在しない類似の方法と比較して優れた特性を有する。さらに、リチウムイオン電池のカソード材料は湿分及び/又は空気に感受性がある傾向があるため、材料を空気、湿分又はその他の有害な環境にさらすことなくインラインプロセスですべての工程を実施することができる能力により、自動化された様式でそのようなシステムを通して輸送できる最適な複合材粉末、流動性物体又はワークピースの製造がなされる。

【0168】

図 14 A～C は、図 1 D の方法の実施形態を示す TEM（透過型電子顕微鏡）画像であり、ここで、本明細書の記載の前処理工程のいずれかを使用して基材粉末を前処理し（図 14 A）、コーティングサブシステム 301 で ALD プロセスを使用して表面コーティングし（図 14 B）、次いで、表面コーティング種の拡散を提供し、出発のコーティングされた材料よりも大きい厚さの貫通コーティング領域を作成する後処理プロセスを行う（図 14 C）。

【0169】

図 15 は、共通信号ハブ 360 によって展開できるタイプのデータストリーム、信号分類

及び通信アプローチの実施形態、及び、共通信号ハブが複合材料製造システムの特定の静的及び動的特徴を監視し、各サブシステム及びサブコンポーネントを順番にフィードバック及びフィードフォワードの両方の方法で制御し、機械学習を可能にする方法を示す。プロセスデータは、プログラム可能なロジックコントローラ（PLC）及び付随するコントローラモジュールを通じて収集される。1つの実施形態において、PLCを使用して、製造システム及び施設全体に分配される現場計装品を調整することができる。このようなPLCを使用して、データベースサーバーを用いたオープンデータベース接続（ODBC）ストリームを確立できる。好ましい実施形態において、データベースサーバー及びPLCは同じネットワーク上で管理され、これにより、物理イーサネットレイヤにわたる単純な接続及び監視アクセスが可能になる。

10

【0170】

1つの実施形態において、PLCを使用して、温度、熱、圧力、湿度、ガス組成（例えば、反応体、触媒、生成物、副生成物、不活性ストリーム、湿度など）、安全検出器、インターロック、及び、化学消火器などの対策、基材の量レベル（例えば、体積、高さ、重量など）、1つ以上のバルブアセンブリ作動レベル、位置、方向、コンダクタンス及び/又は接触、レシピ及びサブプロセス同期及び/又はシーケンスチェック工程、及び、定期的にバッチ重量/制御のスケール、例えば、各サブシステムプロセス361の開始及び/又は終了などのうちの1つ以上を監視及び制御するための現場計装品を調整することができる。幾つかの実施形態において、生信号及び/又は計装データはODBCを介したデータベースサーバーへの特定の周波数（例えば、幾つかのサブコンポーネントの場合に、約0.1～約1Hz又は約2～10Hzの周波数、他のサブコンポーネントの場合に、約30、50又は60Hzなど）で連続的にストリーミングされうる。他の実施形態において、データは、システム全体の特定のサブコンポーネント又はサブシステムに送受信される特定の重要な信号が間欠的、同期的又は非同期的にストリーミングされうる。幾つかの実施形態において、1つ以上の双方向信号は、バルブアセンブリ311又は315と共通信号ハブ360との間で送信され、それにより、1つ以上の作動機構は、コーティングサブシステム301（例えば、輸送ユニット303の操作を開始又は継続するために）、コーティングサブシステム401（例えば、バルブアセンブリ411又は415をそれぞれバルブアセンブリ311又は315と同期的に作動させる）、又は処理サブシステム501でトリガーされる。サーバーデータは、記録入力時に時間及び位置の両方のスタンプを優先的に生成して、データベースサーバーに効果的にインデックスを付け、進行中のすべての作業の包括的な概観を提供する。共通信号ハブ及びそれに関連するデータベースサーバーのもう1つの目的は、製造施設が1つ以上の政府又は非政府の規制及び/又はあらゆるトレードクラフト監視機関又は国際標準化機構などの品質管理及び/又は標準化団体によって定められたコンプライアンスメトリックスに迅速に準拠できるようにすることである。同様の目的は、製造施設がデータを追跡し、安全性及びプロセス障害の発生件数を減らすことである。例示的な実施形態において、サーバーデータベースは、施設ネットワークわたり分配され、これにより、単純なクライアントアクセス及びサーバー処理アプリケーションが可能になる。サーバー処理アプリケーションは、ALD連続製造のための動的なフィードフォワード及びフィードバックループを可能にする。さらに、電子データベースサーバー363及び共通信号ハブ360とのクライアント接続により、プロセスとの手動のやり取りが可能になる。

20

30

40

【0171】

図16は、いずれかのサブシステム内のいずれかの特定のプロセスセットポイントに対するフィードバック及びフィードフォワード（例えば、機械学習）プロセス制御を可能にするデジタルプロセスフローを示している。操作圧力が目標パラメータであり、サブシステムがコーティングサブシステム302である実施形態において、重要入力364は、材料の比表面積、コーティング材料の推定表面被覆率、及び、単位時間あたりに処理される平均バッチサイズを含むことができる。重要信号セットポイント計算365は、重要入力364をサーバー362からのサブシステム関連情報に取り込んで信号セットポイント計算

50

を実行し、双方向信号監視ヒステリシス 3 6 6 ベースライン処理の実行を開始する。コーティングサブシステム 3 0 2 がバルブアセンブリ 3 1 1 (入口) 及び/又は 3 1 5 (出口) を含む実施形態では、バルブアセンブリは、固体相の特性によって大きく左右される少なくとも 1 つの作動機構を有し、そして少なくとも 1 つは気体相の特性によって大きく左右され、その各特性はサーバー 3 6 2 に保存されている。バルブ作動機構 X 及びバルブ作動機構 X+1 は、それぞれ信号 Y 及び信号 Y+1 によってトリガーされる。各作動機構 X 又は X+1 は、i) バルブの瞬時の開放、i i) バルブの瞬時の閉止、i i i) プログラム可能な時定数にわたるバルブの制御された開放、i v) プログラム可能な時定数にわたるバルブの制御された閉止、v) バルブアセンブリを通るコンダクタンスを減らすためのバルブアセンブリのサブコンポーネントの拡張、v i) バルブアセンブリを通るコンダクタンスを増やすためのバルブアセンブリのサブコンポーネントの収縮、v i i) コーティングサブシステムの体積容量を変化させるためのバルブアセンブリのサブコンポーネントの凹又は凸の撓み、v i i i) バルク材料流の方向と同一直線上でのサブコンポーネントの回転、又は、i x) バルク材料流の方向に接線方向でのサブコンポーネントの回転のうちの 1 つ以上を表すことができる。この実施形態において、信号 Y 及び Y+1 によってそれぞれトリガーされるバルブ作動機構 X 及び X C+1 は、それぞれ 3 6 7 及び 3 6 8 によって図式的に表される。信号 3 6 7 及び 3 6 8 は、サブプロセス実行 3 6 9 の開始時に所定の状態にあり、その後、継続中の実行工程から監視進行特徴 3 7 0 及び 3 7 1 を用いてサブプロセス実行 3 6 9 全体にわたって動的に独立に制御され、一方、監視結果特徴 3 7 2 及び 3 7 3 は同じ又は同様のサブプロセスの履歴プロセス、工程又はトレンドを表す。サブプロセスモデル偏差計算機 3 7 4 はすべての関連情報を使用して、入力、出力、期待値及び実測値の間の偏差を決定し、データセットにギャップが存在する場合は補間工程を組み込む。パラメータ記録は、すべての情報をデータウェアハウス 3 7 5 に保存し、ここで、履歴データ及びトレンドを編集すると、機械学習アルゴリズム 3 7 6 は、重要信号セットポイント計算 3 6 5 及びサブプロセスモデル偏差計算機 3 7 4 を更新する予測メカニズムとして提供される。

【0 1 7 2】

図 1 7 は、温度信号及び制御ループの背後にある制御スキームの実施形態を示し、これは、追加の熱を送達することにより温度を上昇させる一次方法、ならびに、臨界適用割合を有する間接効果ドライバとして相関するようにプログラムされた二次サービスからの二次方法を含む。サブプロセスが合成サブシステム 1 0 1 で行われる火炎溶射合成プロセスである 1 つの実施形態において、サブシステム反応器の重要範囲に沿って複数の熱電対は配置されている。それぞれに制御セットポイント、信号モニター、値応答があり、データウェアハウス 3 7 5 及びサーバー 3 6 2 の両方からのデータに基づいて継続的に調整される。重要な特徴は機械学習アルゴリズム 3 7 6 (図示せず) が時間とともにどのように進化するかであり、それにより、特定のプロセスパラメータセットポイントを達成するためにチューニングアルゴリズムに必要な遅延時間を短縮するために作動又は変調できる二次サービスのバックグラウンド識別が可能になる。機械学習アルゴリズムは、一次制御システムに関連付けられた使用可能な二次サービスの動的リストを生成し、各二次サービスに重み付け百分率を割り当てることができ、これは時間とともに更新される。この重み付け効果のマトリックスにより、機械学習アルゴリズムは 1 つ以上の二次サービスを作動して、それによって、プロセス効率を向上させ、プロセスコストを削減し、サブシステムの稼働時間を増やし、メンテナンス間隔を減らし、原材料廃棄を減らし、プロセス時間を短縮し、又はそれらの組み合わせを、可能にする。機械学習アルゴリズムは、プロセス及び施設安全の健全さを最大化するために、プロセス故障及び安全事故の原因及び結果を監視する。

【0 1 7 3】

本明細書に記載のシステム、装置及び方法は、粒子、粉末、小物体又は他の流動性材料又は基材がシステム入口からシステム出口まで運ばれ、1 つ以上のサブシステム、典型的には 2 つ以上のサブシステムを通過し、適用される一連のサブプロセスの実行にわたって変

化する可能性があるが、モデル化され、システム全体で監視され又はさもなければ追跡されうる、基材の物理化学的特性に決定的に関連する特定のプロセスを実施又は遂行する、いかなる反応器構成も包含する。このシステムは所定の工程の配列を含み、ここで、調整されるサブプロセスは総括的なデータベースから実行され、フィードバック、フィードフォワード及び/又は機械学習制御のために共通信号ハブを介して制御される。1つ以上のサブシステム構成は、1つ以上の主に垂直な移送又は輸送機構を有する1つ以上のタワー、1つ以上の主に水平な移送又は輸送機構を有する1つ以上のユニット、1つのサブシステムから次のサブシステムへ順に基材を輸送又は移動させる1つ以上の一般的な輸送ユニットを含むことができる。場合により、サブシステム構成は、同期方式で操作する2つ以上の同一のサブシステム間で材料を迂回及び/又は分離するのに適した1つ以上のユニットを含むことができ、これには、他の利益の中でもとりわけ、連続、半連続、半バッチ又は一連のバッチ処理工程を実施しながら、1時間あたりの輸送速度を整合する能力が挙げられ、ここで、各工程は、指定された処理工程を実施する各サブシステムを通して、類似又は異なる基材フラックス又は滞留時間を有する。

【0174】

さらなる融通性に関して、サブプロセスを通して全体の滞留時間を増加させるために、基材を、場合により1つ以上のサブシステムにリサイクル又は再循環させ、1時間あたりの輸送速度を、リサイクル又は再循環プロセスを必要とする又は必要としない他のサブプロセスと整合させることができ、又は、優先的に、リサイクル又は再循環工程が複数のサブシステム又はサブプロセスによって材料を順に逆方向に輸送するならば、所与のサブプロセス又は一連のサブプロセスの適用の効果を倍加することができる。複合材料のタイプ、価値、生産コスト及び/又は体積によって、製造プロセスにおいて以前に使用されたサブシステムを通して基材をリサイクル又は再循環するのではなく、第二のシリーズのサブシステムの設置コストを特定のシステムに含ませることを正当化することができる。

【0175】

本技術の上述のいずれかのサブシステムにおける装置又は反応器は、所望の反応を実施するために必要又は有用であることができる多くの追加の構成要素又は特徴を含むことができる。例えば、1つ以上の入口ポートは反応性前駆体の外部源と流体連通していることができる。反応性前駆体の正確な投与を確実にするために、様々なタイプのバルブ、ポンプ、計量及び/又は検知デバイスは提供されうる。1つ以上の入口ポートは、パージガス又はスweepガスの供給源と流体連通していることができ、ここでも、場合により、様々なタイプのバルブ、ポンプ、及び、計量及び/又は検知デバイスと組み合わせられる。出口ポートは、様々なバルブ、真空ポンプ、計量デバイス及び/又は検知デバイスと流体連通していることができる。必要又は望ましい場合には、様々なセンサ及びゲージ又は他の測定デバイスが存在することができる。反応性前駆体（例えば、前駆体送達システム700及び相互接続ポイント、輸送エンハンサ800及び相互接続ポイントなどの中）の存在及び/又は濃度を検出する、パージガス及び/又は様々な反応生成体を検出するための、そして粒子表面上のコーティングの存在及び/又は程度を測定するための分析デバイスが存在することができる。粉末リザーバ、反応性前駆体リザーバ又はその両方に温度制御を提供するために、加熱及び/又は冷却デバイスが存在することができる。コンピュータ化された制御及び操作デバイスを使用して、1つ以上のバルブ、ポンプ、加熱及び/又は冷却デバイス、又は他のデバイスを操作することができる。多孔質バルブ又は同様のデバイスは、粉末リザーバと反応性前駆体リザーバとの間に存在することができる。閉じたときに、この多孔質バルブ又は同様のデバイスは粉末床の支持体として機能し、反応器が従来の流動床反応器として機能することを可能にする。

【0176】

本明細書に記載されるように、本技術による装置は、火炎溶射法、燃焼溶射法、プラズマ溶射法、噴霧乾燥法又はそれらの組み合わせのうちの1つ以上を実施するように構成される、粉末、物品又は流動性物体の合成に適したサブシステムを含むことができる。代替的又は追加的に、本明細書に記載の1つ以上のサブシステムは、粉末又は流動性基材又は物

品上で気体処理及び／又は気相堆積技術を実施するのに適していることができる。本明細書に記載のシステム、装置及び方法は、原子層堆積法、分子層堆積法、化学的気相堆積法、物理的気相堆積法、分子層化法、原子層化学的気相堆積法、エピタキシャル堆積法、化学グラフト化法、原子層エッチング法、原子層腐食法、原子層燃焼法又はそれらの任意の組み合わせの1つ以上の工程を含む化学又は物理反応を実施するように構成されうる。少なくとも1つの実施形態において、本明細書に記載のシステム、装置及び方法は、原子層堆積（ALD）、分子層堆積（MLD）又はそれらの組み合わせを含む方法を実施するように構成される。ALD法は、例えば、酸化アルミニウム、酸化ケイ素、酸化亜鉛、酸化ジルコニウム、酸化チタン、遷移金属酸化物、酸化ホウ素、イットリウム、酸化亜鉛、酸化マグネシウムなどの酸化物コーティング、窒化ケイ素、窒化ホウ素及び窒化アルミニウムなどの窒化物コーティング、硫化ガリウム、硫化タングステン及び硫化モリブデンなどの硫化物コーティング、ならびに、無機リン化合物を含む、様々な無機コーティングを基材に適用するのに特に適している。さらに、コバルト、パラジウム、白金、亜鉛、レニウム、モリブデン、アンチモン、セレン、タリウム、クロム、白金、ルテニウム、イリジウム、ゲルマニウム及びタングステンを含む、様々な金属コーティングをALD法を使用して適用することができる。場合により、輸送エンハンサを含むときに、本明細書に記載の1つ以上の前駆体を複数の物品の表面に送達して、物品を処理するか、又は、物品上に1つ以上のカチオン及び／又はアニオンを堆積させることができ、カチオン又はアニオンは元素の周期表の第1a、2a、3a、4a、5a、6a、7a、8、1b、2b、3b、4b、5b、6b又は7b族に帰属される。幾つかの場合に、1つ以上のサブシステムは、前駆体を利用し、及び／又は、リン、硫黄、窒素、炭素、フッ素、塩素、臭素又はヨウ素を含む材料を堆積するように構成され、前駆体はリン化合物、リン酸塩、硫化物、硫酸塩、硝酸塩、フッ化物、塩化物、臭化物又はヨウ化物を含む。

10

20

【0177】

本明細書に記載のシステム、装置及び方法は、i) 処理圧力、ii) 処理温度、iii) 気体相組成又は流量、iv) 液体相組成又は流量、v) 溶質又は溶媒組成又は流量、及びvi) 固体相組成又は流量のうちの1つ以上の公称値及び変化率を制御するように構成されうる、処理サブシステムを含む1つ以上のサブシステムを含むことができる。

【0178】

ALD法において、コーティング形成反応は、一連の2つ以上（典型的には2つ）の半反応として実施される。これらの半反応のそれぞれにおいて、単一の試薬が基材表面と接触するように導入される。条件は、典型的に、試薬が気体の形であるようなものだが、液体相及び超臨界相のALD及びMLD法も知られており、本明細書に記載のシステムの1つ以上に適用できると理解される。試薬は基材の表面上に堆積する。ほとんどの場合には、試薬は基材の表面上の官能基と反応し、基材に結合するようになる。試薬は基材の官能基にのみ反応するため、基材の細孔に浸透し、細孔の内部表面と基材の外部表面に堆積する。次に、過剰な量の試薬は除去される。これは、コーティング材料の望ましくない大きな介在物の成長を防ぐのに役立つ。次いで、残りの各半反応は順に行われ、毎回、単一の試薬を導入し、粒子の表面で反応させ、次の試薬を導入する前にすべて同じチャンバ又は反応容器内で過剰な反応体を除去する。キャリアガスを使用して試薬を導入することができ、粉末をキャリアガスでスweepして、過剰な試薬及び気体状反応生成物の除去を助けることができる。好ましい1つの実施形態において、少なくとも1つのサブシステムは表面処理プロセスを実施するように構成され、少なくとも1つのサブシステムは原子層堆積プロセスを実施するように構成され、表面処理プロセスは1つ以上の工程を含むシーケンスの一部であり、原子層堆積プロセスの前、原子層堆積プロセスの後に、又はその両方で行われる。

30

40

【0179】

本技術の1つの側面において、システムは、連続、半連続、半バッチ又はバッチプロセスを用いて、物品を合成、処理及び／又はコーティングするように構成された2つ以上のサブシステムと通信する制御システムを含む複合材物品製造システムとして記載されること

50

ができ、ここで、第一のサブシステムは、1つ以上の作動機構を有する少なくとも1つのバルブ又はポンプアセンブリと流体連通する少なくとも1つの入口又は出口を有する1つ以上のチャンバを含み、そして少なくとも1つの第一又は第二のサブシステムは、1つ以上の前駆体を物品の表面に送達して化学的又は物理的反応を生じさせ、それにより複合材物品を形成するように構成される。一般に、複数の制御システムが存在する場合のマスター制御システムを表すことができる制御システムは、共通信号ハブを介してすべての作動機構と電子通信し、そして材料流を調整するための共通に制御可能なユニットを提供する。多くの場合に、1つのサブシステムからの少なくとも1つの作動機構が、異なるサブシステムからの少なくとも1つの作動機構と同期して作動するように構成可能であるときに有益であり、他の場合には、1つのサブシステムからの少なくとも1つの作動機構が、異なるサブシステムからの少なくとも1つの作動機構と同期又は非同期的速度で順次作動するように構成可能であるときに有益である。さらに、しばしば、1つ以上のシステム又はサブシステムが、共通の前駆体送達サブシステム、前駆体送達強化サブシステム又は排出処理又はリサイクルサブシステムのうちの1つ以上をさらに含むことが有益である。

10

【0180】

本技術の装置は、複数の複合材物品を同期して処理するのに適していることができ、複合材物品は、1つ以上の別個の粒子、粉末、押出物、顆粒、流動性物体又は約125ミリメートル未満の最大寸法であるサイズの任意の物体を含み、複合材物品の少なくとも約75%の表面は、システムを出るときにコーティング又は処理される。1つ以上の複合材物品の表面の少なくとも約10%が物品の構造の内部にある場合でさえ、内部及び外部表面の効率的な処理が実行可能である。幾つかの場合には、限定するわけではないが、圧力、温度、モル流束又は滞留時間を含む1つ以上のパラメータは総表面積の関数としてスケーリングされるか、又は、1つ以上のパラメータは内部表面積の関数としてスケーリングされる。いずれの場合でも、各サブシステムは制御可能な環境を有する輸送ユニットによって接続され、1つ以上の輸送ユニットが同期して制御されるときに、効率は実現できる。

20

【0181】

本明細書に記載されるシステム、装置及び方法は、リチウムイオン電池材料、蛍光材料、高表面積金属、固体電解質、特に硫化物、リン化合物などを含むもの、及び触媒などの材料を製造するために使用されうる。これらは、化学的、機械的、電気的又は物理的機構で摂取、反応又は他の方法で相互作用することが知られている。不要な相互作用を最小限に抑えるか、又は、理想的には排除すると、実質的なコスト削減、性能上の利点又はその両方を提供する。例えば、環境からの湿分の取り込みを最小限に抑えるために、セメント粉末を非常に高いエネルギー強度のクリンカープロセスでキルン乾燥することができるが、本明細書で教示するような全インラインシステムにおいて1つ以上のセメント成分粉末を処理し、表面コーティング（例えば、疎水性コーティングで）し、場合により、後処理する本発明の方法はセメント材料製造の操作コストを実質的に削減し、高性能セメント製品の形で低コスト汎用材料に価値を付加する。

30

【0182】

幾つかの実施形態において、本明細書に記載のシステム、装置及び方法を使用して、電力システムデバイスに統合するためのカソード、アノード、誘電体、金属、ポリマー、半導体及び他のセラミックのためのコーティングされた微粒子又は超微粒子を生成することができ、該デバイスとして、限定するわけではないが、電池、コンデンサ、バリスタ、サイリスタ、インバータ、トランジスタ、発光ダイオード及び蛍光体、光起電装デバイス及び熱電デバイスが挙げられる。

40

【0183】

幾つかの実施形態において、本明細書に記載のシステム、装置及び方法を使用して、電池、燃料電池、触媒、コンデンサ、医薬品成分、受動電子部品、太陽電池、3Dプリンタ、半導体デバイス、集積回路、光電子デバイス、熱電デバイス、熱電子デバイス、電気化学デバイス、生物医学デバイス又は電気機械デバイス、塗料、顔料のための粒子ALD製造粉末及び電力システム産業での使用に適した材料を製造することができる。

50

【0184】

本明細書に記載されるシステム、装置及び方法は、PCT/US2010/001689及びPCT/US2012/039343に記載されるような、当該分野で公知の多数の明確な触媒の合成及び合成後修飾に使用でき、上記文献は参照によりその全体が取り込まれる。本明細書に記載のシステム、装置及び方法を使用して、ほぼすべての触媒材料のナノ粒子又はフィルムを合成することができる。例えば、記載されたシステム、装置及び方法は、金属又は金属酸化物基材の表面上の触媒コーティング（例えば、前駆体として触媒活性金属及び/又は金属酸化物を使用）を含む触媒の合成にALD技術を適用するために使用できる。そのような触媒コーティングされた基材は、例えば、表面に薄い不活性材料層を有する炭素材料を含むカソード、及び、亜鉛空気電池及びリチウム空気電池に使用できる薄い層をコーティングした触媒を含むことができる。触媒は、金属酸化物、非金属酸化物、金属ハロゲン化物、金属リン酸塩、金属硫酸塩又は金属オキシフッ化物などの不活性材料上にコーティングされうる金属又は金属酸化物ナノ粒子を含むことができる。本明細書に記載のシステム、装置及び方法は、高い追従性、改善された制御性及び厚さの正確さ及び再現性を有する均一な表面により、改善された安定性、選択性及び活性を有する触媒材料を提供できる。

10

【0185】

流動性物品はコンベアに沿って移動することができ、又は、流動性基材はダイを通して押出されて、押出物を形成することができる。少なくとも1つの実施形態において、流動性物品は、1つ以上の別個の粒子、粉末、押出物、顆粒、流動性物体又はサイズが125ミ

20

【0186】

本技術の側面は、プロセスチェーンを壊すことなく材料を合成及びアップグレードするモジュールプロセスを確立する、i) 追加の取り扱い工程を排除する、ii) 製品及び製造環境の相互作用を最小化又は排除する、iii) 異なる条件下で作動する2つ以上の個別のプロセスを自動化する、及び、iv) 垂直統合、コスト削減及び全体的な効率を支援する手段を提供することであり、それらは全体として安全性の向上、利益率の向上、より良いエンドユーザ製品及び経験などに貢献する。本技術は、2つのプロセス工程、モジュール又は非類似の単位操作間の他の際立ったリンケージを組み合わせたときに生じる予期しない課題を克服し、特定の用途で使用するために設計されたアップグレードされた材料を製造するための全体的な方策を提供できるという点で有利である。

30

【0187】

すべての産業にわたって使用される粒子、粉末及び流動性物体のかなりの割合は、バルク材料自体の特性に悪影響を与えることなくバルク材料の表面特性を変更するアップグレード又は後処理プロセスによって向上することができる。アップグレードプロセスにより、サブナノメートルから数百マイクロメートルの厚さの離散シェル、層、フィルム又は他のコーティング、又は材料、機能、構造又はバルク組成と表面組成の両方に由来する物理的又は化学的特性などを組み込んだ均質化領域である相互拡散層が生じることができる。コーティングがない場合には、特定の後処理又は一連の処理条件にさらされると、隣接する粒子は融合し、焼結し、熟成又は他の類似のプロセスを起こす可能性があり、コーティングは、そのようなプロセスが発生する傾向を抑制し、遅延し、防止し又はその他の方法で減じるバリアとして機能する。あるいは、後処理プロセスを使用して、物理的又は化学的エッチング、反応、転化又はその他の除去方法により自然表面を除去することができる。ほとんどの場合に、1つの後処理プロセスが特定の製品の価値を高めることができるならば、非類似の材料を含む同様のプロセス、非類似のプロセスを使用して適用される同様の材料、又は非類似のプロセスを用いて適用される非類似の材料のいずれかによって、複数の後処理プロセスも相乗的に性能を向上させることが期待できる。時々、特定の市場セグメント用途では、1つ、2つ、3つ又はさらに4つの後処理プロセスが有用であることができるが、他の、特に高価値の用途は5、6、7、8、9、10又はそれ以上の後処理プロセスからさらに利益を得ることができる。さらに、幾つかの合成プロセスを順番に行い

40

50

(類似又は非類似プロセス条件又は材料又は合成プロセスを使用して)、出発粉末を向上させ、コアシェル材料をもたらすことができ、ここで、コア及びシェルは組成、結晶構造、幾何形状、密度、物理化学的特性又は他のペアリングにより区別でき、1つ以上の用途により優れた機能性、有用性又は利点があることが知られている単一のワークピースを1つ以上の同様に処理されたワークピースと組み合わせて使用されたときに生成する。

【0188】

気相堆積技術は、時々、コーティングを堆積するために使用され、プラズマ、パルス又は非パルスレーザー、RFエネルギー及び電気アーク又は同様の放電技術を組み込むことにより増強することができる。時々、液相技術を使用して、材料を合成し及び/又はコーティングを堆積する。液相技術の例としては、限定するわけではないが、ゾルゲル、共沈殿、自己組織化、レイヤーバイレイヤー又は他の技術が挙げられる。粉末を製造する際に、液相技術には少なくとも1つの共通点がある。液体相技術を使用して合成又はコーティングされた材料の混合、分離及び乾燥のエネルギー集約性及びコストを理由として、気体/固体単位操作を利用することにより、より高い効率及び均一性を得ることができる。気体/固体単位操作を利用することのさらなる利点は、合成又はコーティング工程に続いて、固体相反応技術(例えば、様々な制御されたガス環境でのアニーリング、焼成又はその他の熱処理)を実施することができる能力である。本技術は、1つの包括的なスキームでターゲット材料の製造のすべての側面を完全に制御する製造システム及び戦略を提供する。

【0189】

粉末を生成又はカプセル化するための気体相処理システムの1つの共通点は、化学反応体前駆体が揮発性であるか、又はそうでなければ気化できる必要があることである。しかしながら、化学前駆体は、周囲環境ならびに温度及び圧力に応じて、多くの異なる物理相、状態及び反応性になる。可能な前駆体の状態としては、反応性又は毒性ガスと不活性ガスとの二成分希釈物又は混合物、空気などの1つ以上の反応性要素の二成分、三成分、四成分などの混合物を含む気体又は気体混合物、非反応性溶媒と反応性液体との二成分希釈物又は混合物、ホルマリンなどの1つ以上の反応性要素の二成分、三成分、四成分などの混合物を含む液体又は液体混合物、昇華する固体、1つ以上の液体、溶媒又はその他の混和性媒体中に溶解した固体、硫黄又はガリウムなどの蒸発可能な元素、単一元素又はArなどのガスのプラズマ又はイオン化ガス、アルゴン又はアルゴン中の酸素などのプラズマ又はイオン化ガス混合物、水素が硫黄と反応して硫化水素を形成するなどの反応生成物、一時的な反応生成物(例えば、化学ラジカル又はイオン)、CO又はCO₂などの分解又は燃焼生成物及び電子が挙げられる。

【0190】

既に気体相にある前駆体(例えば、BCl₃、NF₃、NO₂、O₃など)とは別に、各液体又は固体前駆体又は前駆体のクラスの揮発性は、高い蒸気圧のアルキル金属前駆体(トリメチルアルミニウム及びジエチル亜鉛など)から、>200℃での昇華が必要な固体前駆体(塩化亜鉛及び塩化ジルコニウムなど)の範囲まで実質的に様々であることができる。

【0191】

気相堆積法は、通常、とりわけ流動床反応器、回転反応器及びV型ブレンダーなどの反応容器内にてバッチ式で操作される。バッチ処理は、幾つかの理由により、大規模で操作されるときに、非常に非効率的である。合成プロセスは本質的に連続的である傾向があるが、バッチ式、半連続的又は連続的に操作できる分離及び処理工程を必要とし、及び/又は、続いて行われる本明細書中に記載されるいずれかの方法で実施できる処理及び/又はコーティング工程から利益を得る。各反応器のスループットは、特定のプロセスで特定のサイズの容器に装填される総粒子質量又は体積、総プロセス時間(稼働時間)、及び、装填し、抜き取り、クリーニングし、準備するなどの総時間(休止時間)の関数である。バッチ処理では、各バッチの最後に反応生成物を反応装置から取り出し、次のバッチを製造する前に新鮮な出発原料を装置に投入する必要があるため、大きな休止時間が発生する。機器の故障及びメンテナンスはこの休止時間を追加する。プロセス機器はバッチプロセスでは

非常に大きく高価になる傾向がある。これらのプロセスを真空下で操作させるための追加要件は、特に機器のサイズが大きくなるにつれて、機器のコストに大きく追加する。このすべてのため、バッチプロセスの機器コストは操作能力よりも速く増加する傾向があるが、本明細書中に記載されるように、典型的なバッチユニット操作を高効率システムに組み込む幾つかのアプローチにより、そのようなサブシステムは特定の産業に十分な価値を維持できる。プロセス機器が大きくなるにつれて発生する別の問題は、容器全体で均一な反応条件を維持することがより難しくなることである。例えば、温度は大きな反応容器内でかなり変化することができる。大量の粒子、特にナノ粒子を適切に流動化することも困難である。このような問題は、コーティングされた製品の不整合及び欠陥につながる可能性がある。

10

【0192】

A L D及びM L Dなどの気相堆積法において、粒子は、2つ以上の異なる反応体と順次に接触する。これは、バッチ操作のさらに別の問題を表している。従来のバッチプロセスでは、すべてのサイクルは単一の反応容器で順次に実施される。バッチ粒子A L D法は、より頻繁に定期的にクリーニングする必要があるため、追加の休止時間を生じさせ、相互汚染が問題になる可能性があるときに、反応容器を多層膜タイプに使用することはできない。さらに、2つの順次の自己制限反応は異なる温度で行われる場合があり、各工程に対応するためにサイクル工程間で反応器を加熱又は冷却する必要がある。バッチプロセスのスループットは、より大きな反応容器を構築し、及び／又は、同一の反応容器を並列で操作することによって増加させることができる。スループットの観点からこの休止時間に対抗する資本費用対効果の傾向は、より大きな反応容器を建設することである。より大きな容器では、とりわけ、内部床加熱、圧力勾配、ナノ粒子凝集体を破壊するための機械的攪拌、及び拡散制限などを含む局所的なプロセス条件を制御することがより困難になる。微粒子及び超微粒子に対してA L D法を実施するときに、実用的な最大反応容器サイズがあり、これにより、連続的に操作する単一バッチ反応器の年間スループットが制限され、ここで、所与の量のコーティングされた材料を製造するプロセスの時間は稼働時間+休止時間である。粒子A L D生産設備を製造するための実用的な最大許容資本費用があり、同一方法を並列で操作するバッチ反応器の数を効果的に制限する。これらの制約により、工業規模で一部の粒子A L D法の統合を妨げる実用的なスループットの制限がある。したがって、産業規模の需要を満たすために、高スループットの半連続又は連続流A L D法を開発する必要があり、本技術はこれらの要求を満たすように設計される。

20

30

【0193】

C V Dなどの気相堆積法において、粒子を2つ以上の異なる反応体と同時に、又は、A L D及びM L D法の自己制限的挙動特性を示さない1つ以上の反応体と接触させることができる。従来のバッチC V D法では、反応を制御する主な方法は、反応体の暴露時間とプロセス温度及び圧力などの操作条件に限定される。バッチ粒子C V D法は、望ましくない気体相副反応を防止する機会が限定されている。バッチ粒子C V D法を実施するときに、プロセス条件のわずかな変動が生成される粒子のバッチ全体での製品品質の大きな変動につながる可能性があるため、実用的な最大反応容器サイズも存在する。したがって、製品品質を犠牲にすることなく工業規模の要求を満たすために、高スループットの連続、半バッチ又は半連続粒子C V D法を開発する必要があり、本技術はこれらの要求を満たすように設計される。

40

【0194】

上述の気相堆積法のいずれにおいても、気体前駆体、反応体、接触薬剤、生成物及びキャリアガスの流れを制御する必要性及び能力は、固体基材の特定の表面領域に適用されることが意図される特定のプロセスを効果的に制御するために最も重要である。多くの前駆体のタイプ、化学的性質、状態及び材料の非適合性は反応チャンバへの前駆体の送達に様々な枠組みが必要である。1つ以上の前駆体を分離状態から、1つ以上の堆積基材と化学的に接触させ、同時に反応性の形で又は、後に反応性となる場所に移動するために、幾つかの方法及び機器構成は開発された。

50

【0195】

前駆体送達の最も単純な方法は、圧力及び／又は濃度差及び拡散を使用した前駆体気体への直接暴露であり、それにより前駆体を反応ゾーンに移動させ、反応ゾーンを通過させることである。気体前駆体は、貯蔵条件下で十分な蒸気圧を有するか、又は、気体相前駆体は貯蔵容器を加熱し、容器内の圧力を低下させ、又はさもなければ前駆体をより大きな真空体積に導入することにより気体相前駆体を作り出すことができる。貯蔵容器は、制御可能な分離機構を介して基材から分離される。これは、基材との流体接触から前駆体ガスを分離する物理的機械的バリアを含む。あるいは、気体相前駆体の存在を減らすために局所的な温度又は圧力を加えることにより、又は、前駆体源と基材との間に非拡散性ガスバリアを提供する向流ガス流の導入及びその後の作動により、分離を達成することができる。前駆体の分離及び基材への暴露（分離の欠如）は、分離バルブの作動及び分離バルブの作動工程間の時間長さ、熱質量流量コントローラ又はコリオリ流量コントローラなどの質量流量コントローラ、反応容器への前駆体流を調整するための圧力制御メータ又はオリフィス、温度傾斜、気体生成を促進しそして増加させ又は減少させるための加熱要素の段階的機能又は開始、バルブ、オリフィス、質量流コントローラ又は圧力コントローラなどのガス迂回又はバイパス要素により制御し、反応容器への又は反応容器の周りのガス向流の流れを調整することにより制御される。

10

【0196】

拡散が遅い、又は相互作用を安定化させる他の材料及び表面との高度のファンデルワールス相互作用を有し、そのため、気体相に留まる又は気体相に移行する可能性が低くなる低蒸気圧の前駆体は、キャリアストリームを追加することで、反応チャンバ及び付属品マニホールドに押し出されることができる。キャリア流体は気体又は液体であり、不活性であり、又はさもなければ使用中の反応条件で反応に関与せず、ポンプ、圧力差及び温度差を使用して反応器及びサブコンポーネントを通して追いやりられ又は吸引されることができ、熱質量流コントローラ又はコリオリフローコントローラなどの質量流コントローラ、圧力制御メータ又はオリフィス、温度傾斜、気体発生を促進しそして増加させ又は減少させるための加熱要素の段階機能又は開始、バルブ、オリフィス、質量流コントローラ又は圧力コントローラなどのガス迂回又はバイパス要素により調整又は制御されて、反応及び／又は前駆体格納容器へ又はその周りのガス向流を調整することができる。幾つかのキャリア流体の例としては、乾燥空気、窒素、アルゴン、ヘリウム、メタン及び二酸化炭素が挙げられる。前駆体のキャリア流への同伴は、前駆体気体流とキャリア流との交差により達成される。キャリアガスは、出口ポートと同じ、同心又は別個の入口を介して、前駆体格納容器を通して再方向付けされてもよい。キャリア流と前駆体との接触を最大化するために、1つの実施形態において、前駆体容器の入口を前駆体に沈め、1つ以上のスパージャー又はノズルを装備して、キャリア流が液体相前駆体を通して移動するときに、気泡のサイズを小さくし、気泡の数を増やすことができる。別の実施形態において、入口はキャリア流を液体又は固体の前駆体の表面のみを横切るように再方向付けする。キャリア流を前駆体の可能な限り大きな表面積と接触させるために、前駆体格納容器のサイズ及び形状は、長いチューブ、大きな直径の容器、又は、格納容器内部の入口ポートと出口ポートの間の蛇行した経路に変更することができる。あるいは、前駆体は、液体前駆体又は液体前駆体混合物をポンプ、スプレーノズル、注入ノズル又は圧電アクチュエータを介してガス流にスプレー、霧化又は噴霧することにより導入することができる。

20

30

40

【0197】

非常に低い蒸気圧の材料、非常に反応性の前駆体、反応器及び反応器のサブコンポーネントの表面を汚染する前駆体、気体相で安定性でない前駆体、寿命が短い又は過渡種である前駆体、又は、温度又は真空の存在下で分解する前駆体、気体相又は非気体相の基材又は基材床の真下であり、それと隣接し、その上方であり、又はその内部にある反応容器に導入されうる。1つの実施形態において、前駆体は、液体又は固体状態で1つ以上のバルブ、ノズル又はチューブを通して反応器に導入され、圧力又は体積膨張の変化により前駆体の相が変化する。別の実施形態において、前駆体は、液体又は固体状態で1つ以上の

50

バルブ、ノズル又はチューブを通して反応器に導入され、反応器と前駆体格納容器との温度差により前駆体の状態が変化する。別の実施形態において、前駆体は、1つ以上のバルブ、ノズル又はチューブを通して反応器に導入され、反応器壁又は基材媒体への分散は、気化を促進するために熱伝達及びより大きい表面積を提供する。別の実施形態において、前駆体は、イオン化又はプラズマへのエネルギー付与がなされる。別の実施形態において、シャワーヘッド又は分配板の使用により、前駆体を反応器内部の空間に分配することができる。特定の量の前駆体は、質量又は液体流コントローラ、レギュレータ、オリフィス、単一バルブ、又は、直列又は特定の順序で一緒に作動する一連のバルブ、ポンプ又はシリンジを使用して計量できる。あるいは、既知の体積、質量又は密度の容器内容物を充填し、その後、排出するか又は交換することにより、前駆体を計量することができる。充填又は排出は、重力、機械的運動、加えられた振動又は衝撃、加えられた加圧ガスのプッシュ又は真空引きによる圧力差、又は通過する流体流及び/又はベンチュリ効果によって開始されるサイフォンによって達成できる。前駆体の導入中に、基材は静止し、移動し、流動化又は半流動化されうる。前駆体の導入直後に、基材は静止し、移動し、流動化され又は半流動化されうる。反応器内の環境は、能動真空、受動真空、ガス充填、加圧、流動化ガス、液体充填、流動液体、又は、超臨界流体内又は超臨界流体との溶解、分散あるいは混合であり、又は、これらのプロセス又はパルスシーケンスの組み合わせを実施することができる。

【0198】

あるいは、非常に低い蒸気圧の材料、非常に反応性の前駆体、反応器及び反応器のサブコンポーネントの表面を汚染する前駆体、気体相で安定でない前駆体、寿命が短い又は過渡種である前駆体、又は、温度又は真空の存在下で分解する前駆体は、前駆体格納容器でも又は反応器でもない二次容器に導入されうる。この二次容器出口は、基材又は基材床を含む単位体積の真下／下にあり、隣接しており、上方／上にあり、又は内部にある反応器入口に接続することもできる。1つの実施形態において、前駆体は、液体又は固体状態で1つ以上のバルブ、ノズル又はチューブを通して二次容器に導入され、圧力又は体積膨張の変化により前駆体の相が変化する。別の実施形態において、液体又は固体状態で1つ以上のバルブ、ノズル又はチューブを通して前駆体を二次容器に導入し、二次容器と前駆体格納容器及び/又は二次容器と反応器の間の温度差により前駆体の状態が変化する。別の実施形態において、1つ以上のバルブ、ノズル又はチューブを通して前駆体を二次容器に導入し、容器壁又は充填媒体への分散により熱伝達及びより大きい表面積を提供し、気化を促進する。充填媒体は、チタン、アルミニウム、モリブデン、タングステン、ニッケル、銀又はシリコンなどの金属、ステンレス鋼、インコネル、モネルなどの合金、セラミック又は金属酸化物（例えば、 Al_2O_3 、 ZnO 、 SiO_2 、 ZrO_2 、 TiO_2 など）、ケイ酸塩、アルミン酸塩、チタン酸塩、ジルコン酸塩などの混合金属酸化物、 TiN 、 Si_3N_4 、 BN 、 AlN などの窒化物、 SiC 、 WC 、 ZrC 、 TiC などの炭化物、グラファイト、グラフェン、カーボンブラック、活性炭、チャコールなどの炭素、PTFE、PEEK、PET、PEN、PP、LDPE、HDPE、PS、PS-DVB、PI、PEI、コブロックポリマーなどのポリマー又はプラスチックから構成されることができ、又は、反応器内で現在使用されているものと同じ、類似又は異なる基材材料又は粉末、又はボール、ビーズ、押出物、微細な又粗いミリングメディア又はカットチューブの形態の蒸留パッキング、真空蒸留パッキング材料として一般に有用であることが判明しているものから構成されることができ。理想的には、充填媒体は表面積／体積の比率が高く、非緻密充填構成又は高い自由空間比率で構成され、又は、流動化されて圧力損失が低減される。別の実施形態において、液体前駆体と充填媒体及び気体流体流と媒体との接触を最大化し、二次容器の特定の領域内に充填物を収容するために、充填媒体を複数の分配板上に配置することができる。分配板は、多孔質金属、金属スクリーン、積層金属スクリーン、多孔質セラミック、円錐形スクリーン、多孔質ポリマー、ポリマーメッシュ、二次充填媒体、グラスウール、金属ウール又はセラミックウールであることができる。別の実施形態において、シャワーヘッド又は分配板を使用することにより、前駆体を二次容器内の空

10

20

30

40

50

間に分配することができる。特定の体積の前駆体は、質量又は液体流コントローラ、レギュレータ、オリフィス、単一のバルブ又は直列又は特定の順序で一緒に作動する一連のバルブ、ポンプ又はシリンジを使用して計量できる。あるいは、既知の体積、質量又は密度の容器の内容物を充填し、次いで排出するか又は交換することにより、前駆体を計量することができる。既知の体積の容器及び/又は二次容器を充填又は排出することは、重力、機械運動、加えられた振動又は衝撃、加えられた加圧ガスのプッシュ又は吸引真空引による圧力差、又は、通過する流体流及びベンチュリ効果によって開始されるサイフォンによって達成できる。前駆体の導入中に、充填材は静止し、移動し、流動化又は半流動化されうる。前駆体の導入直後に、充填材は静止し、移動し、流動化され又は半流動化されうる。第二の容器内の環境は、能動真空、受動真空、ガス充填、加圧、流動化ガス、液体充填、流動液体、又は、超臨界流体内又は超臨界流体との溶解、分散あるいは混合であり、又は、これらのプロセス又はパルスシーケンスの組み合わせを実施することができる。さらに、質量分析、光分光法、電気伝導率、熱伝導率及び二次容器の内容物の超音波又は他の音響プローブなどの現場特性評価ツールを実装できる。

【0199】

前駆体をミスト又は霧の形態の小さな液滴に分散させて、前駆体とキャリアガス又は流体との間の界面面積を増加させるために、霧化又は噴霧アセンブリを実装することもできる。液体前駆体、溶媒和前駆体又は前駆体希釈物又は溶融前駆体は、液体流量計、シリンジポンプ又はぜん動ポンプを介して、急速に作動するバルブ又は一連のバルブをとおして計量され、少体積の分離液体を生成して、これを圧力差によって反応チャンバに引き込み、又は、同じ急速作動バルブ又は一連のバルブを介して前駆体と交互にパルス化されうる流動ガスによって反応チャンバにプッシュされる。噴霧バルブアセンブリは、マニホールド、反応器自体、又は、マニホールド又は反応器と流体接触している二次容器と一体化されうる。1つの実施形態において、蒸発器及び無水溶媒中の液体前駆体の希釈を行った。このシステムは、圧電アクチュエータを使用してマイクロバルブにパルスを送って、小パルス状態の液体をガスと混合し、各工程でホットボックスに噴霧する。ホットボックスの出力は、二次ガス流に同伴される。別の実施形態において、噴霧要素はバルブではなく、前駆体格納容器の底部又は側面に一体化され、容器内の前駆体溶液と接触するか又は前駆体溶液と接触している可撓性膜と接触する圧電素子又は高速振動素子である。圧電作動によって引き起こされる急速な振動は、液体を攪拌して、液体の上面から小さなドロップレットを追い出す。

【0200】

反応性前駆体を反応器の外側から反応器の内側に輸送することに加えて、反応性二次前駆体は、1つ以上の一次前駆体から現場で生成されうる。反応器内部又は反応器の前の気体相中での、基材での、反応器又はマニホールド表面での温度又は圧力、又は、ホットフィラメント又はワイヤなどの組み込まれた分解要素の通過、又は、他の気体相前駆体との反応、反応器内部又は反応器の前の表面との反応、荷電種、ラジカル又はプラズマとの反応、プラズマ源、電子ビーム又はイオンビームを通した又はその近傍での通過により開始される分解を含む、多くの形成方法が可能である。

【0201】

前駆体送達及び利用は、ALDの最も重要な側面のうちの2つである。システム又はサブシステムの排出物から未反応の前駆体をリサイクルして、システム又は下流を介して別のサブシステムに戻し、前駆体の利用率を高め、又は、暴露時間/滞留時間を長くすることができる。1つの実施形態において、1つのチャンバからの排出物又は排出物の選択的要素を、次のチャンバの前駆体供給物として使用することができる。第一の反応工程に導入される前駆体の量は過剰になる可能性があり、及び/又は、後の工程で追加の前駆体を追加することができる。別の実施形態において、反応性前駆体は凝縮又は膜分離によって1つ以上のプロセスチャンバからの排出物から収集され、同じ又は異なる反応器の前駆体として後に使用されうる。1つの実施形態において、チャンバサイズを操作して、前駆体を下流に運ぶことができる。コンプレッサ又はポンプを実装して、前駆体及びエフルエント

10

20

30

40

50

を次のチャンバに移動させ、又は、チャンバを介して戻すことができる。あるいは、流れの方向を同じチャンバを通して逆にもできる。

【0202】

本技術の方法はまた、米国特許出願第2010/0092841号明細書中に記載されているタイプの、高い比質量活性を有するコアシェル触媒粒子を製造するために、又は米国特許第7,713,907号明細書中に記載されているサイズ選択金属ナノクラスタを製造するためにも有用である。幾つかの例において、システム及び方法は、電池、燃料電池、コンデンサ、受動電子部品、太陽電池、3Dプリンタ、半導体デバイス、集積回路、光電子デバイス、熱電デバイス、熱電子デバイス、電気化学デバイス又は電気機械デバイスでの使用に適した材料を製造するように構成されている。本技術の方法を使用して、粒子が機能化される米国特許第7,758,928号及び米国特許第6,428,861号明細書中に記載されているようなプラズマベースの方法を実施することができる。幾つかの場合には、このようなプラズマベースの方法の利点は、堆積法の操作温度を下げることである。これら2つの特許に記載されているプラズマ法は、本技術の方法が実施される個々のチャンバの一部又はすべてで実施されうる。本技術の方法は、例えば、米国特許出願第2010/0326322号明細書に記載されるような二酸化チタン被覆粒子又は米国特許第9,570,734号明細書に記載されるようなリチウムイオン電池の高性能カソードとして使用するための被覆リチウム金属酸化物粒子などの高体積の製品を製造するために使用することができる。従来のバッチ流動床反応器に対するこの連続、半連続又は半バッチの発明の利点は、合理的なサイズの設備及び、そのため、合理的な資本コストを使用して高い年間スループットを達成できることである。さらに、流動床反応器におけるバッチ気体相堆積法の速度制限段階は、物品をエルトリエーションせずに気体が反応器に入ることができる速度である。幾つかの実施形態において、本技術は、気体相反応体が固体物品とは独立してチャンバに事前装填される際に、半連続又は連続法を通して物品を速度制限段階で輸送させる。他の場合には、高度なプロセス精度が必要なときに、バッチ法又はシステムは好ましいことがあり、空間分離及び/又は高スループット輸送は、基材、処理層、コーティングプロセス、合成プロセス、デリバリー機構、排出物削減などの1つ以上の特性に悪影響を与える可能性がある。

【0203】

また、本技術は、例えば米国特許第7,476,378号明細書中に記載されているような二酸化チタン製造プロセスの後にインラインで直接使用し、二酸化チタンで被覆された粒子を製造することもできる。米国特許第7,211,236号明細書に記載されているような火炎溶射法、又は、米国特許第7,081,267号に記載されているようなプラズマ溶射法又は同様の方法により、酸化リチウム粒子を製造することができ、そして、本技術のコーティングプロセスは、そのような酸化リチウム粒子が生成された後に、直接インラインで実施することができる。より一般的には、本発明によってコーティングされる粒子は、既知の粒子製造プロセスを使用して製造されるいずれのタイプであってもよい。本技術のコーティングプロセスは、本技術のコーティングプロセスが直接又は間接的に続く粒子を生成する製造工程を含む統合製造プロセスの一部として実施することができる。本技術のコーティングプロセスと統合することができるそのような粒子製造プロセスの別の例は、米国特許第6,689,191号明細書に記載されているような超微細金属粒子の製造方法である。空気及び湿分感受性粉末材料は、本技術による製造工程からインラインで半連続コーティング工程に安全に輸送できる。本技術の方法は、耐湿性蛍光体を製造するための製造法、例えば、米国特許第7,833,437号明細書中に記載されているZnS蛍光体粒子製造法に統合することができる。本技術の方法を使用して、チャンバの第一のサブセットは、希土類元素をZnSキャリア粒子上又は内にドーピングしてリン光性とするために使用されるか、又は、複合材物品の屈折率を調整するために使用されることができる。チャンバの後続のサブセットを使用して、所望の数のチャンバ（所望のALDサイクル数の2倍に等しい）の原子層堆積サイクルを行うことができ、又は、反応器チェーンに沿ってALDとCVDを交互に切り替えて、より高精度のALD/CVD多層を半連

統的な様式で製造することができる。

【0204】

分子層堆積法は、同様の方法で行われ、有機又は無機-有機ハイブリッドコーティングを適用するのに有用である。分子層堆積法の例は、例えば、米国特許第8,124,179号明細書中に記載されている。重要なのは、MLDコーティング法の前後に1つ以上の処理サブシステムを取り込むことであり、これにより、開始表面、仕上げコーティング、又はその両方を調整又は優先的に変更する。時に、本技術の1つ以上のサブシステムは、前駆体、フィードストック又は被覆物品を無機又は黒鉛炭素を含む複合材物品に転化しうる。

【0205】

原子層及び分子層堆積技術は、反応サイクル当たり約0.1～5オングストロームの厚さのコーティングの堆積を可能にし、したがって、コーティング厚を非常に細かく制御する手段を提供する。より厚いコーティングは、反応シーケンスを繰り返して、所望のコーティング厚が達成されるまでコーティング材料の追加の層を順次堆積させることにより調製することができる。

【0206】

ALD及びMLDなどの気体相堆積プロセスにおける反応条件は、主に3つの基準を満たすように選択される。第一の基準は、試薬がガス状であるか、又は、反応条件下で十分な蒸気圧を有することである。したがって、温度及び圧力条件は、各反応工程で反応性前駆体が粉末と接触するときに反応体が揮発するように選択される。第二の基準は、1つの反応性である。条件、特に温度は、反応性前駆体と粒子表面の間の所望の反応が商業的に合理的な速度で起こるように選択される。第三の基準は、化学的観点及び物理的観点から、基材が熱的に安定していることである。基材は、一般に、プロセスの初期段階で表面官能基上での1つの反応性前駆体との可能な反応以外に、プロセス温度で分解又は反応すべきでない。しかしながら、幾つかの表面処理プロセスは、制御された腐食又はエッチングプロセスを明らかに経験し、その場合に、この現象は好ましい。同様に、基材は、基材の物理的幾何形状、特に細孔構造が概ね維持されるように、プロセス温度で有意に溶解又は軟化すべきでない。しかしながら、幾つかの場合には、基材の制御された崩壊又は解放はコーティングプロセス自体の目的であるため（コーティングプロセス中又は最終使用環境のいずれか）、そのような現象はそのようなシステムでは明示的に禁止されない。同様に、前駆体は基材中又は基材内に拡散し、少なくとも前駆体が占める体積による基材の膨張が可能になる。反応は一般に、約270～1000 K、好ましくは290～600 K、より好ましくは370～500 K、しばしば370～460 Kの温度で実施される。プラズマを取り込むことにより、反応温度を10、20、30、40、50、60、70、80、90又は100（K）以上下げることができる。

【0207】

反応性前駆体の順次の投与の間に、粒子は、反応生成物及び未反応試薬を除去するのに十分な条件にさらされうる。これは、例えば、各反応工程の後に、粒子を約 10^{-5} トル以上などの高真空にさらすことによって行うことができる。これを達成する別の方法で、工業用途により容易に適用可能である方法は、反応工程間に粒子を不活性パージガスでスweepすることである。不活性ガスによるこのスweepは、粒子が装置内の1つの反応器から次の反応器に輸送されている間に実行できる。真空下であろうとなかろうと、高密度及び希釈物相技術は、本明細書で記載される機能化プロセスによって十分に役立つ多種多様な産業上関連する粒子の空気輸送に適していることが知られている。

【0208】

CVD法において、2つ以上の反応性前駆体は同時に粉末粒子と接触させられる。反応性前駆体は、典型的に、気体相で反応して反応生成物を生成し、粒子表面に堆積してコーティングを形成する。この場合の前駆体はすべて、反応性前駆体リザーバに導入され、粉末リザーバに集められる。あるいは、粉末と共に気体の形で反応性前駆体の1つを粉末リザーバに導入することが可能である。第二の反応性前駆体は、粉末リザーバ内で確立される

10

20

30

40

50

圧力よりも高い圧力で、上記のような反応性前駆体リザーバに導入される。リザーバを分離するバルブユニットは前のように開かれ、第二の反応性前駆体が粉末リザーバに逃げ、粒子を少なくとも部分的に流動化し、第一の反応性前駆体と反応して反応生成物を生成し、粉末粒子上に堆積して、その上にコーティングを形成する。

【0209】

適用されるコーティングは、約1オングストロームという薄さであることができ（約1回のALDサイクルに対応）、100nm以上という厚さであることができる。好ましい厚さの範囲は、0.5オングストローム～約25nmであり、これは最終使用用途によって大きく異なる。

【0210】

予備粒子製造工程で作られる粒子は、便利な連続フロープロセスを使用して粒子製造プロセスで直接製造でき、計量バルブ（ロータリーエアロック又は同様のもの）を備えた計量バッチシステムに送り込むことができ、次いで、本技術に記載されているプロセスに入ることができる。一般に、異なる滞留時間、前駆体の使用、圧力、温度又はその他のパラメータを有するプロセス及び/又はサブシステムを組み合わせるときに、制御システムを機械学習を行うように構成すると有利である。そのような場合、機械学習を複合材物品製造システムに取り込む1つの方法は、モデル化データ、又は、直接現場信号、間接現場信号、直接外部信号又は間接外部信号の1つ以上に由来する情報を含む経験データからサブプロセス偏差を計算する1つ以上のアルゴリズムによる。時間の経過とともに、1つ以上の機械学習アルゴリズムを最適化して、相対的な効率を高め、又は、操作コストを約1%、5%、10%、15%、20%、又は理想的には30～50%以上減らしたりすることができ、それは、プロセスのタイプ及び終点決定の重要性、測定可能性及び/又は再現性による。

【0211】

明確性及び簡潔な説明のために、本技術の同じ又は別個の側面又は実施形態の一部として、本明細書で特徴を記載することができる。当業者は、本技術の範囲が、同一又は別個の実施形態の一部として本明細書に記載された特徴のすべて又は幾つかの組み合わせを有する実施形態を含むことができることを理解するであろう。

【0212】

本発明は、以下の非限定的な実施例においてより詳細に説明されるであろう。実施例は、本技術の粒子の製造に適用可能なコーティング法を記載するために提供される。これらの例は、本技術の範囲を限定することを意図していない。すべての部及び百分率は、特に明記しない限り質量基準である。

【実施例】

【0213】

例

例1—高エネルギー低電圧フェードカソード粉末のための優れたLiリッチ、Mnリッチ及び/又はNiリッチ材料の製造

【0214】

$\text{Li}_x\text{Mn}_y\text{O}_z$ の5つのバッチは、火炎溶射熱分解により合成され、 $\text{Li}_x\text{Mn}_y\text{O}_z$ の5つの追加のバッチは、プラズマ溶射熱分解により合成され、適切な比率で混合されたリチウム及びマンガンの溶液を使用した。SEMを使用すると、50nm～500nmの範囲の一次粒子サイズは観察される。バッチを合成する前に、塩溶液中の様々な化学量論比のLi:Mn (x:y)を使用して初期スクリーニングを行い、最終粉末のLi:Mn比を直接制御した。x:yの例示的な有用な目標比は2:1以上であることができる。幾つかの用途では、過剰なりチウムを使用し、例えば、後続の合成工程を行わない粉末では1%、2%、5%、複合材粉末を作るために後続の合成工程を行う粉末では、時に、10%～15%～25%である。Li:Mn比は原子ベースで0.1%の精度まで高度に調整可能であり、これは最終製品の性能にとって重要でありうる。粉末の平均比表面積は、火炎対プラズマ溶射技術及び後続の処理工程に応じて、 $2\text{ m}^2/\text{g}$ ～ $50\text{ m}^2/\text{g}$ の範囲にな

10

20

30

40

50

りうる。急速充電バッテリー材料の場合には、より高い表面積は望ましいが、本明細書に記載の1つ以上の前処理、表面コーティング又は後処理を使用した追加の界面調整が必要である。火炎溶射材料は、より低いタップ密度 ($0.2 \text{ g/cc} \sim 1.5 \text{ g/cc}$) の粉末を形成する傾向があり、プラズマ溶射材料は、より高いタップ密度 ($0.5 \text{ g/cc} \sim 2.5 \text{ g/cc}$) の粉末を形成する傾向があった。本明細書では、 Li_2MnO_3 の関係で様々な例が記載されているが、材料は、後続の処理工程を強化するか又は最終材料を生成する異なる元素比を有利に有することができることが理解される。

【0215】

Li_2MnO_3 粉末の幾つかは、例えば、アニーリング工程又は出発コア粉末の固有の特性 (例えば、結晶化度、純度、均質性、原子比) を改善する分子種への暴露、又は、表面の外因性特性 (例えば、金属：酸素比)、又は粉末の外層全体の原子勾配、モルホロジー、二次凝集を形成する処理を含む前処理にかけられる。これらの処理は、不活性環境 (N_2 、 Ar 、 He など) で実施でき、 H_2 、 CO 、アルキルアルミニウム、アルキルリチウム、アルキルホウ素、 NaBF_4 、ギ酸、チオ硫酸塩、シュウ酸などの還元種を有利に含み、気体又は液体の状態で実施されうる。幾つかのバッチにおいて、高温及び適切なガス環境において、 Li_2MnO_3 粉末と固体無機又はポリマー粉末 (Li_2S 、 Na_2S 、 PVDF 、 PTFE 、 ULTEM 、 PEI など) をブレンドして、ある種から別の種への要素の有益な移行を可能にすることで、固体相反応を展開した。

【0216】

合成され、前処理された $\text{Li}_x\text{Mn}_y\text{O}_z$ 粉末は、気体／固体反応を使用して粉末上にコーティングを適用するように設計された適切な表面改質チャンバに導入される。ナノスケールの無機コーティングを堆積するために、完全連続、半連続及びバッチ流動床原子層堆積システムは展開される。本明細書に記載の任意の適切な前駆体を使用して金属中心を堆積させることができ、これはさらに酸化物、窒化物、硫化物/硫酸塩、リン化物/リン酸塩、ハロゲン化物に転化されるか、単に金属種に還元されることができる。本例では、 ZnO 、 Al_2O_3 、 TiO_2 、 Nb_2O_5 及び WO_3 は、各製造方法から合成された5つのバッチに適用される。これらの材料は、固有の特性、電池材料と組み合わせて使用するための既知の有用性、及び、原子半径と酸化状態の材料の範囲 (+2 ~ +6 の範囲など) を求めて選択される。

【0217】

比表面積が $25 \pm 5 \text{ m}^2/\text{g}$ である $\text{Li}_{2.25}\text{MnO}_3$ ナノ粉末を合成し、乾燥空気環境中で 375°C の温度で4時間アニールした。その後に、粉末を TiO_2 堆積のために装備された半連続ALD反応器に輸送する。 TiCl_4 と H_2O_2 との交互暴露を使用して、 $200 \sim 5,000 \text{ ppm}$ の TiO_2 を一次ナノ粒子の表面上に直接堆積する。次に、材料を合成するように構成された別のシステムに材料を輸送し、 Ni 、 Mn 及び Co を適切な金属比で含む塩と混合し、一般にリチウムマンガンリッチNMC (LMR-NMC) と呼ばれる材料を生成する。適切な化学量論 ($30 \sim 50$ 原子百分率の $\text{Li}_2\text{MnO}_3/\text{NMC}$) の材料を使用して複合材料を合成し、該複合材料は、従来の共沈技術を使用して製造したときに、サイクリングによる実質的な電圧減衰 (すなわち、固有の特性) 及びサイクリングによる容量減衰 (すなわち、外来要因による特性) の両方を示す。粉末の「内部」で均一に効果的に固定化されるALD層は、複合材料の固有劣化を低減するのに十分であることが発見された (約10%低下、約50%低下又は約100%低下)。実際の又は予測される電圧減衰傾向は、50サイクル後に、250サイクル後に、そして、一部の調整された構成では、1,000 ~ 3,000サイクル後に20%に低下しうる。

【0218】

次いで、内部変性された LMR-NMC 粉末の表面上に Al_2O_3 コーティングを適用するように設計された原子層堆積反応器に粉末を輸送する。最終的な遊離リチウム含有量に依じて、2 ~ 20ALDサイクルを使用して、 $0.1 \text{ nm} \sim 20 \text{ nm}$ の非常に均一なコーティングを適用できる。ALD前駆体が従来の表面部位限定モデルを超えて反応できる実質的な遊離リチウムが存在する場合に、より厚いコーティングは観察される。ALD後処

理では、表面層を均一に効果的に固定するALD層が複合材料の固有及び外因性の複合劣化を低減するのに十分であることを発見した（約10%低下、約50%低下又は約100%低下）。実際の又は予測される電圧減衰の傾向は、50サイクル後に、250サイクル後に、そして、一部の調整された構成では1,000～3,000サイクル後に、20%に低下しうる。固定化された表面層は、最も外側の原子表面、又は、二次凝集粒子種中に内部に浸透する10～100個の原子を含むシェルとすることができる。初期容量は300mAh/g、時には275mAh/g、通常は250mAh/gを超え、典型的に常に235mAh/gを超える。

【0219】

合成された複合材粒子は、個別の単位操作で製造するか、又は、効率的かつ合理化された製造のためにインライン処理に直接接続することができる。一部の粉末は、加湿、アニーリング（酸素、乾燥空気、又は残部が窒素である20%酸素）、後リチオ化（リチウム含有前駆体への暴露によりリチオ化ALDコーティングを製造する）又はフッ化物、リン酸塩又は硫酸塩種のキャッピング層を適用するように設計された前駆体源の暴露（操作中の湿分移行を効果的に防止する）などの後処理工程に付される。

【0220】

異なる「内部」ALDカチオンを使用して、初期容量、結晶子サイズ、電力密度、伝導率又は抵抗率（粉末又は電極形態で測定したとき）、減衰率、又は、様々なタイプの電池、用途又は市場への材料の応用可能性を規制する粉末の他の重要な測定可能な側面を、さらに調整することができる（5%、10%、20%又は35%）。「内部」ALD層は、有益な無機ドーパントを粉末に完全かつ均一に送達するために使用でき、一方で、又は、電池材料（例えば、アノード、カソード、電解質、導電性添加剤、セパレータ、バインダーなど）の固有の特性を直接調整し、又は、いずれの用途でも展開可能である固有の分解機構で粉末を変更するために使用できる。この方法を使用して、高エネルギー、最大の操作効率及び超低コストとなるように設計されたエンジニアード複合材粒子を生成できる。この方法を使用すると、 Li_2S の出発材料、硫黄元素、リチウム、シリコン及びその他の材料を含む類似の電池材料を合成し、優れたリチウム硫黄電池用の粉末を製造するために使用できる。リチウムベースの前駆体又は材料の代わりにNa又はKを使用する場合の類似の材料は、ナトリウムイオン及びカリウムイオン電池用の高性能粉末を製造するものであることができる。この順次の方法を使用して、高性能の空気/湿分安定性固体電解質材料（例えば、LPS、LXPS（Xは第14族金属）、ガーネット、LLTO、LLZO、LiPONなど）も合成できるため、費用対効果が高い新しい固体電池の製造が可能になる。

【0221】

例2：高性能耐酸化性金属粉末の製造

【0222】

銅ナノ粒子の3つのバッチ及びニッケルナノ粉末の3つのバッチは、プラズマ溶射法を使用して合成され、50～80nm範囲のd50を有する球状金属粉末を生成した。合成粉末の各バッチを、金属粉末を周囲条件にさらすことなく、不活性環境でALDシステムに輸送した。上述のリストから選択された前駆体を使用して、 TiO_2 （又は ZrO_2 ）の5～50ALD層を各粉末に適用した。1つの実施形態において、焼結の問題を回避するために、初期プロセスサイクルは60～120℃の範囲の温度での TiCl_4 及び H_2O （又は H_2O_2 又は O_3 ）の交互暴露を含んだ。これらの TiO_2 サイクルを5回又は時には10回繰り返した後に、温度を上げて酸化物コーティングから窒化物コーティングに移行できるようにした。これは、 NH_3 、 N_2H_4 又は窒素含有プラズマのいずれかと交互に、 TiCl_4 、TEMAT、TDMAT又はTDEATを使用して実施した。しかしながら、典型的に、 TiCl_4 及び NH_3 を前駆体として使用するとき、残留塩素の存在は、処理条件に応じて1～2wt%に近づくことができる。 TiN の代わりに、 ZrO_2 又 Zr_3N_4 も製造され、多層セラミックコンデンサの同時焼成内部電極などの最終用途システムに対する様々なコーティングの効果を試験する。各「コア-シェル-シェル」粉

末（すなわち、Ni又はCu上にコーティングされたTiO₂シェル上にコーティングされたTiNシェルを含む）の製造後に、コーティング（又はアルキルアミン前駆体を使用されている場合は炭素副生成物）中の残留ハロゲン化合物種の存在を最小限に抑えるために、後処理工程が有益であることが判った。1つの後処理の選択肢は、不活性環境又は弱くもしくは強く還元性である環境で粉末を熱処理することであった。300～500℃で1～10時間のアニーリング温度は、残留塩素含有量を1%未満、時に0.5%未満、典型的には0.25%未満、時折、検出不可能なレベルまで低下させるのに役立った。使用する時間及び温度に応じて、粉末はわずかに焼結し始め、d50粒子サイズは100nm、200nm、時に、最大500nmに増加した。これは、最終用途の機能にとって望ましくなくなることがある。従来のアニーリング法ではなく、一部の粉末は、コア基材材料を溶融又はさもなければ分解するのに十分なエネルギー流束フラックスなしで、シェルの精製及び洗浄を促進できる材料フラックスで操作する超高速プラズマ溶射法に付した。得られた材料は、コーティング中に検出不可能な量の不純物が存在した状態で製造された。熱重量分析を使用して性能をさらに検証し、これは、材料が少なくとも400℃、典型的に500℃、時には600℃、時折850℃、そして比較的に厚い導電性シェルの特定の組み合わせでは、最大1,000℃で空気中の酸化に対して耐性があることを証明した。

【0223】

例3A：飽和レジームでの粉末表面へのチャレンジ前駆体の効果的な送達

【0224】

約5.0m²/gの表面積を有するTiO₂粒子（10kg）は、原子層堆積コーティング法で約50,000m²の表面積を調製する処理サブシステム201で前処理プロセスを行った後に、コーティングサブシステム301のリザーバに輸送される。意図されるコーティングプロセスはパラジウムであり、パラジウムヘキサフルオロアセチルアセトネート（Pd-HFAC）及びホルマリンの暴露を含む。Pd-HFACは、輸送エンハンサ800の1つの実施形態のチャンバ810に装填される。原子層堆積コーティングサイクルで事前に前処理された押出0.16インチパッキングを充填媒体808として使用する。大表面積は向上した湿潤性で効果的になり、及び/又は、ALDコーティングによる吸着容量を増加させ、これにより、液体相と気体相の間の効率的な物質移動が可能になる。表面積は0.16インチサイズについては、約576平方フィート/立方フィートである（場合により、372平方フィート/立方フィートで置き換えられ、後続の実験では0.24インチサイズの充填材料）。充填係数は0.16インチサイズでは693であり（そして0.24インチサイズでは420である）。高い自由空間は真空蒸留（圧力降下の低減に対して）で、そして抽出蒸留及び吸収（液体又は気体の高装填が一般的）で特に重要であり、これは輸送エンハンサ800のこの特定の実施形態によってエミュレートされるシステムである。この特定の充填材料は、高い自由空間となるように選ばれる（0.16インチサイズでは94%（24インチサイズでは96%）。効率的な前駆体送達を実現するために、コーティングチャンバ302aは、コーティングサブシステム301においてコーティングされる粉末の表面を飽和させるのに十分な量のPd-HFACを含む溶液での前駆体容器801の自動充填と同期して、粗真空条件（<10トル）まで排気される。そのために、電子データベースサーバー363から共通信号ハブ360を通して制御ポート315及び処理エンハンサ800に特性を配信する。続いて、蒸発器チャンバ810は、バルブ802b及び分配プレート809を通して不活性ガスを通すことによって排気及びパージされ、一方、バルブ付き送達アセンブリ805は適切なレベルの流れに適応するように構成される。続いて、バルブ付き送達アセンブリ805は、前駆体体積コントローラ804に適切な空隙空間を作成するように構成され、そのために、共通信号ハブ360は、コーティングサブシステム801及び輸送エンハンサ800の内容及び物体（例えば、他の考慮事項の中でもとりわけ飽和レベル）に基づいて目標点を設定する。条件及び基準が1つ以上の信号コネクタ806及び807を介して目的を達成するのに適していることを共通信号ハブ360が識別すると、バルブ付き送達アセンブリ805は、適切な体積の前駆体が804から蒸発器チャンバ810に流れることを可能にするように構成され、

10

20

30

40

50

該蒸発器チャンバにより、前駆体を充填媒体808の表面の一部に吸着させることを可能にする。次いで、共通信号ハブ360は、802a, 802b, 803及び812の1つ以上の作動機構と同期して、コーティングサブシステム301（又は302, 302a, 302b, 401, 402, 402a, 402bなど）に対して第一の作動機構を作動し、全体として、共通信号ハブ360によって制御されるバルブアセンブリ又はポンプアセンブリのいずれかとして使用するように構成でき、Pd-HFACを効率的に供給し、コーティングサブシステム301に装填された50, 000m²の粉末表面積の所定の割合（この例では100%）を飽和させることができる。

【0225】

例3B：飽和に満たない状態で流動性物体の表面に前駆体を暴露する効果的な送達

【0226】

別の一連の試行において、例3AからのTiO₂粉末は、約150m²/gの表面積を有する酸化アルミニウムを含む触媒ペレット（又は押出物）で置き換えられる。コーティングサブシステム301、前駆体容器801、前駆体体積コントローラ804、蒸発器チャンバ810内のチャンバの体積は、データベース363内に格納された情報に基づいて適切に構成される。充填媒体808は、より大きな表面積の基材のために交換し、この例では総表面積が増加している。これらの試験では、200、400、600、800及び1, 000ppmのPdの目標装填量は、製造中の複合材料の最終使用特性を達成し、選択範囲を狭め及び/又は最適化するのに望ましい。例3Aの同期手順に再び従い、システム全体に含まれる体積及び表面積の違いに基づいて時定数の調整を可能にする。各飽和に満たない暴露の間に、コーティングサブシステム301と輸送エンハンサ800の両方のバルブ機構の同期作動を介して、適切な量のPd-HFACをコーティングサブシステム302内の基材の表面に再び送達する。各試行の後に、材料を取り出し、誘導結合プラズマシステムを使用してPd ppm含有量が評価され、それは、次いで、電子データベースサーバー363に入力され、試行シリーズが規定される。試行シリーズ1の5つの試行を完了し、同時に装填の評価をする。各目標装填量について、堆積した実測Pdの実験結果を以下の表1に示す。試行シリーズ1で行われるサブプロセス（369）は、表1に示すように、これらの材料の目標装填量よりも高い装填量をもたらした。表1は、多くの潜在的な直接外部信号モニタリングサブプロセス結果372のうちの1つを示し、該結果はサブプロセスモデル偏差計算機374に導入される。これらの結果は、機械学習アルゴリズム376を介して、1つ以上の重要セットポイントを選択して調整しながら、重要信号セットポイント計算機365に供給される（典型的に、様々な材料に対する追加の履歴プロセスからさらに恩恵を受ける）。異なる重要セットポイントを有するサブプロセスを含む試行シリーズ2は、次いで、試行シリーズ1の結果に部分的に基づいて行われる。試行シリーズ2の結果は、以下の表1にも示されており、低い装填量に入る目標範囲内の装填量を生じるが、目標装填量が増加するとともに、測定装填量が次第に増加する。このことは、高表面積粉末又は流動性材料の表面に対して困難な前駆体を送達することに関連する予期しない課題を例示する。明らかに、飽和に満たない状態のプロセスを設計する際に要求される非線形調整は存在する。これには、体積、質量、総表面積、圧力、温度、作動機構速度、暴露/滞留時間のうちの2つ以上の変調を含むことができる。幸いなことに、複雑ではあるが、機械学習はこの予期しない非線形挙動を克服するための方法及び機構を効果的に予測できることが決定され、機能性最終使用特性を達成する複合材料の処理時間の最小化（又は生産速度の最大化）につながる。これを実証するために、重要信号セットポイントを非線形的に調整して、指定した装填目標値内により高い装填量のサンプルが収まるようにし、それによってシステム全体の目的を達成する、試行シリーズ3を実施する。

10

20

30

40

50

【表 1】

表 1：各目標装填量ポイントについての 3 つの一連の試行にわたる Pd 装填量 (ppm)

目標Pd装填量 (ppm)	試行シリーズ 1 (Pd ppm)	試行シリーズ 2 (Pd ppm)	試行シリーズ 3 (Pd ppm)
200	261 ± 35	181 ± 27	180 ± 31
400	455 ± 16	397 ± 21	395 ± 17
600	647 ± 32	615 ± 30	599 ± 21
800	859 ± 26	822 ± 17	802 ± 9
1,000	1,068 ± 19	1,041 ± 28	1,011 ± 15

10

【0227】

例 3 C：流動性物体の表面への前駆体の暴露の効果的な送達

【0228】

別の一連の試行において、例 3 A からの TiO_2 粉末を、約 $0.7 m^2/g$ の表面積を有するリチウム、ニッケル、コバルト、アルミニウム及び酸素を含むリチウムイオン電池カソード粉末で置き換えた。望ましいコーティングは、リン酸アルミニウム ($AlPO_4$) 材料であり、ここで、アルミニウム及びリンの比率 ($Al:P$) は測定可能でかつ制御可能であり、1 つ以上の前駆体はアルコキシド様配位子を含む。コーティングサブシステム 301、前駆体容器 801、前駆体体積コントローラ 804、蒸発器チャンバ 810 内のチャンバの体積は、データベース 363 内に格納された情報に基づいて適切に構成された。充填媒体 808 をこの例における全表面積と整合するように選択した。約 2,200 グラムの粉末をコーティングサブシステム 301 に装填し、トリメチルアルミニウム (TMA) 及びトリメチルホスフェート (TMP O) を装填した。これらの試行において、製造中の複合材料の最終用途の特性を達成し、選択範囲を狭め、及び/又は最適化するために、約 50 ~ 300 ppm の目標装填量のアルミニウムを追加し、1 : 1 ~ 4 : 1 の $Al:P$ 比が望ましかった。例 3 A の同期手順を再度実行し、システム全体に含まれる体積及び表面積の違いに基づいて時定数を調整することができた。各暴露中に、30℃の送達温度に維持されたコーティングサブシステム 301 及び輸送エンハンサ 800 の両方に対するバルブ機構の同期作動により、適切な量の TMA をコーティングサブシステム 302 内の基材の表面に送達させた。次に、同期して、適切な量の TMP O は、コーティングサブシステム 402 内の基材の表面に、90℃の送達温度に維持されたコーティングサブシステム 401 及び輸送エンハンサ 800 の両方に対するバルブ機構の同期作動により送達された。各運転後に、材料を取り出し、誘導結合プラズマシステムを使用して Al 及び P ppm 含有量を評価し、それを電子データベースサーバー 363 に入力して、試行シリーズを規定した。試行シリーズ 1 における 4 つの運転が完了し、4 つのサイクル番号 (2、4、6 及び 8) 及び約 15 トルの操作圧力を使用して、同時に装填の評価をした。試行シリーズ 2 の 4 回の運転が完了し、同じ 4 つのサイクル番号 (2、4、6、及び 8) を使用して、装填の評価を同時に行ったが、操作圧力は約 20 トルであった。各目標装填量について、実際に堆積した Al 及び P の実験結果を以下の表 2 に示す。試行シリーズ 1 で実施されたサブプロセス (369) はこれらの材料の線形目標装填量を達成するアルミニウム装填をもたらし (表 2)、サブプロセスモデル偏差計算器 374 は、目標装填量と実際の装填量の差が非常に近いときでさえ、適切に機能することができを示す。これらの結果は、機械学習アルゴリズム 376 を介して、1 つ以上の重要セットポイント (典型的に、滞留時間及び/又は 1 つ以上の作動機構パラメータ) を選択して調整しながら、重要信号セットポイント計算機 365 に再び供給された。様々な重要セットポイントを有するサブプロセスを含む試行シリーズ 2 は、試行シリーズ 1 の結果に部分的に基づいて実施された。以下の表 2 にも示す試行シリーズ 2 の結果は、 $Al:P$ 比を減少させながら試行シリーズ 1 からのアルミニウムの装填量を維持するシステムの能力を示し、これは、表面への 1 つ

20

30

40

50

以上のより難しくない前駆体の送達を混乱させず又は悪影響を与えず、高表面積の粉末又は流動性材料の表面に1つの困難な前駆体を送達することに伴う課題を克服するための機械学習の使用法を示している。複雑ではあるが、機械学習はこの予期しない非線形挙動を克服する方法及び機構を効果的に予測できるため、機能的な最終用途の特性を達成する複合材料の処理時間の最小化（又は生産速度の最大化）につながるものと決定された。電気化学的性能を評価するために、材料をコイン型電池に調製した。幾つかの場合に、Al:P比が1.1~1.3の材料は、サイクル寿命、速度能力及び/又はカレンダー寿命の20%を超える増加を示した。他の場合には、1.5~2.2であるAl:P比は、サイクル寿命、レート能力及び/又は室温より少なくとも10℃高いカレンダー寿命、0.1V超標準操作電位（典型的に4.2ボルト）又は両方の20%を超える増加を示した。幾つかの場合に、ALDサイクル数（6、8、10、12、14又は16サイクル）を増やし、リン酸アルミニウムの低いAl:P比（0.9:1~1.2:1）を少なくとも30%の改良、しばしば50%の改良、時に80%の改良などを提供した。これらの各結果は電子データサーバー363に保存され、優れたレート能力、温度性能、サイクル寿命、カレンダー寿命などのために設計された将来の材料は、機械学習アルゴリズム376により決定されるように、高度なパラメータ空間で設計プロセスを開始することができる。

【表2】

表2：2~8のALDサイクルの2つの試行シリーズにわたるAl及びPの装填（ppm）

サイクル数	AIPO 試行シリーズ1		AIPO試行シリーズ2	
	Al ppm	Al:P比	Al ppm	Al:P比
2	62 ± 5	1.8:1	66 ± 4	1.1:1
4	130 ± 8	2.1:1	141 ± 11	1.3:1
6	177 ± 9	2.2:1	193 ± 8	1.2:1
8	244 ± 11	1.9:1	284 ± 15	1.3:1

【0229】

例3D：液体注入を使用した流動性物体の表面への前駆体の効果的な送達

【0230】

別の試行シリーズにおいて、例3Cのリチウム、ニッケル、コバルト、アルミニウム及び酸素を含む同じリチウムイオン電池カソード粉末で表面積が約0.7m²/gである粉末を使用した。望ましいコーティングは、アルキルアミド前駆体テトラキス-ジメチルアミドチタン（TDMAT）を使用した二酸化チタン材料であった。コーティングサブシステム301、前駆体容器801、前駆体体積コントローラ804、蒸発器チャンバ810内のチャンバの体積は、例3Cの結果に基づいて事前に最適化されたデータベース363内に格納された情報に基づいて適切に構成された。充填媒体808も、例3Cで使用されたものと同じであった。輸送エンハンサ800はまた、液体の気体への相変化に対応できるコーティングサブシステム302への液体の送達に対応し、蒸発器チャンバ810の代替として利用するように変更された。4つの運転（各々1~4のTDMAT+H₂Oサイクル）からそれぞれなる2つの試行セットは、2つの異なる前駆体デリバリー方策を使用して行われた。各運転後に、材料を取り出し、誘導結合プラズマシステムを使用してTip ppm含有量を評価し、次いで、それを電子データベースサーバー363に入力した。直接液体注入アプローチでは、2フィートの加熱テープを輸送エンハンサ800の配送ラインに取り付け、輸送エンハンサ800は制御された量の材料をコーティングサブシステム302に送達するためにシリンジポンプがさらに装備されていた。前駆体システムを少なくとも1時間、所望のセットポイント温度に予熱した。セットポイント温度、チューブサイズ、シリンジパラメータ及び前駆体風袋重量を機械学習アルゴリズム376に入れた。液体を輸送エンハンサ800に注入する前に、システムを完全に真空排気した。プロセスでコーティングされる総表面積に対応させるように1つ以上の注入時間を使用して、所定の

量の液体をコーティングサブシステム302に投与した。コーティングサブシステム302に送達されるモル量の制御を適切に維持するには、送達ポンプ及び制御バルブの同期作動が要求された。コーティングサブシステム302の実際の圧力はリアルタイムで監視され、コーティングサブシステム内で蒸発している液体の効果の視覚化を提供する。圧力が平衡化すると、プロセスは通常どおりに進行する。2つの異なるアプローチからの全体的装填結果は、サイクルあたりの全体のプロセス時間が、典型的に、直接液体注入プロセスアプローチの方が短くなるが、類似していた（サイクルあたり約90～100ppmのTi）。コーティングシステム301のチャンバの体積が10～20%満たされたときに、全体のプロセス時間は類似していたが、チャンバが30%以上満たされたときに、さらなる利点は観察された。総表面積とチャンバ体積の様々な組み合わせで、10～36%のプロセス時間の短縮は達成された。

10

【0231】

例3E：流動性物体の表面への窒素含有前駆体の効果的な送達

【0232】

別の試行シリーズにおいて、例3Cのリチウム、ニッケル、コバルト、アルミニウム、及び酸素を含む同じリチウムイオン電池カソード粉末であって、表面積が約0.7m²/gである粉末を使用した。所望のコーティングは、本明細書に記載の前駆体の非限定リストのうち、アルキルアミン前駆体に由来する様々な金属酸化物及び窒化物材料の阵列、及び本明細書で使用されるコーティング又は基材/代理粒子である。気体相で効果的に送達できた前駆体は、気体相又は直接液体注入アプローチのいずれかを使用して送達され、気体相で効果的に送達できなかった前駆体は、これらの試験でのみ直接液体注入アプローチを使用して送達される。トリス（ジエチルアミド）アルミニウム及び無水アンモニアを使用して、AlNコーティングを堆積する。トリス（ジメチルアミド）アンチモン（III）及びH₂O（又はO₃）を使用して三酸化アンチモンコーティングを堆積し、トリス（ジメチルアミド）ガリウム及びアンモニア又はH₂Sを使用して、それぞれ窒化ガリウム及び硫化ガリウムを堆積し、テトラキス（ジエチルアミド）ハフニウム（IV）及び水を使用して、酸化ハフニウムコーティングを堆積し、TDMA T、H₂O及びトリエチルボロン（「TEB」）又はトリイソプロピボレート（「TIPB」）のいずれかを順番に使用して、ホウ素ドーパントTiO₂コーティング（コーティングシステム301及び401に制御可能に投与されるモル数を変えることにより、B：Ti比0.1：1、0.2：1、0.3：1、0.4：1、0.5：1、0.6：1、0.7：1、0.8：1、0.9：1及び1：1）を生成し、リチウムトリメチルシリルアミドを、TMPO、TDMA T、TMA、ニオブイソプロポキシド及びTEBを含む一連の前駆体と交互に使用して、リン酸リチウム、チタン酸リチウム、アルミン酸リチウム、ニオブ酸リチウム及びホウ酸リチウムをそれぞれ、ならびにそれらの組み合わせを生成し、トリス（エチルメチルアミド）tert-ブチルイミド）タンタル（V）、TDMA T及びH₂O/O₃を使用して、タンタルをドーパした酸化チタンコーティングを生成し、テトラキス（ジメチルアミノ）スズ（IV）及びH₂O又はH₂Sを使用して、それぞれ酸化スズ及び硫化スズをそれぞれ堆積し、テトラキス（ジメチルアミド）ジルコニウム（IV）及びH₂Oを使用して、電池材料上に酸化ジルコニウムコーティングを堆積する。

20

30

40

【0233】

例4：図5のシステムにおける複合材料合成

【0234】

複合材粉末は、図5に示されたものと類似のシステムを使用して、年間5キロトンの目標能力で製造される。タップ密度が2kg/Lであるミクロンサイズの金属粉末基材は、ホッパー104に連続的に供給され、ホッパーは、次いで、還元環境（ここではN₂中4% H₂）で熱処理を行う前処理サブシステム201に粉末をまず供給し、続いて、コーティングサブシステム301が逐次気体相分子グラフト化法を実施して、2員ブロックコポリマーコーティングを適用する。694kg/時の製造速度は年間300日間のストリーム時間及び15分間のチャンバあたり滞留時間で、共通信号ハブ360により提案される。

50

この特定のプロセスでは、2, 170 Lチューブの4.0% V/V充填比まで充填された36インチの内径は使用され、1時間あたり0.8スーパーサック相当を処理するように構成されている。第一の前処理サブシステム201において、還元ガスは、約2.0時間の処理時間で10kg/時の平均速度で移動する回転床に連続的に投与され、これは、同様の表面積を有する同様の金属粉末の表面から自然酸化物を最小化及び/又は除去するのに以前の運転で十分であることが判っている。続いて、材料をコーティングサブシステム301に移動し、コーティングサブシステム302a中の金属粉末の表面に第一の前駆体がグラフトされ、続いて化学プロセスにより第一のポリマーに第二の前駆体がグラフトされる。この例では、環状オレフィンコポリマー(COC)が湿分バリアとして生成され、金属粒子の表面を生体適合性にし、抽出可能な含有量が低く、高純度である。図5に示されていないのは追加のコーティング層を適用する追加のコーティングサブシステムであり、これにより、コーティング厚が調整可能なCOCシェルを有するコーティング粒子が得られる。1.0、2.0、3.0、5.0、7.5及び10.0nmのCOCコーティング厚を金属粒子に適用し、光学特性に影響を与えない耐薬品性金属粉末を生成するが、このシステムでは、代替基材を1つ以上のCOC、交互ポリマーコーティング又は非ポリマーコーティングで簡単にコーティングできる。加えて、後続の処理サブシステム501を展開して、1つ以上の堆積されたコーティング層の特性を調整することができる。

【0235】

例5A：図7のシステムにおける複合材料合成

【0236】

流動性複合材料は、図7に示されるものと類似のシステムを使用して製造され、ここでは、混合金属酸化物ナノ粉末は合成サブシステム101で合成され、次いで、前処理サブシステム205が続く、第一のALDコーティング(302)、次いで、第二のALDコーティング(402)でコーティングされる。年間5キロトンの能力のサイズのこのシステムでは、連続的に合成される基材は、バルブアセンブリ311を介してコーティングサブシステム302aに入る前に、計量バッチシステムで高温のシラン系分子で前処理される。バルブアセンブリ311の第一の作動機構は、前処理サブプロセスが完了したときを示す、前処理サブシステム205の少なくとも1つの圧力センサと電気通信している。共通信号ハブ360は、気体相の第一の解放を制御し、次いで、コーティングサブシステムへの固体相の輸送を制御する。この材料には20分間の前処理時間を使用し、次いで20分間のパージ及び/又は乾燥工程を行う。流動性材料はチャンバ302aに装填され、そこで混合インターナル321を使用して機械流動化プロセスを管理する。この特定の実施形態のチャンバは、バッチ/静的に、半連続/間欠的又はパルス的に、又は完全連続モードで操作することができる。この場合に、基材及びコーティング材料の特定の物理化学的性質に基づいて、直接液体注入前駆体投与システムで静的選択肢は選択される。前駆体のフラッシュ蒸発時に、粉末及び反応性前駆体は、通気状態で20分間、一定の機械的流動化を用いて混合される。次いで、10分間の排気及び5分間の粉末輸送工程の後に、サブシステム302bで55分間の静的暴露時間でナノパウダーを第二の前駆体に付す。次いで、コーティングされた粉末を、コーティングサブシステム401の上部の保持/サージタンクに運ぶ。この時点で、この材料のサブバッチは、バルブアセンブリ411を介してコーティングサブシステム402aに装填するために配置されそして調製され、そして材料の第二の同一サイズのサブバッチは、バルブアセンブリ311を介してコーティングサブシステム302aに装填するように調製され、本技術の2つの連続したサブシステムを規定する。バルブアセンブリ411の第一の作動機構は、バルブアセンブリ311の第一の作動機構と同期して作動され、その上で、前駆体を、それぞれ704a及び704bを介してサブシステム302a及び402aに投与する。共通信号ハブ360は、各サブシステム内で行われる各サブプロセスの各工程を同時に監視及び制御する一方で、すべての現場信号を連続的に監視し、それに応じてサブプロセスモデル偏差を予測できる。

【0237】

例5B：図7のシステムにおけるスケールアップした複合材料合成

【0238】

例5Aに記載されるように年間5キロトンの能力の実証されたプロセス能力を用いて、このプロセスを、機械学習アルゴリズム376に関連するモデル予測制御を使用して同様のレイアウト及び構成で年間50キロトンの能力でエミュレートする。50キロトンの粉末は、材料を合成及びコーティングして、4,416ガロンの反応器サイズで6,944kg/hの生産速度で複合材物品を生産するように構成されたシステムでシミュレートされる。機械学習アルゴリズム376はこの材料セットの重要入力364を受け取り、サブシステム301及びサブシステム401のバルブ作動機構X(367)及びバルブ作動機構X+1(368)のスケジューリング/頻度及び速度を設定する。重要パラメータに基づいて、60分の粉末装填時間をエミュレートし、排出/予熱(45分)、乾燥(20分)、第一の前駆体暴露(20分)、第一の前駆体パージ(20分)、輸送(30分)、第二の前駆体暴露(100分)、第二の前駆体パージ(20分)及び最終的な加圧及び後続のサブシステムへの輸送(75分)のシーケンス(計算された工程時間)である。

10

【0239】

比較例1:Kingら(米国特許第9,284,643号明細書、「'243号特許」)によって記載されたシステムにおける複合材料合成

【0240】

'243号特許により教示されたものと類似の半連続気体相コーティングシステムを使用して、様々なサブバッチ量で約3.0~3.4m²/gの表面積を有する窒化ホウ素粒子上に酸化アルミニウムコーティングを適用した。このようなシステムにおいて、粉末リザーバと反応性前駆体リザーバとの間に1つのみの作動機構を有するバルブユニットを挿入し、バルブユニットは開位置と閉位置との間で操作可能であり、それにより、バルブユニットが開位置にあるときに、粉末リザーバは反応性前駆体リザーバから分離されていたが、バルブユニットが閉位置にあるときに、粉末リザーバは反応性前駆体リザーバと連通していたため、反応性前駆体リザーバ内に含まれる反応性前駆体は粉末リザーバに流れ込み、粉末リザーバ内に含まれる粉末は、反応性前駆体リザーバに落ちることができる。また、このバルブユニットは、反応性前駆体リザーバから粉末リザーバまでの反応性前駆体の狭窄流路を確立し、システムの形状、基材材料の物理化学的特性及び反応性前駆体の特性に基づいた時間、噴出流動床を作成する。固体潤滑剤である窒化ホウ素では、反応性前駆体のポケットがすべての表面を十分に露出せずに窒化ホウ素粉末のポケットをすり抜けてしまうことがあるので、噴出流動床を作成して維持する能力は難しいことがある。これにより、処理可能な材料の量が制限され、全体的なスループットが低下した。この問題を克服する1つの方法は、混合インターナル321をチャンバ302a及び302bに組み込むことであった。これにより、図9のサブシステムに組み込まれたものなど、狭窄流路での固気混合が強化される。しかしながら、それぞれのバルブアセンブリで第二の作動機構を組み込み、ここで、気体相の輸送を大きく制御する第一の作動機構と、固体相の輸送を大きく制御する第二の作動機構がサブシステムの各領域での混合を最大化するようにして個別に作動させることができることを発見した。これは、特定のサブシステム内でプロセス効率を最大化するのに有益であるだけでなく、予期しないことに、特定の効率(1つ以上の前駆体供給、排出物捕獲、分離又は再生、ポンプ/真空スループット、プロセス時間の短縮など)があり、これは、1つのサブシステムから少なくとも1つの作動機構を、異なるサブシステムからの少なくとも1つの作動機構と同期して作動させるときに活用できる。これは、共通信号ハブを介してすべての作動機構と電子通信する制御システムの恩恵を受けて、同期作動を保証する。以下の表3に、測定されたアルミニウム含有量のICPデータを示す。これらの結果に基づいて、2~10キログラムの材料を処理する場合に、2つのシステムから得られる装填量は、互いの標準誤差の範囲内に収まった。しかしながら、サブバッチサイズを50キログラム及び100キログラムに増やすと、バッチサイズの増加に伴って測定堆積量は減少した。これは、複数の作動機構を有すると処理効率が向上しうることを示している。このプロセスを使用して、追加のデータポイントは生成される。

20

30

40

50

【表 3】

表 3：2つの作動機構を備えたバルブアセンブリを有する本技術のシステム、対、単一の作動機構のみを備えたバルブアセンブリを有する比較システムでの窒化ホウ素粒子のサブバッチサイズの範囲に適用されるアルミニウム含有量

処理量 (kg)	ICP-OESアルミニウム含有量	
	本システム (2つの作動機構)	‘243号特許における比較のシステム (1つの作動機構)
2	926	910
5	936	923
10	917	907
50	941	825
100	963	761

10

【0241】

比較例2：Liebschら (WO2018019627、「’627号出願」) によって記載されたシステムにおける複合材料合成

【0242】

半連続気体相ALDコーティングシステムは、’627出願の教示に基づいて構築される。そのようなシステムは、第一の反応器及び第二の反応器の間に配置された少なくとも1つのバッファデバイスを有するという要件を除いて、’243号特許によって教示されたものと同一である。バッファデバイスを使用せずにこのようなシステムを操作することは、比較例1に記載の装置及びプロセスに十分に類似していると考えられる。’627号出願のシステムは、表面積が $0.7 \text{ m}^2/\text{g}$ であるリチウム金属酸化物電池材料上に、様々なサブバッチ量でアルミニウム酸化物コーティングを適用するために使用した。’627号出願は、粒子が第一のバルブアセンブリを介して第一の反応器から第二の反応器に運ばれることも教示しており、ここで、バルブアセンブリは、1つのみの作動機構を有する第一のバルブユニット（ガスロック）を含み、1つのみの作動機構を有する第二のバルブユニット（ガスロック）は第一の反応器と第二の反応器との間に挿入される。’627号出願及び’243号特許は、粒子を半連続ALDコーティング装置を通して再循環させて、所与のツールフットプリントで提供できるALDサイクル数を増やすことができることを教示している。唯一の違いはバッファデバイスであり、’243号特許のバルブアセンブリは、’627号出願のバッファデバイス及びダイバータバルブを含むように変更された。この装置は、’243号特許の方法（粉末をバッファデバイスに迂回させない）及び’627号出願（粉末をバッファデバイスに迂回させる）に従って操作された。’243号特許及び’627号出願の両方の装置は、粉末で満たすことができるコーティングチャンバ体積の割合に実際的な制限があることが判った。これは、1つのみの作動機構を有する第一及び第二のバルブ（又はガスロック）を備えたバルブアセンブリとの混合効率の低下に起因する。同様のサイズのダイバータバルブ及びバッファデバイスを要求する’627号出願の大型バルブアセンブリは、大型バルブアセンブリの混合領域が拡張されていることのみで、わずかに高い体積充填率を達成することができた。しかしながら、追加のダイバータバルブ及びバッファデバイスを有するそのようなより大きなバルブアセンブリの資本コストは、’243号特許の装置よりも約3倍大きかった。さらに、’627号出願の装置では充填率が大きかったが、バッファデバイスを充填及び空にするのに必要な追加の時間は、時間あたりにコーティングされる正味粒子の実質的な減少をもたらした。製造重量が増加すると、ダイバータバルブの単一の作動機構は、材料の100%をバッファデバイスを迂回させるには不十分であり、そのため、材料の5～20%はバッファデバイスをバイパスして、後続のチャンバに早期に送達された（しかしながら、この画分は、’6

20

30

40

50

27号出願ではなく、'243号特許の方法に効果的に追従し続けた)。'627号出願の装置のさらなる2つの欠点は、a) プロセスが再開されたときのバッファデバイスからの材料の非効率的なパージであり、そしてb) 材料が'243号特許のバルブアセンブリを通して輸送されたときに、噴流流動床の作用の損失（流路内又は流路に隣接する追加のダイバータバルブ及びバッファデバイスの存在による）である。20回のALDサイクルを適用するために粒子を20回通過させた後に非効率的なパージが明らかになった。典型的に、各ALDサイクルの後に、処理中の材料の2～15%はバッファデバイスに保持された。ALDは逐次法であるため、このようなバッファデバイスに保持されている材料は、その後のコーティング処理を受けず、有効成長速度が悪影響を受ける。さらに、バッファデバイスから最終材料を取り出すために、後続の装置調整は必要であり、稼働時間及び全体としての生産速度が低下する。噴出流動床の作用が失われると、混合の効率が低下し、これは、'627号出願の装置の充填体積が50%未満の場合に悪化した。これは、第一の反応器中の粉末に配送される反応性前駆体の量を増やすことである程度克服されたが、これにより前駆体のコストが100～150%増加した。'627号出願の装置を使用して製造された材料と比較して、'243号特許の装置を使用して製造された材料は、i) アルミニウム装填量の変動が少なく、ii) 前駆体効率が高く、iii) メンテナンス及び休止時間が低下し、iv) 運転コスト及び資本コストが実質的に低下した。

【0243】

しかしながら、2つ以上の作動機構を備えたバルブ又はポンプアセンブリを有する本技術の装置（1つの作動機構を備えたバルブアセンブリと比較して資本コストを実質的に増加させない）に関して、'243号特許、'627号出願の各装置の欠点を克服した。本技術の装置で製造される材料は、製造速度、品質及びコストにおいて優れており、本技術の装置は、より高い稼働時間、より低いメンテナンスコスト及びより高い達成可能なスループットを有する。さらに、本技術の装置は、機械学習アルゴリズム376によって所望され及び／又は推奨されるように、半連続又は連続モードで操作するように構成されうる。さらに、'627号出願の装置で観察された製造速度及び品質の低下の危険にさらすことなくバッチ再循環方策をより均一に展開することができる。

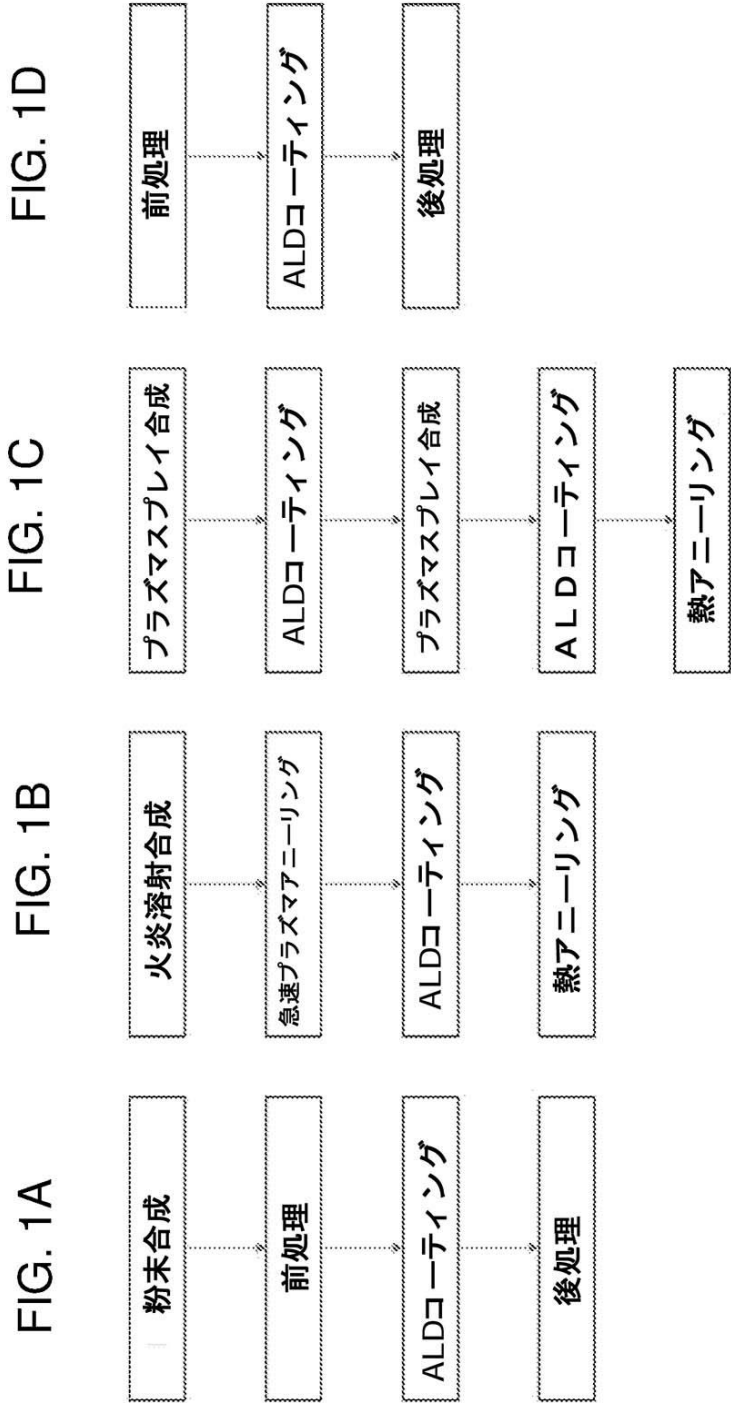
10

20

30

40

50



10

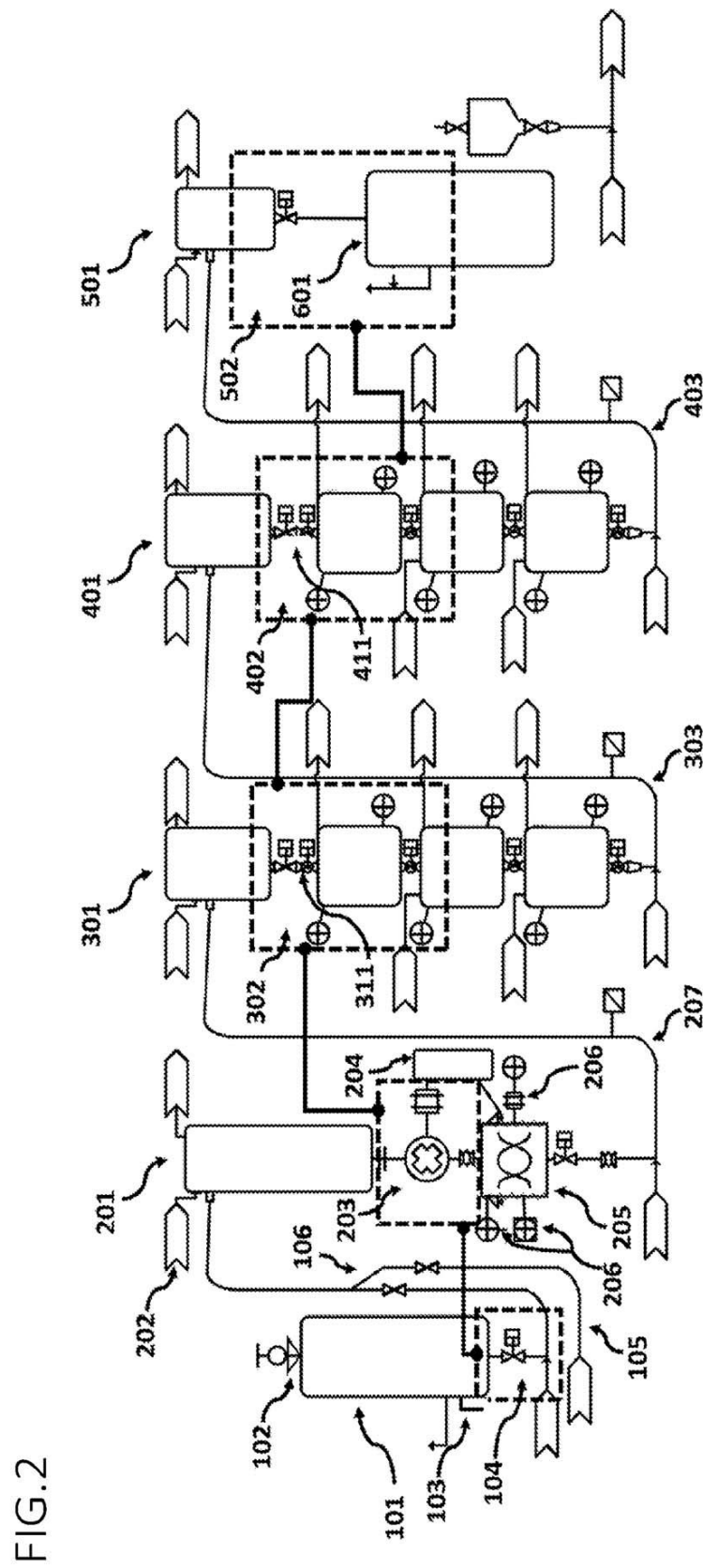
20

30

40

50

【図 2】



10

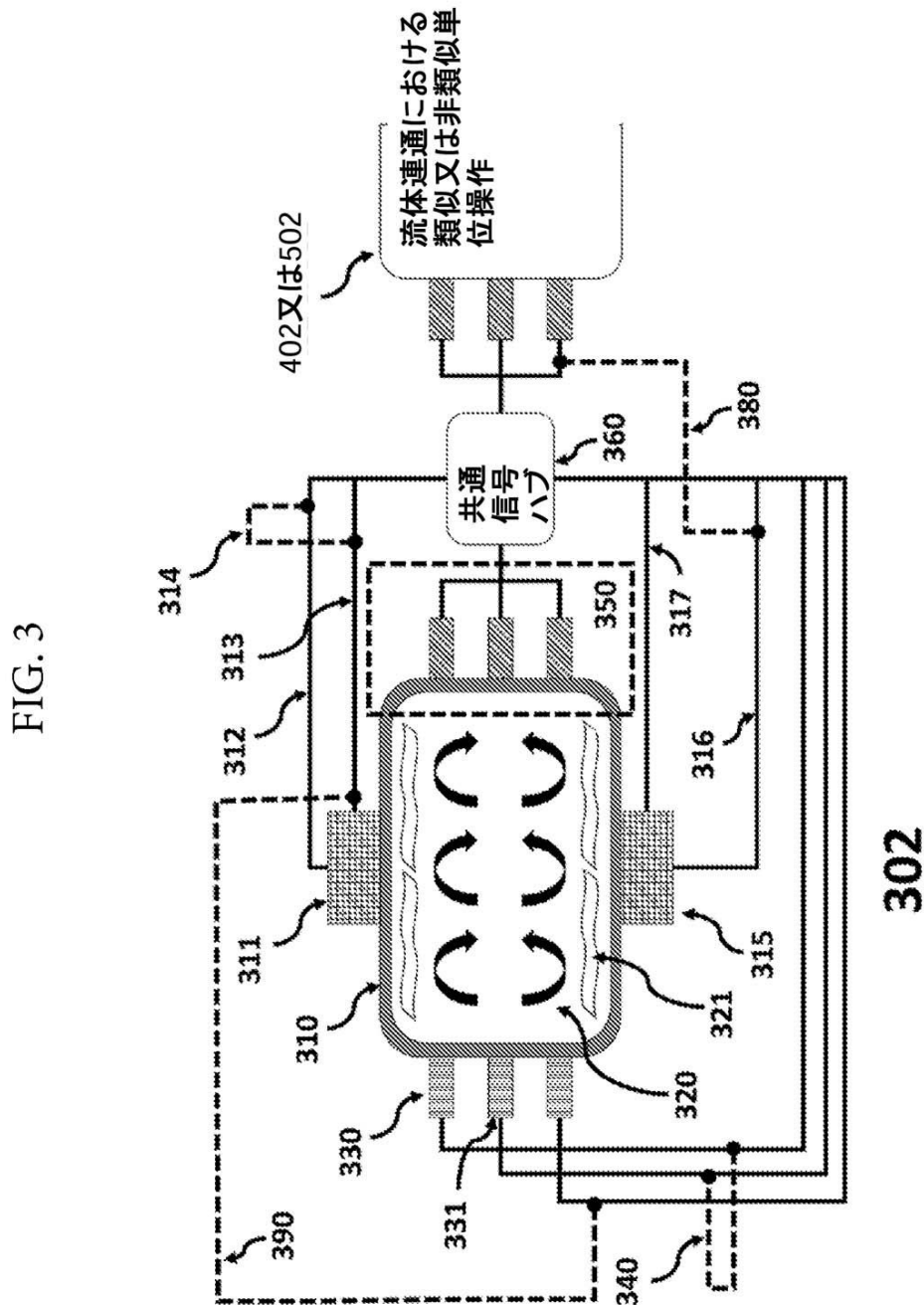
20

30

40

50

【図 3】



10

20

30

40

50

【図 4】

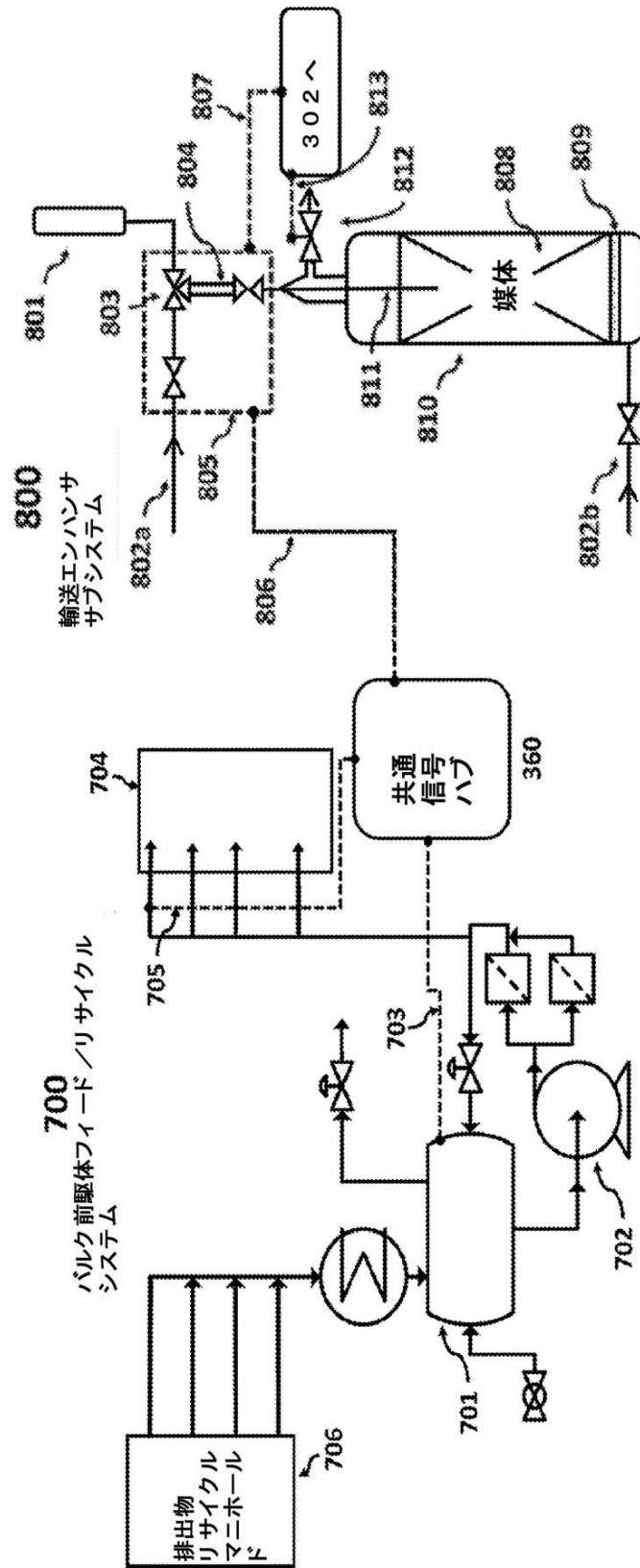
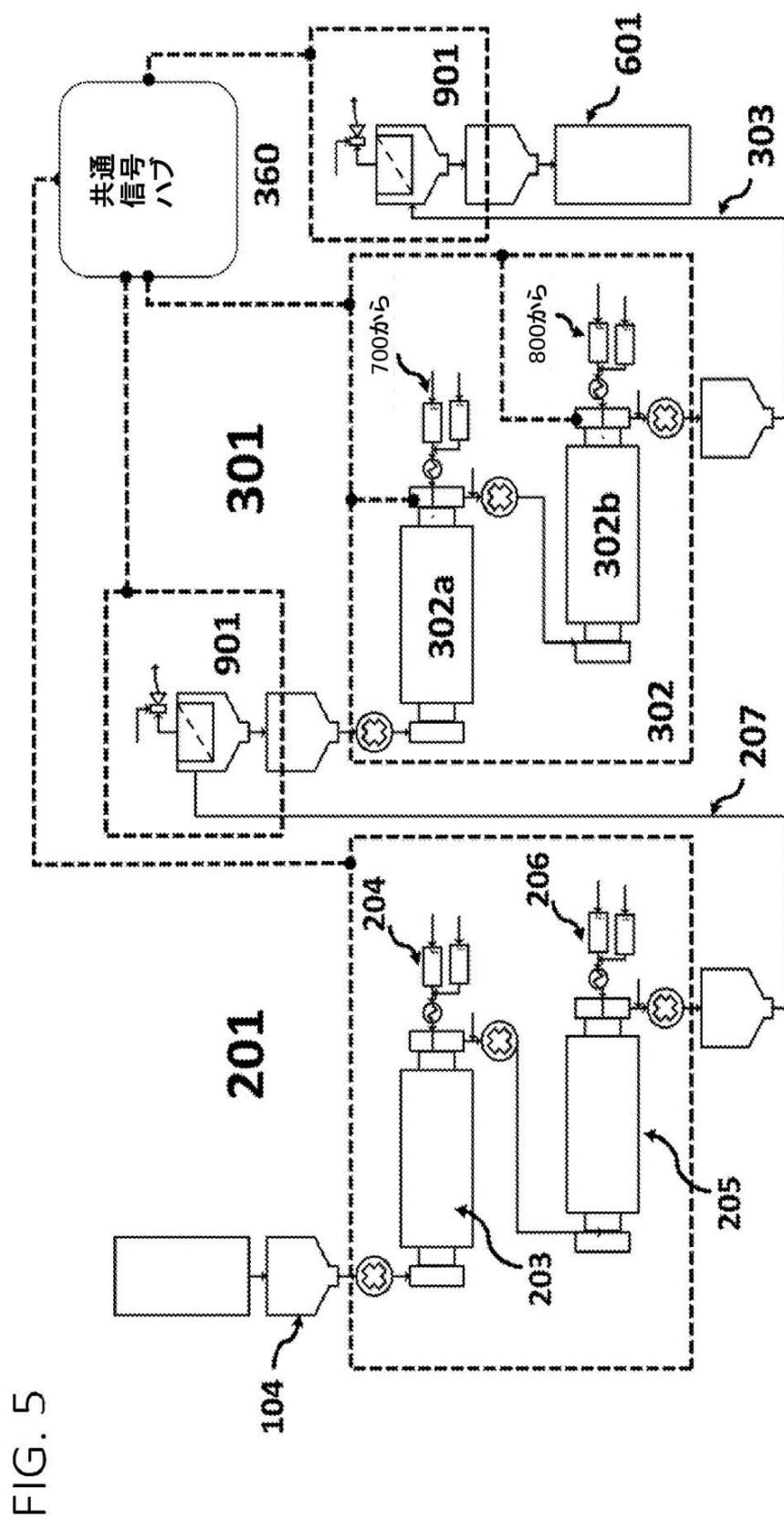


FIG. 4

【図 5】



10

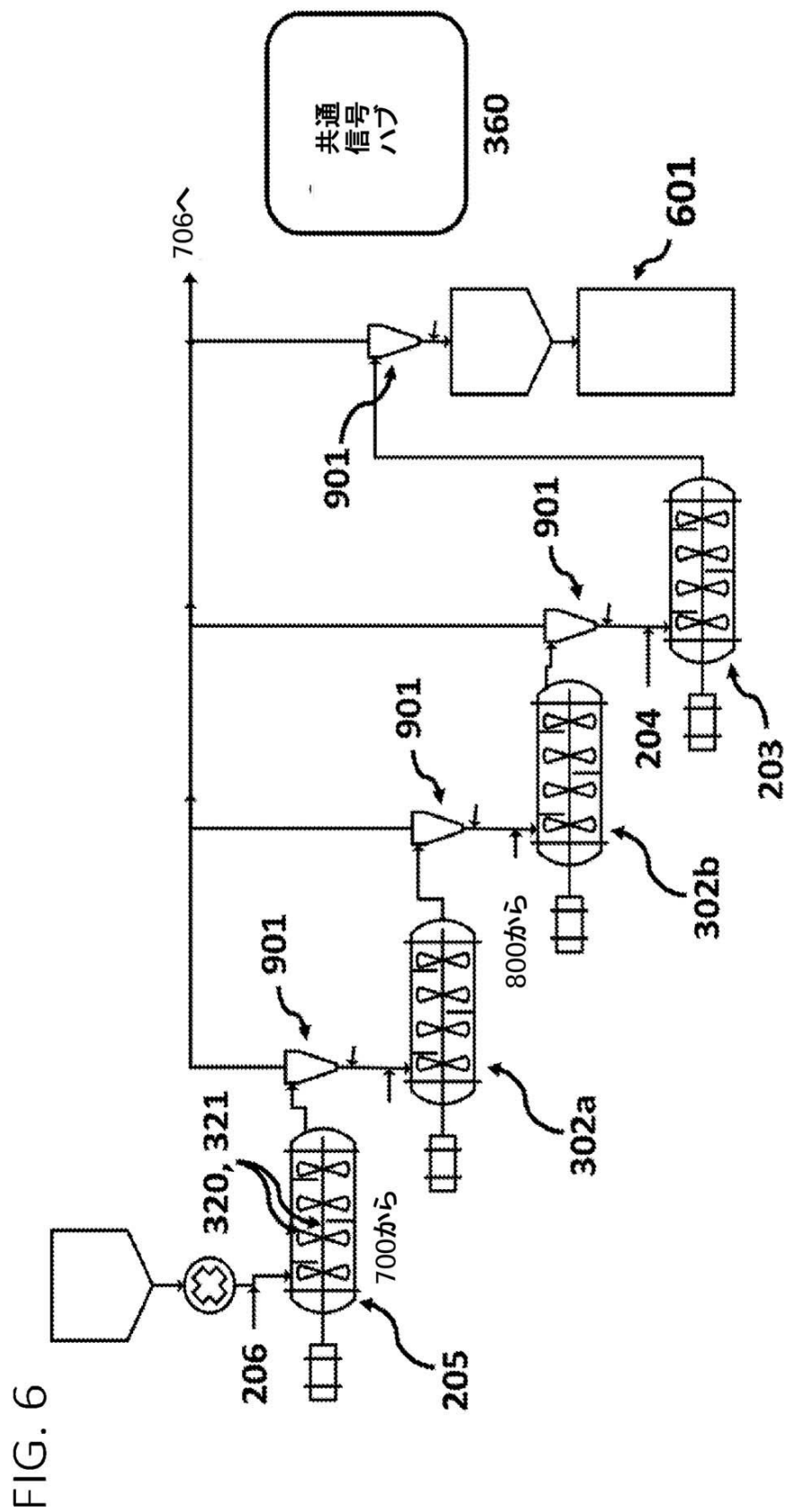
20

30

40

50

【図 6】



10

20

30

40

50

【図 7】

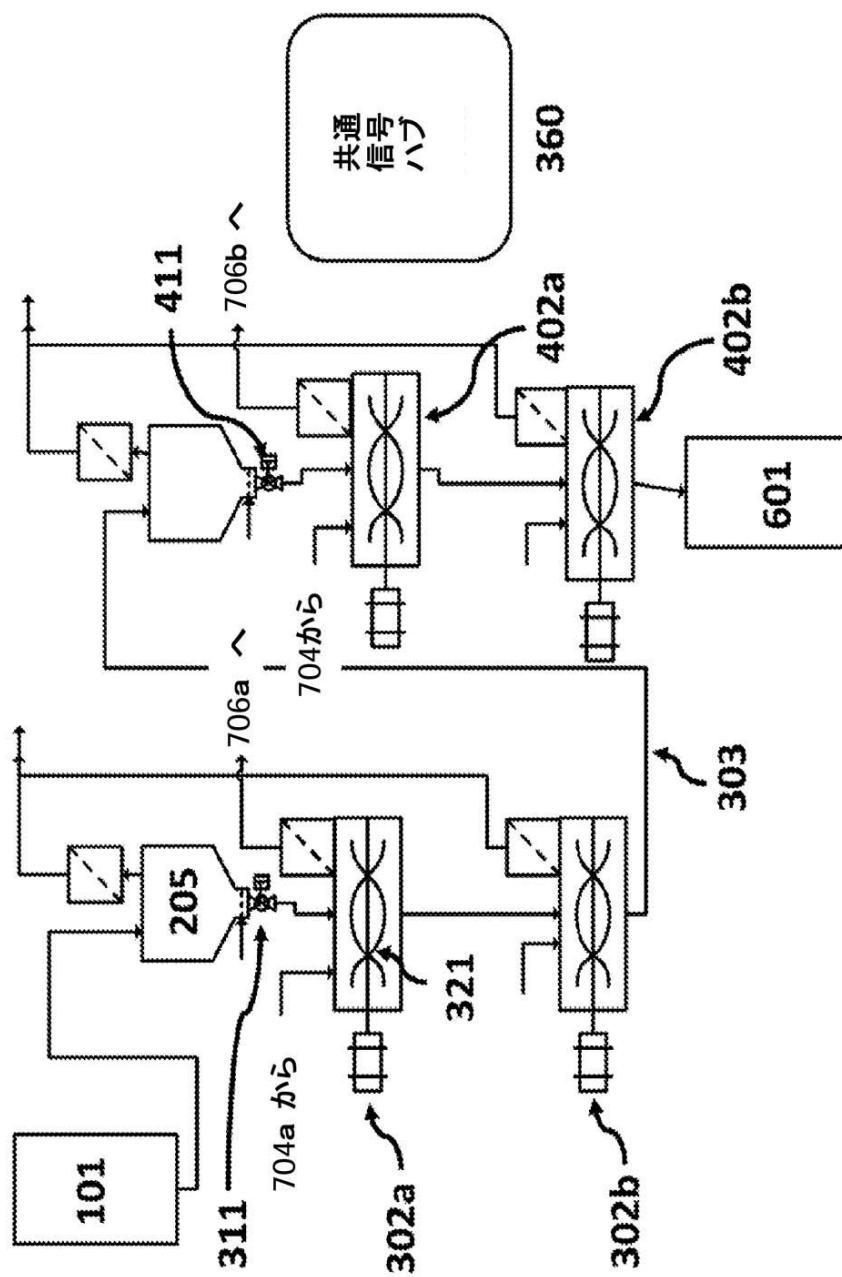


FIG. 7

10

20

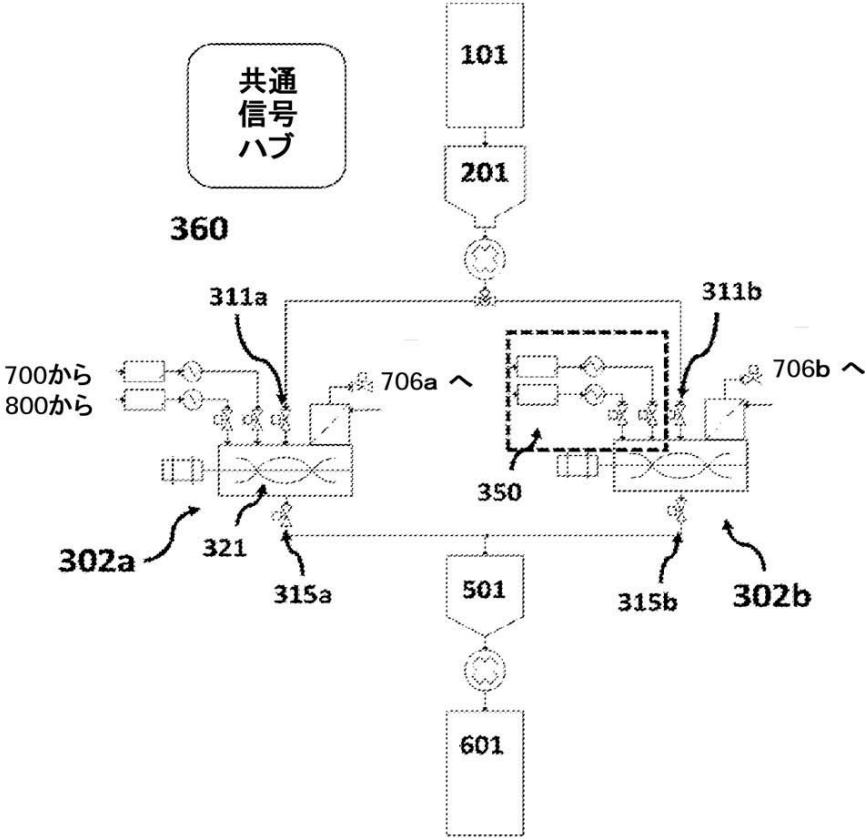
30

40

50

【図 8】

FIG. 8



【図 9】

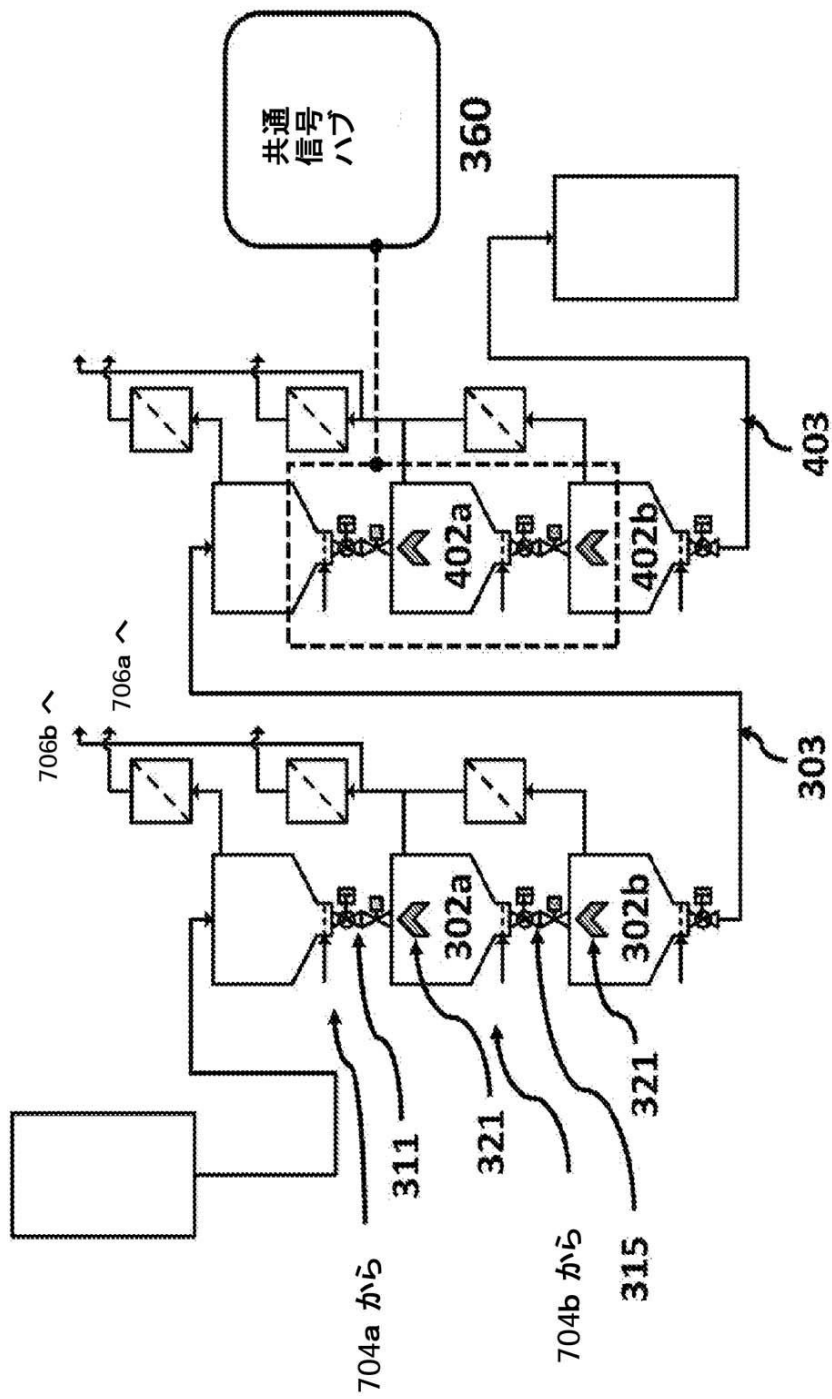
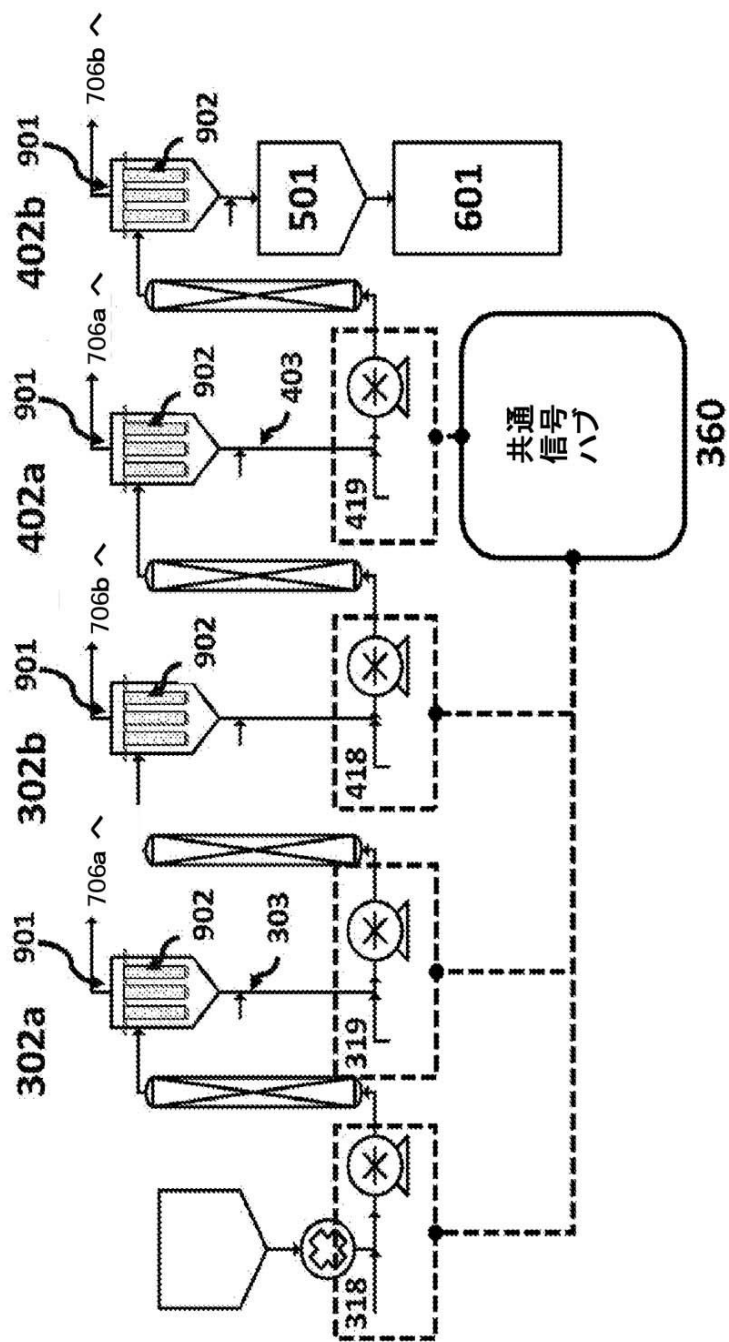


FIG. 9

【図 10】

FIG. 10



10

20

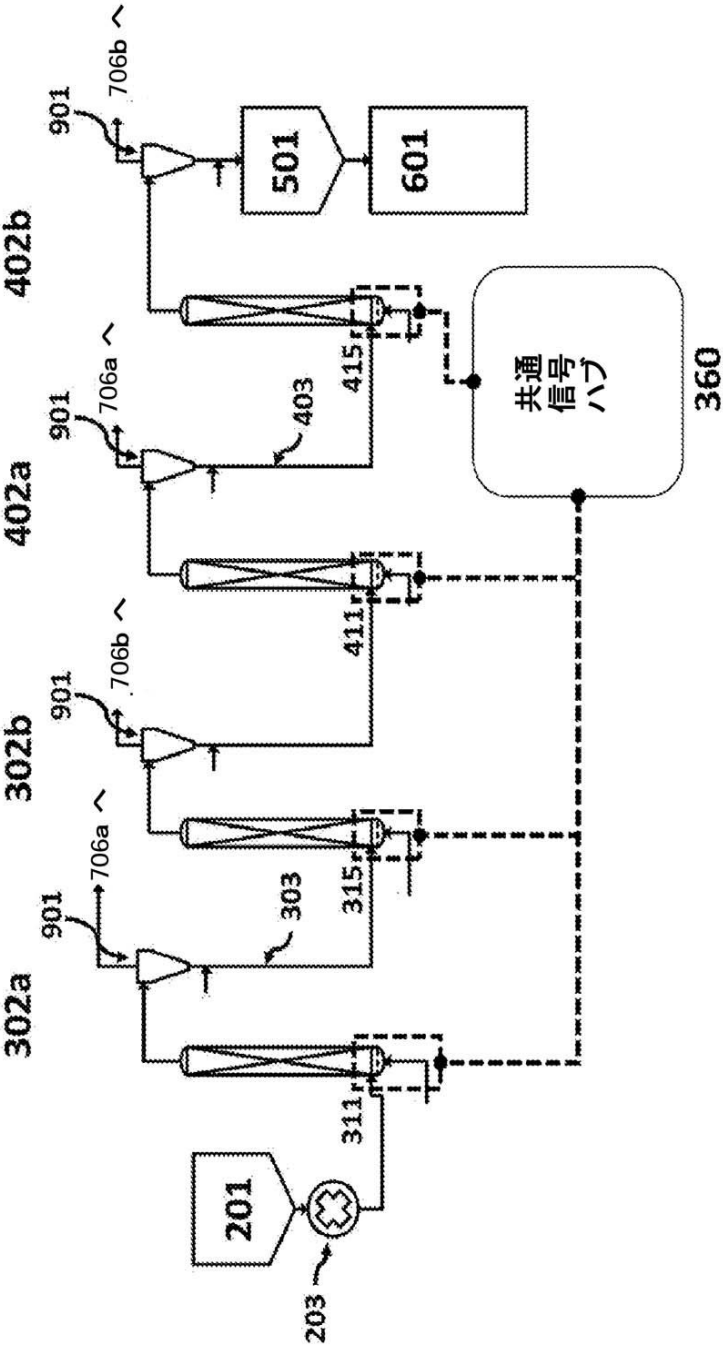
30

40

50

【図 1 1】

FIG. 11



10

20

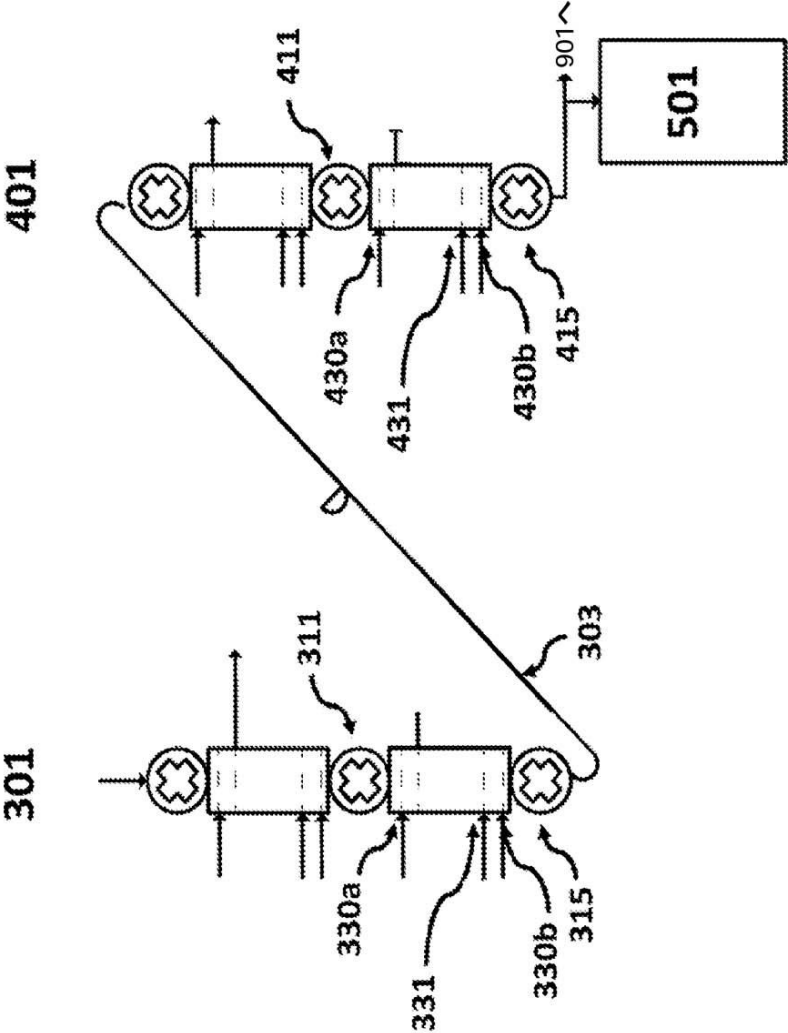
30

40

50

【図 1 2】

FIG. 12



10

20

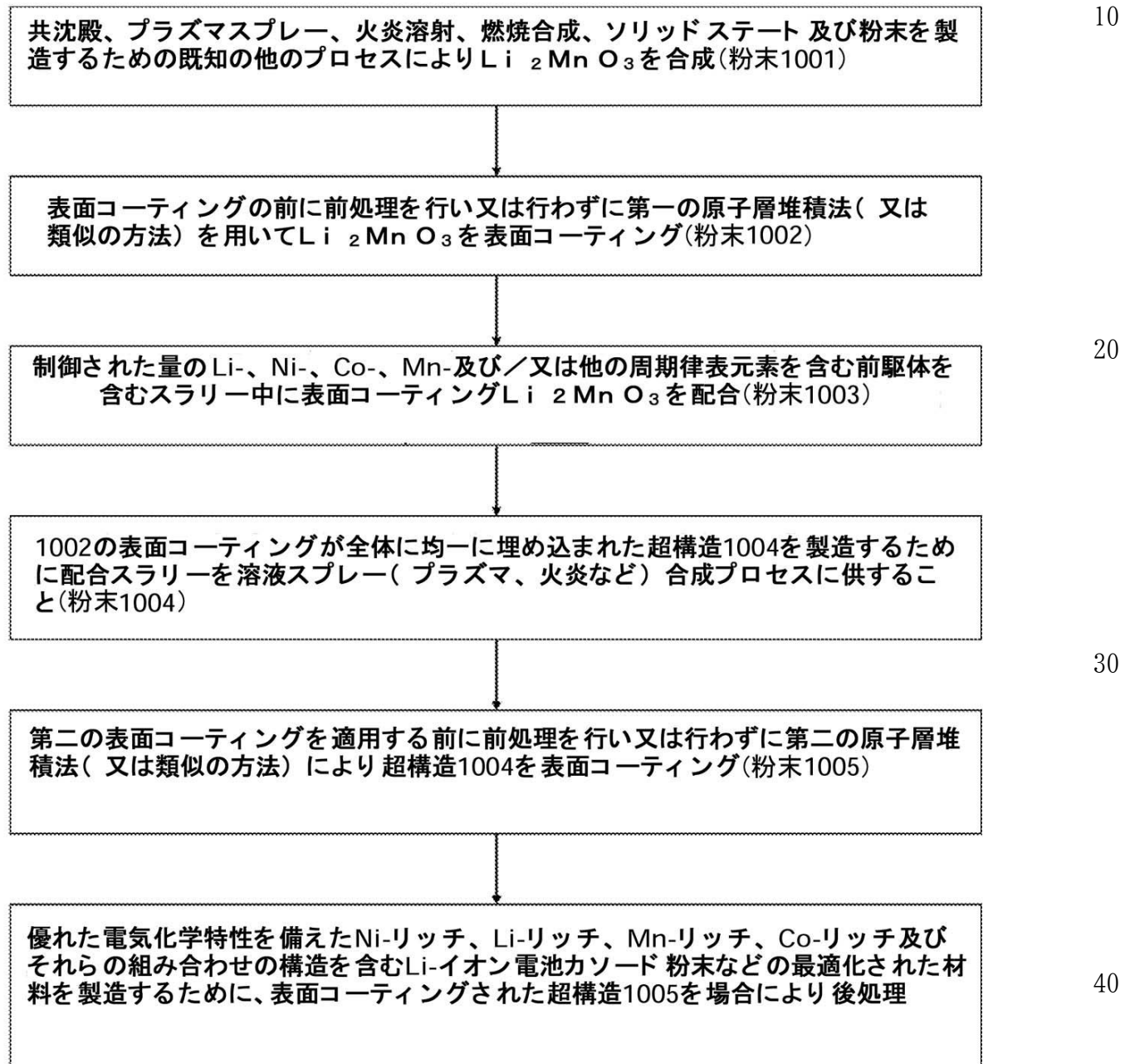
30

40

50

【図 13】

FIG. 13



【図 1 4】

FIG 14C

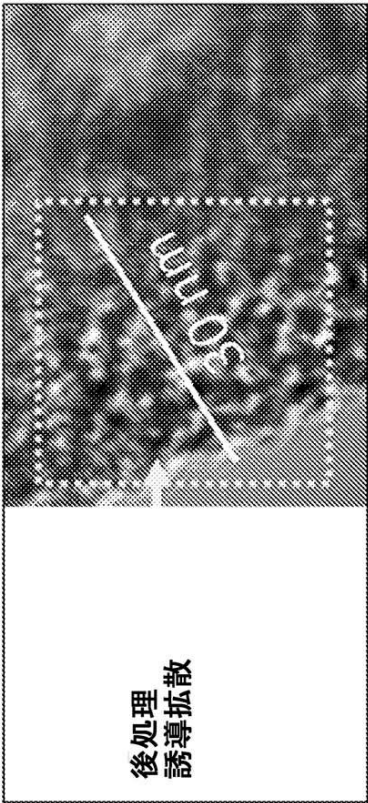


FIG 14B

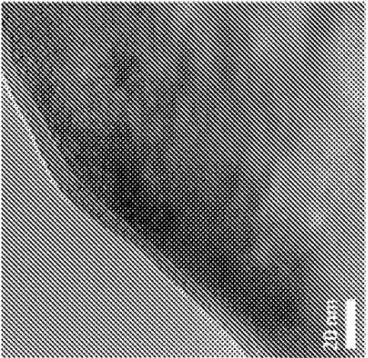
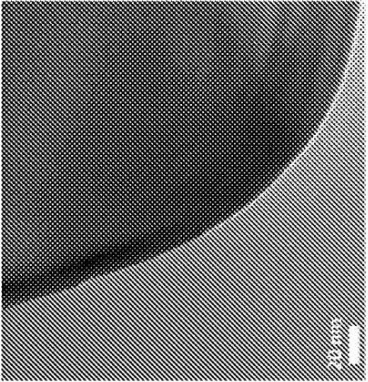


FIG 14A



10

20

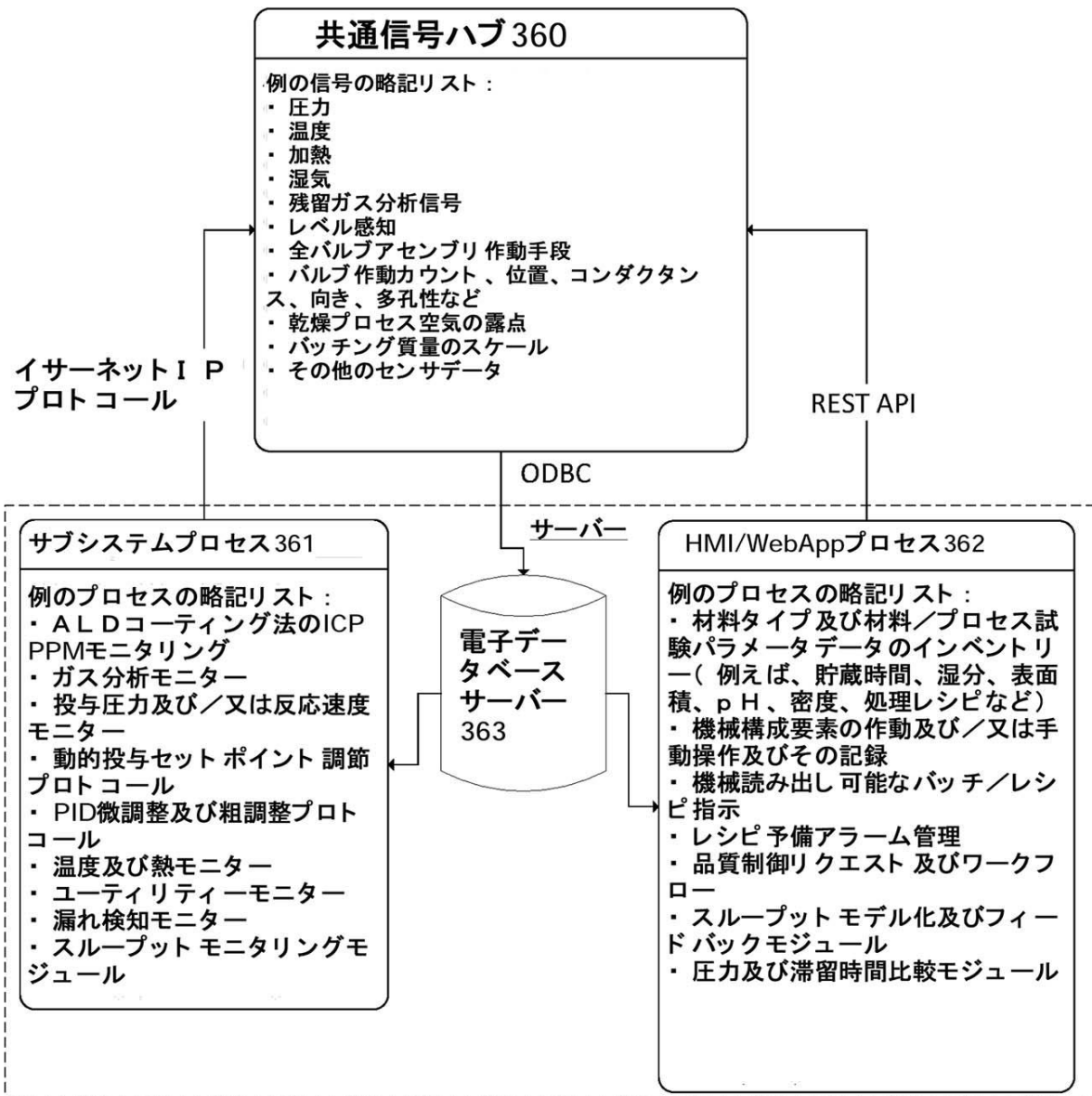
30

40

50

【図 15】

FIG. 15



10

20

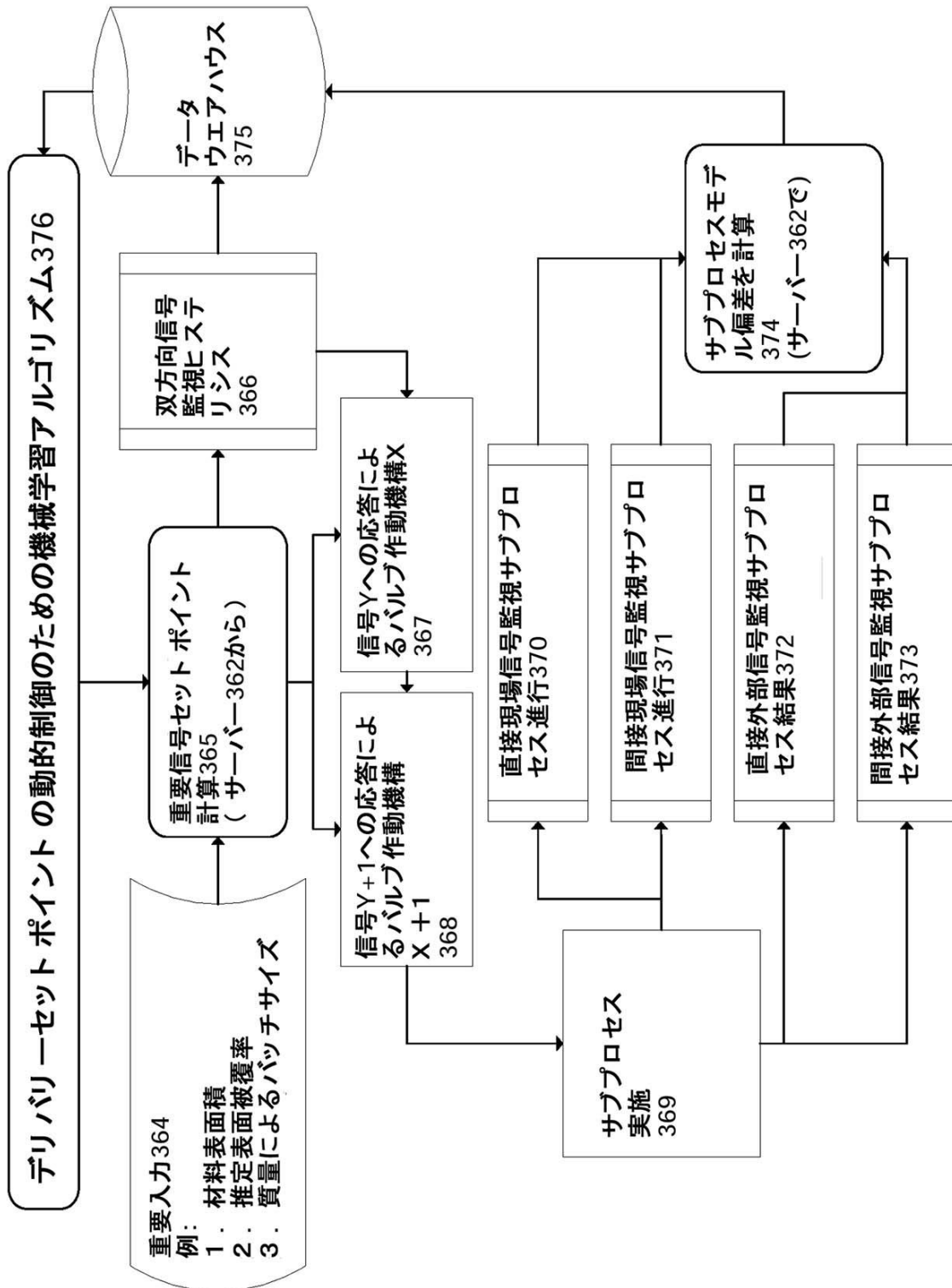
30

40

50

【図 16】

FIG. 16



10

20

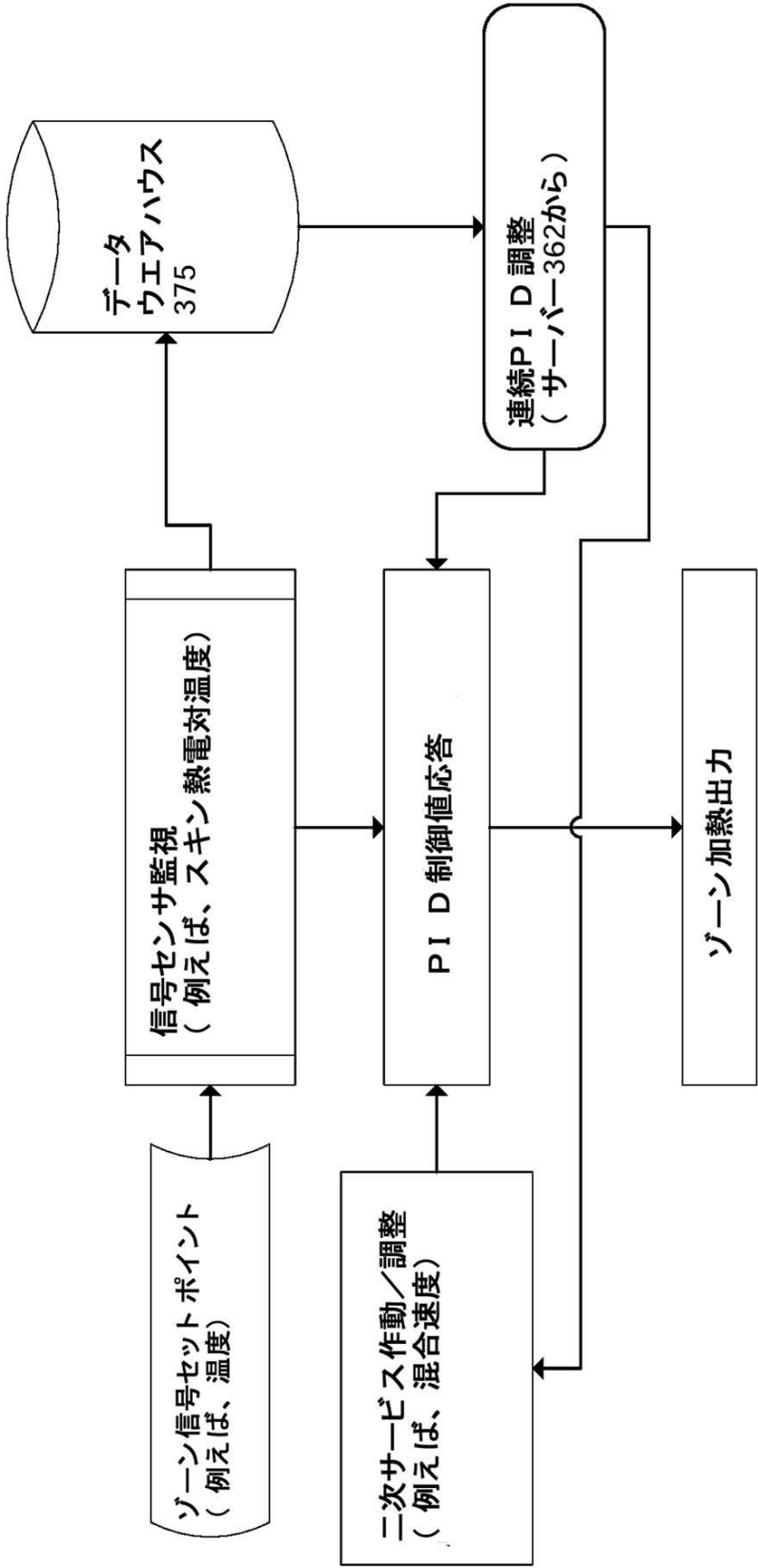
30

40

50

【図 1 7】

FIG. 17



【提出日】 令和4年8月22日(2022. 8. 22)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】 明細書

【補正対象項目名】 0 2 4 3

【補正方法】 変更

【補正の内容】

【0 2 4 3】

しかしながら、2つ以上の作動機構を備えたバルブ又はポンプアセンブリを有する本技術の装置（1つの作動機構を備えたバルブアセンブリと比較して資本コストを実質的に増加させない）に関して、' 2 4 3 号特許、' 6 2 7 号出願の各装置の欠点を克服した。本技術の装置で製造される材料は、製造速度、品質及びコストにおいて優れており、本技術の装置は、より高い稼働時間、より低いメンテナンスコスト及びより高い達成可能なスループットを有する。さらに、本技術の装置は、機械学習アルゴリズム 3 7 6 によって所望され及び/又は推奨されるように、半連続又は連続モードで操作するように構成されうる。さらに、' 6 2 7 号出願の装置で観察された製造速度及び品質の低下の危険にさらすことなくバッチ再循環方策をより均一に展開することができる。

以下に、本開示の態様の代表的な例を非限定的に示す。

（態様 1）

気体前駆体で複数の流動性物品の表面を処理するための装置であって、

a) 第一の固体相入口、第一の固体相出口、第一の気体相入口及び第一の気体相出口のそれぞれを少なくとも1つを有する第一のチャンバ、

b) 前記第一のチャンバの前記第一の固体相入口と流体連通する第一の固体相バルブ又はポンプアセンブリ、

c) 前記第一のチャンバの前記第一の気体相入口に隣接し、それと流体連通する第一の気体相バルブ又はポンプアセンブリ、

d) 共通信号ハブ、

e) 少なくとも1つの制御システム、

を含み、

少なくとも1つの第一の固体相入口及び少なくとも1つの第一の固体相出口は、信号ハブとの双方向制御信号通信を行うように構成された少なくとも2つの作動機構を有する固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリを含み、

少なくとも1つの第一の気体相入口及び少なくとも1つの第一の気体相出口は、信号ハブとの双方向制御信号通信を行うように構成された、少なくとも1つの作動機構を有する気体相バルブアセンブリ又は気体相ポンプアセンブリを含み、

前記第一のチャンバは2つ以上のセンサを含む第一のセンサネットワークをさらに含み、

前記第一のセンサネットワーク内の各センサは、信号ハブに1つ以上の信号を配信するように構成され、前記第一のセンサネットワークは、前記物品を取り囲む気体環境の温度、圧力及び/又は組成を監視するように構成され、

少なくとも1つの制御システムは、同時に、1つ以上の信号ハブとの間で複数の信号を送信及び複数の信号を受信するように構成され、材料流を調整するための制御可能なユニットを提供する、装置。

（態様 2）

前記第一のチャンバは、

a) 1つ以上の第一の固体相入口を通して、規定可能な比表面積を有する流動性物品を含む固体相を受け取り、

b) 1つ以上の第一の固体相出口を通して、規定可能な比表面積を有する処理済表面を有する流動性物品を含む固体相を分配し、

c) 1つ以上の第一の気体相入口を通して、規定可能なモル数又はモル流束を有する1つ以上の反応性又は非反応性ガス又は前駆体を含む気体相を受け取り、作成し及び/又は収容し、そして、

10

20

30

40

50

d) 1つ以上の第一の気体相出口を通して、規定可能なモル数又はモル流束を有する1つ以上の反応性又は非反応性ガス又は副生成物を含む気体相を分配するように構成されている、態様1記載の装置。

(態様3)

1つ以上の作動機構を有し、複数の流動性物品の材料流量を調整しながら気体環境の温度、圧力及び組成を制御するように構成された、少なくとも1つの輸送ユニットをさらに含み、

前記輸送ユニットの入口は、i) 少なくとも1つの第一の固体相出口バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリと流体連通し、ii) 信号ハブと双方向制御信号通信し、そして

1つ以上の輸送ユニット作動機構は、1つ以上の第一の固体相出口バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリ作動機構と同期作動するように構成されている、態様1記載の装置。

(態様4)

第二のチャンバをさらに含み、該第二のチャンバは、

a) 第二の固体相入口、第二の固体相出口、第二の気体相入口及び第二の気体相出口のそれぞれを少なくとも1つ、

b) 前記第二のチャンバの前記第二の固体相入口と流体連通する第二の固体相バルブ又はポンプアセンブリ、

c) 前記第二のチャンバの前記第二の気体相入口に隣接し、それと流体連通する第二の気体相バルブ又はポンプアセンブリ、及び、

d) 共通信号ハブ、

を含み、

少なくとも1つの第二の固体相入口及び少なくとも1つの第二の固体相出口は、信号ハブと双方向制御信号通信を行うように構成された、少なくとも2つの作動機構を有する固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリを含み、

少なくとも1つの第二の気体相入口及び少なくとも1つの第二の気体相出口は、信号ハブとの双方向制御信号通信を行うように構成された、少なくとも1つの作動機構を有する気体相バルブアセンブリ又は気体相ポンプアセンブリを含み、

前記第二のチャンバは、2つ以上のセンサを含む第二のセンサネットワークをさらに含み、前記第二のセンサネットワーク内の各センサは、信号ハブに1つ以上の信号を配信するように構成され、前記第二のセンサネットワークは、前記物品を取り囲む気体環境の温度、圧力及び/又は組成を監視するように構成され、そして

少なくとも1つの制御システムは、1つ以上の信号ハブと複数の信号を同時に送受信するように構成され、材料流を調整するための制御可能なユニットを提供する、

態様1記載の装置。

(態様5)

前記第二のチャンバは、

a) 1つ以上の第二の固体相入口を通して、規定可能な比表面積を有する流動性物品を含む固体相を受け取り、

b) 1つ以上の第二の固体相出口を通して、規定可能な比表面積を有する処理済表面を有する流動性物品を含む固体相を分配し、

c) 1つ以上の第二の気体相入口を通して、規定可能なモル数又はモル流体を有する1つ以上の反応性又は非反応性ガス又は前駆体を含む気体相を受け取り、作成し及び/又は収容し、そして、

d) 1つ以上の第二の気体相出口を通して、規定可能なモル数又はモル流束を有する1つ以上の反応性又は非反応性ガス又は副生成物を含む気体相を分配する、ように構成されている、態様4記載の装置。

(態様6)

1つ以上の作動機構を有し、複数の流動性物品の材料流量を調整しながら気体環境の温度

10

20

30

40

50

、圧力及び組成を制御するように構成された、少なくとも1つの輸送ユニットをさらに含み、

前記輸送ユニットの入口は、i) 少なくとも1つの第一の固体相出口バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリと流体連通し、ii) 信号ハブと双方向制御信号通信し、1つ以上の輸送ユニット作動機構は、1つ以上の第一の固体相出口バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリ作動機構と同期作動され、

前記輸送ユニットの出口は、i) 少なくとも1つの第二の固体相入口バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリと流体連通し、ii) 信号ハブと双方向制御信号通信し、1つ以上の輸送ユニット作動機構は1つ以上の第二の固体相入口バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリ作動機構と同期作動される、態様4記載の装置。

10

(態様7)

1つ以上の輸送ユニット作動機構は、1つ以上の第一の固体相出口バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリ作動機構、及び、1つ以上の第二の固体相入口バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリ作動機構と同期作動される、態様6記載の装置。

(態様8)

複数の制御システムと、前記複数の制御システムを同時に制御するように構成されたマスター制御システムとをさらに含む、態様1記載の装置。

(態様9)

複数の信号ハブと、前記複数の信号ハブへの信号及び該信号ハブからの信号を集約するように構成された共通信号ハブとをさらに含む、態様1記載の装置。

20

(態様10)

バルブアセンブリ又はポンプアセンブリの各作動機構は、

i) 瞬時の開放、

ii) 瞬時の閉止、

iii) プログラム可能な時定数にわたる制御された開放、

iv) プログラム可能な時定数にわたる制御された閉止、

v) アセンブリを通るコンダクタンスを減らすためのサブコンポーネントの拡張、

vi) アセンブリを通るコンダクタンスを増やすためのサブコンポーネントの収縮、

vii) サブコンポーネントの凹又は凸の撓み、

viii) 固体材料流の方向と同一直線上でのサブコンポーネントの回転、

ix) 固体材料流の方向に接線方向でのサブコンポーネントの回転、

x) 完全に開いた位置よりも小さい位置へのコンダクタンスの瞬時の増加、

xi) 完全に閉じた位置よりも大きい位置へのコンダクタンスの瞬時の低下、

xii) ピストン又はピストン様サブコンポーネントの作動、

xiii) 一次相ユニット体積の通気、収縮又は拡張を促進するために二次相を送達する作動、及び、

xiv) 1つ以上のプログラム可能な時定数にわたる正弦波、ディラック関数、三角波又は矩形波の電氣的印加によって開始される作動機構、

を含む、態様1記載の装置。

30

(態様11)

いずれかの1つ以上の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリの少なくとも1つの作動機構は、いずれか1つ以上の気体バルブ又はポンプアセンブリのいずれか1つ以上の作動機構と同期して開始されるように構成されている、態様1記載の装置。

(態様12)

前記第一のチャンバのいずれか1つ以上の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリの少なくとも1つの作動機構は、前記第一のチャンバのいずれか1つ以上の気体相バルブアセンブリ又は気体相ポンプアセンブリのいずれか1つ以上の作動機構と同期して開始されるように構成可能であり、

前記第二のチャンバのいずれか1つ以上の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリの少なくとも1つの作動機構は、前記第二のチャンバのいずれか1つ以上の気体相

40

50

バルブ又はポンプアセンブリのいずれか1つ以上の作動機構と同期して開始されるように構成可能であり、

前記第二のチャンバのいずれか1つ以上の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリの少なくとも1つの作動機構は、前記第一のチャンバのいずれか1つ以上の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリのいずれか1つ以上の作動機構と同期して開始されるように構成可能である、

、態様4記載の装置。

(態様13)

前記少なくとも1つの制御システムは機械学習を行うように構成されている、態様1記載の装置。

(態様14)

複数の流動性物品に対して第一の表面処理プロセスを実施するための方法であって、

a) 提供され、推定され、測定され又は知られている比表面積を有する複数の流動性物品を第一のチャンバに提供し、少なくとも1つの制御システムに前記比表面積を入力すること、

b) 表面処理システムの制御システムに、処理される流動性物品の量、質量又は単位体積の公称目標値を入力し、それによって第一の総表面積目標を規定すること、

c) 前記複数の流動性物品の表面を処理するための反応性前駆体を提供し、経験的又は推定されたプロセス条件を使用して前記第一の総表面積目標の全体を飽和、反応又は処理するのに要求される反応性前駆体の提供され、推定され、測定され又は知られているモル数を前記制御システムに入力し、完全飽和量を規定すること、及び、

d) 目標飽和比を選択して、バッチ、半バッチ、半連続又は連続表面処理プロセスのプロセスレシピを取得すること、ここで、前記プロセスレシピは、前記目標飽和比に関連する少なくとも1つの目標圧力レベルを含む、

を含む、方法。

(態様15)

e) 2つ以上の作動機構を有する1つ以上の第一の固体相入口を通して、目標の量、質量又は単位体積の流動性物品及び気体相環境を第一のチャンバに投与すること、ここで、第一の作動機構は、主に気体相を含む気固組成物の輸送を行い、そして第二の作動機構は、主に固体相を含む気固組成物の輸送を行う、及び、

f) 続いて、1つ以上の作動機構を有する1つ以上の第一の気体相入口を通して、目標のモル数の1つ以上の反応性又は非反応性ガス又は前駆体を含む気体相を前記第一のチャンバに投与すること、ここで、第一の作動機構は、前記固体相が前記第一のチャンバから出てくるのを防止しながら、表面処理反応を行うのに適した条件下で前記気体相の輸送を行う、

をさらに含む、態様14記載の方法。

(態様16)

g) 1つ以上の作動機構を有する1つ以上の第一の気体相入口を通して、目標モル数の1つ以上の反応性又は非反応性ガス又は前駆体を含む気体相を第一のチャンバに投与すること、ここで、第一の作動機構は表面処理反応を行うのに適した条件下で前記気体相の輸送を行う、及び、

h) 続いて、2つ以上の作動機構を有する1つ以上の第一の固体相入口を通して、目標の量、質量又は単位体積の流動性物品及び気体相環境を前記第一のチャンバに投与すること、ここで、第一の作動機構は、主に又は完全に気体相を含む気固組成物の輸送を行い、第二の作動機構は、主に固体相を含む気固組成物の輸送を行う、

をさらに含む、態様14記載の方法。

(態様17)

i) 2つ以上の作動機構を有する1つ以上の第一の固体相入口を通して、目標の量、質量又は単位体積の流動性物品及び気体相環境を第一のチャンバに投与すること、ここで、第一の作動機構は、主に気体相を含む気固組成物の輸送を行い、第二の作動機構は主に固体

10

20

30

40

50

相を含む気固組成物の輸送を行う、及び、

j) 1つ以上の作動機構を有する1つ以上の第一の気体相入口を通して、目標モル数の1つ以上の反応性又は非反応性ガス又は前駆体を含む気体相を前記第一のチャンバに同期的に投与すること、ここで、第一の作動機構は、固体相が前記第一のチャンバから出るのを防止しながら、表面処理反応を行うのに適した条件下で前記気体相の輸送を行う、をさらに含む、態様14記載の方法。

(態様18)

k) 1つ以上の圧力測定センサからの信号を監視し、目標圧力レベルが達成されるまで気体相と固体相の滞留時間、許容混合時間及び/又は相互拡散速度を増加させるユニットを組み込むこと、

l) 1つ以上の出口を通して、輸送ユニットに、各相に起因する主な作動機構に関連して、気体及び固体材料を同期的、非同期的、順次に及び/又は周期的に排出すること、

m) 表面処理装填、処理後の比表面積、又は、処理後の粒子サイズ又はサイズ分布の1つ以上について処理済固体材料を特性化し、これらを制御システムに入力して機械学習を組み込むこと、

の1つ以上をさらに含む、態様15、16又は17記載の方法。

(態様19)

n) 1つ以上の出口を通して、輸送ユニットに、各相に起因する主な作動機構に関連して、気体及び固体材料を同期的、非同期的、順次に及び/又は周期的に排出すること、及び

o) 2つ以上の作動機構を有する1つ以上の第二の固体相入口を通して、目標の量、質量又は単位体積の流動性物品及び気体相環境を第二のチャンバに投与することにより第二の表面処理プロセスを開始すること、ここで、第一の作動機構は、主に気体相を含む気固組成物の輸送を行い、第二の作動機構は、主に固体相を含む気固組成物の輸送を行い、ここで、前記第二の反応器チャンバの前記第二の表面処理プロセスは、前記第一の表面処理プロセスに使用されたものとは異なる反応性前駆体、異なる操作圧力、異なる操作温度、異なる滞留時間又は異なる他のプロセスパラメータの1つ以上を利用する、をさらに含む、態様15、16又は17記載の方法。

(態様20)

前記第一の表面処理プロセスは、原子層堆積法、分子層堆積法、化学的気相堆積法、物理的気相堆積法、分子層化法、原子層化学的気相堆積法、エピタキシャル堆積法、化学グラフト化法、原子層エッチング法、原子層腐食法、原子層燃焼法又はそれらの組み合わせの1つ以上を含む、態様15、16又は17記載の方法。

(態様21)

火炎溶射法、燃焼溶射法、プラズマ溶射法、噴霧乾燥法又はそれらの組み合わせのうちの1つ以上を実施するように構成されたサブシステムをさらに含む、態様15、16又は17記載の方法。

(態様22)

i) 処理圧力、ii) 処理温度、iii) 気体相組成又は流量、iv) 液体相組成又は流量、v) 溶質又は溶媒組成又は流量、及び、vi) 固体相組成又は流量のうちの1つ以上の公称値及び変化率を制御するように構成されたサブシステムをさらに含む、態様15、16又は17記載の方法。

(態様23)

物品を合成又は受け取るためのサブシステム、物品の表面を処理するためのサブシステム、及び物品の表面にコーティングを適用するためのサブシステムを含む、態様15、16又は17記載の方法。

(態様24)

複数の複合物品を同期的に処理するのに適した、態様15、16又は17記載の方法であって、前記流動性物品は1つ以上の個別の粒子、粉末、押出物、顆粒、流動性物体、又は、サイズが125ミリメートル未満の最大寸法を有する物体を含み、前記複合材物品の少

10

20

30

40

50

なくとも75%の表面はシステムを出るときにコーティング又は処理されている、方法。

(態様25)

電池、燃料電池、触媒、コンデンサ、医薬品成分、受動電子部品、太陽電池、3Dプリンタ、半導体デバイス、集積回路、光電子デバイス、熱電デバイス、熱電子デバイス、電気化学デバイス、生物医学デバイス又は電気機械デバイスでの使用に適した材料を製造するように構成された、態様15、16又は17記載の方法。

(態様26)

リン、硫黄、窒素、炭素、フッ素、塩素、臭素又はヨウ素を含む前駆体を利用するように構成されている、態様15、16又は17記載の方法。

(態様27)

前駆体は、ホスフィド、ホスフェート、スルフィド、スルフェート、ニトレート、フッ化物、塩化物、臭化物又はヨウ化物を含む、態様26記載の方法。

(態様28)

共通前駆体送達サブシステム、前駆体送達増強サブシステム又は排出物処理又はリサイクルサブシステムのうちの1つ以上をさらに含む、態様15、16又は17記載の方法。

(態様29)

機械学習アルゴリズムは、モデル化されたデータ又は経験的データからのサブプロセス偏差を、直接現場信号、間接現場信号、直接外部信号又は間接外部信号のうちの1つ以上に由来する情報を用いて計算する、態様15、16又は17記載の方法。

(態様30)

a) 第一の固体相入口、第一の固体相出口、第一の気体相入口及び第一の気体相出口のそれぞれを少なくとも1つ有する第一のチャンバ、

b) 第二の固体相入口、第二の固体相出口、第二の気体相入口及び第二の気体相出口のそれぞれを少なくとも1つ有する第二のチャンバ、

c) 前記第一のチャンバの前記第一の固体相入口と流体連通する第一の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリであって、少なくとも2つの作動機構を有する第一の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリ、

d) 前記第一のチャンバの前記第一の気体相入口に隣接し、それと流体連通する第一の気体相バルブアセンブリ又は気体相ポンプアセンブリであって、少なくとも1つの作動機構を有する第一の気体相バルブアセンブリ又は気体相ポンプアセンブリ、

e) 前記第二のチャンバの前記第二の固体相入口と流体連通する第二の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリであって、少なくとも2つの作動機構を有する第二の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリ、

f) 前記第一のチャンバの前記第二の気体相入口に隣接し、それに流体連通する第二の気体相バルブアセンブリ又は気体相ポンプアセンブリであって、少なくとも1つの作動機構を有する第二の気体相バルブアセンブリ又は気体相ポンプアセンブリ、及び、

g) 共通信号ハブ、

を含む、物品を処理するための原子層堆積装置。

(態様31)

各作動機構は、共通信号ハブと双方向信号通信を行うように構成され、そして、

i) 瞬時の開放、

i i) 瞬時の閉止、

i i i) プログラム可能な時定数にわたる制御された開放、

i v) プログラム可能な時定数にわたる制御された閉止、

v) アセンブリを通るコンダクタンスを減らすためのサブコンポーネントの拡張、

v i) アセンブリを通るコンダクタンスを増やすためのサブコンポーネントの収縮、

v i i) サブコンポーネントの凹又は凸の撓み、

v i i i) 固体材料流の方向と同一直線上でのサブコンポーネントの回転、

i x) 固体材料流の方向に接線方向でのサブコンポーネントの回転、

x) 完全に開いた位置よりも小さい位置へのコンダクタンスの瞬時の増加、

10

20

30

40

50

x i) 完全に閉じた位置よりも大きい位置へのコンダクタンスの瞬時の低下、
x i i) ピストン又はピストン様サブコンポーネントの作動、
x i i i) 一次相ユニット体積の通気、収縮又は拡張を促進するために二次相を送達する
作動、又は、
x i v) 1つ以上のプログラム可能な時定数にわたる正弦波、ディラック関数、三角波又
は矩形波の電氣的印加によって開始される作動機構、
を含む、態様30記載の装置。

(態様32)

前記第一のチャンバ及び前記第二のチャンバはそれぞれ、

a) 各固体相入口を通して、規定可能な比表面積を有する前記物品を含む固体相を受け取
り、
b) 各固体相出口を通して、規定可能な比表面積を有する処理済表面を有する前記物品を
含む固体相を分配し、
c) 各気体相入口を通して、規定可能なモル数又はモル流束を有する1つ以上の反応性又
は非反応性ガス又は前駆体を含む気体相を受け取り、作成し及び/又は収容し、そして
d) 各気体相出口を通して、規定可能なモル数又はモル流束を有する1つ以上の反応性又
は非反応性ガス又は副生成物を含む気体相を分配する、
ように構成されている、態様30記載の装置。

(態様33)

前記第一のチャンバは、2つ以上のセンサを含む第一のセンサネットワークをさらに含み
、前記第一のセンサネットワーク内の各センサは、前記共通信号ハブに1つ以上の信号を
配信するように構成され、前記第一のセンサネットワークは前記物品を取り囲む気体環境
の温度、圧力及び/又は組成を監視するように構成されている、態様30記載の装置。

(態様34)

同時に、共通信号ハブに複数の信号を送信し、そこから複数の信号を受信するように構成
された少なくとも1つの制御システムをさらに含み、前記制御システムは、装置全体を通
した材料流を調整するための制御可能なユニットを提供するように構成されている、態様
30記載の装置。

(態様35)

下記a)及びb)と流体連通する第三の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセン
ブリをさらに含み、

a) 前記第二のチャンバの第二の固体相出口、ここで前記第三の固体相バルブアセンブリ
又は固体相ポンプアセンブリは少なくとも2つの作動機構を有する、及び、
b) 1つ以上の作動機構を有し、前記物品の材料流量を調整しながら、気体環境の温度、
圧力及び組成を制御するように構成された、第一の輸送ユニット、
前記第一の輸送ユニットは、信号ハブと双方向制御信号通信し、前記第一の輸送ユニット
の1つ以上の作動機構は、前記第三の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセン
ブリ作動機構と同期作動するように構成されている、態様30記載の装置。

(態様36)

前記第一の輸送ユニットの出口は、少なくとも2つの作動機構を有する第四の固体相バル
ブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリと流体連通し、前記第一の輸送ユニットの1つ
以上の作動機構は、前記第四の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリ作動
機構と同期作動するように構成されている、態様35記載の装置。

(態様37)

前記第三の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリの作動機構と同期作動す
るように構成された前記第一の輸送ユニットの作動機構と、前記第四の固体相バルブアセ
ンブリ又は固体相ポンプアセンブリの作動機構と同期作動するように構成された前記第一
の輸送ユニットの作動機構とは、同じである、態様35記載の装置。

(態様38)

前記第三の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリの作動機構と同期作動す

10

20

30

40

50

るように構成された前記第一の輸送ユニットの作動機構と、前記第四の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリの作動機構と同期作動するように構成された前記第一の輸送ユニットの作動機構とは、異なる、態様 3 5 記載の装置。

(態様 3 9)

前記第三の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリと流体連通し、そして前記第一の輸送ユニットと並列である第二の輸送ユニットをさらに含み、前記第二の輸送ユニットは、1つ以上の作動機構を有し、前記物品の材料流量を調整しながら気体環境の温度、圧力及び組成を制御するように構成され、そして

前記第二の輸送ユニットは、信号ハブと双方向制御信号通信し、前記第二の輸送ユニットの1つ以上の作動機構は、前記第三の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリ作動機構と同期作動するように構成されている、態様 3 5 記載の装置。

(態様 4 0)

各輸送ユニットを通して流れる比表面積が規定されるように、各輸送ユニットに対する処理済表面を有する前記物品を含む固体相の流量を調整するようにさらに構成されている、態様 3 9 記載の装置。

(態様 4 1)

a) 前記第一のチャンバの前記第一の気体相出口、及び、

b) 第一の排出物戻りマニホールド、

に隣接し、それらと流体連通し、それらの間に介在する第三の気体相バルブアセンブリ又は気体相ポンプアセンブリをさらに含み、

前記第三の気体相バルブアセンブリ又は気体相ポンプアセンブリは、前記共通信号ハブと双方向信号通信する少なくとも1つの作動機構を有し、前記第一のチャンバ内の気体環境の圧力を制御するように構成されている、態様 3 3 記載の装置。

(態様 4 2)

a) 前記第二のチャンバの前記第二の気体相出口、及び、

b) 第二の排出物戻りマニホールド、

に隣接し、それらと流体連通し、それらの間に介在する第四の気体相バルブアセンブリ又は気体相ポンプアセンブリをさらに含み、

前記第四の気体相バルブアセンブリ又は気体相ポンプアセンブリは、前記共通信号ハブと双方向信号通信する少なくとも1つの作動機構を有し、前記第二のチャンバ内の気体環境の圧力を制御するように構成され、

第四の気体相バルブアセンブリ又は気体相ポンプアセンブリの少なくとも1つの作動機構は、前記第三の気体相バルブアセンブリ又は気体相ポンプアセンブリの少なくとも1つの作動機構と同期作動するように構成されている、態様 4 1 記載の装置。

(態様 4 3)

1つ以上の作動機構を有し、前記第一の気体相バルブアセンブリ又は気体相ポンプアセンブリと流体連通する、第一の前駆体送達システムをさらに含み、前記前駆体送達システムは、

i) 外部加熱機構を有する蒸発器ユニット、

i i) 外部冷却機構を有する蒸発器ユニット、

i i i) 内部加熱機構を有する蒸発器ユニット、

i v) 内部冷却機構を有する蒸発器ユニット、

v) 前記第一のチャンバで実施される特定の物品及びプロセスに構成可能な前駆体体積コントローラ、

v i) 液体前駆体注入ポンプシステム、

v i i) 固体前駆体計量システム、

v i i i) 前記第一のチャンバへの送達が意図された前駆体のモル数に合わせたサイズの1つ以上の第一の毛細管ノズル、

i x) 規定可能な全内部表面積をそれぞれ有する1つ以上の第一の膨張タンク、ここで、すべての前記第一の膨張タンクにおける全表面積の組み合わせは、前記第一のチャンバで

10

20

30

40

50

飽和される物品の全活性表面積より大きい、及び、
x) 急速熱処理システムを有する第一の蒸発器ユニット、
を含む、態様 33 記載の装置。

(態様 44)

1つ以上の作動機構を有し、前記第二の気体相バルブアセンブリ又は気体相ポンプアセンブリと流体連通する第二の前駆体送達システムをさらに含み、前記前駆体送達システムは、
i) 外部加熱機構を有する第二の蒸発器ユニット、ii) 外部冷却機構を有する第二の蒸発器ユニット、iii) 内部加熱機構を有する第二の蒸発器ユニット、iv) 内部冷却機構を有する第二の蒸発器ユニット、v) 前記第二のチャンバで実施される特定の物品及びプロセスに構成可能な第二の前駆体体積コントローラ、vi) 第二の液体前駆体注入ポンプシステム、vii) 第二の固体前駆体計量システム、viii) 前記第二のチャンバへの送達が意図された前駆体のモル数に合わせたサイズの1つ以上の第二の毛細管ノズル、ix) 規定可能な全内部表面積をそれぞれ有する1つ以上の第二の膨張タンク、ここで、すべての前記第二の膨張タンクにおける全表面積の組み合わせは、前記第二のチャンバで飽和される物品の全活性表面積より大きい、x) 急速熱処理システムを有する第二の蒸発器ユニットを含み、

10

第一の前駆体送達システムの少なくとも1つの作動機構は、前記第二の前駆体送達システムの少なくとも1つの作動機構と同期作動される、態様 43 記載の装置。

(態様 45)

バッチ、半バッチ、半連続及び連続の原子層堆積プロセス又はサブプロセスのうちの1つ以上を実施するように構成されている、態様 30 記載の装置。

20

(態様 46)

前記第二のチャンバは前記第一のチャンバの下にある、態様 30 記載の装置。

(態様 47)

前記第四の固体バルブアセンブリ又はポンプアセンブリの少なくとも一部は、前記第一の固体バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリの少なくとも一部と同一の水平面に配置されている、態様 36 記載の装置。

(態様 48)

前記第四の固体バルブアセンブリ又はポンプアセンブリの作動機構は、前記第一の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリの作動機構と同期作動するように構成されている、態様 47 記載の装置。

30

(態様 49)

前記第一の輸送ユニットの出口は、少なくとも2つの作動機構を有する前記第一の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリと流体連通し、前記第一の輸送ユニットの1つ以上の作動機構は前記第一の固体相バルブアセンブリ又は固体相ポンプアセンブリ作動機構と同期作動するように構成されている、態様 35 記載の装置。

(態様 50)

前記物品は、粒子、粉末及び多孔性支持体からなる群より選ばれる、態様 30 記載の装置

。

(態様 51)

前記装置は、約 0.1 トルの最小圧力で操作するように構成されている、態様 30 記載の装置。

40

(態様 52)

前記装置は、最大約 1,500 トルの圧力降下に対応するように構成されている、態様 30 記載の装置。

【手続補正 2】

【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】

50

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

表面処理システムの第一のチャンバに、第一のチャンバの第一の固体相入口に流体接続された第一のバルブアセンブリを介して、目標の量、質量又は単位体積の、規定可能な比表面積を有する複数の流動性物品、及び気体相環境を提供すること、ここに、第一のバルブアセンブリは、少なくとも 2 つの作動機構、すなわち、
第一のバルブアセンブリの第一のサブコンポーネントを、第一のサブコンポーネントの(i)回転又は(ii)膨張／収縮の一方によって、操作して、気体相環境を輸送させるように構成された第一の作動機構、及び
第一のバルブアセンブリの第二のサブコンポーネントを、第二のサブコンポーネントの(i)回転又は(ii)膨張／収縮の他方によって、操作して、複数の流動性物品を輸送させるように構成された第二の作動機構を含み、
表面処理システムの少なくとも 1 つの制御システムに前記比表面積を入力すること、
処理される複数の流動性物品の量、質量又は単位体積の公称目標値を、制御システムに入力し、それによって第一の総表面積目標を規定すること、
複数の流動性物品の表面を処理するための反応性前駆体を提供し、経験的又は推定されたプロセス条件を使用して第一の総表面積目標の全体を飽和、反応又は処理するために必要な特定モル数の反応性前駆体を制御システムに入力し、それによって完全飽和量を規定すること、及び、
目標飽和比を選択して、バッチ、半バッチ、半連続又は連続の表面処理プロセスのプロセスレシピを取得すること、ここで、前記プロセスレシピは、前記目標飽和比に関連する少なくとも 1 つの目標圧力レベルを含む、
を含む、方法。

10

20

【請求項 2】

気体相環境は、主として気体相であるが気体／固体組成物を含み、
複数の流動性物品は、主として固体相であるが気体／固体組成物を含む、
請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

続いて、1 つ以上の第一の気体相作動機構を有する第一のチャンバの 1 つ以上の第一の気体相入口を通して、目標のモル数の 1 つ以上の反応性又は非反応性ガス又は前駆体を含む気体相を、前記第一のチャンバに投与すること、ここで、第一の気体相作動機構は、固体相が前記第一のチャンバから出てくるのを防止しながら、表面処理反応を行うのに適した条件下で、前記気体相の輸送を行うこと、
をさらに含む、請求項 2 記載の方法。

30

【請求項 4】

第一のチャンバに複数の流動性物品を提供する前に、1 つ以上の気体相作動機構を有する 1 つ以上の第一の気体相入口を通して、目標モル数の 1 つ以上の反応性又は非反応性ガス又は前駆体を含む気体相を、第一のチャンバに投与すること、ここで、第一の気体相作動機構は、表面処理反応を行うのに適した条件下で、前記気体相の輸送を行うこと、
をさらに含む、請求項 2 記載の方法。

40

【請求項 5】

第一のチャンバに複数の流動性物品を提供するのと同期して、1 つ以上の気体相作動機構を有する 1 つ以上の第一の気体相入口を通して、目標モル数の 1 つ以上の反応性又は非反応性ガス又は前駆体を含む気体相を、第一のチャンバに投与すること、ここで、第一の気体相作動機構は、固体相が前記第一のチャンバから出るのを防止しながら、表面処理反応を行うのに適した条件下で、前記気体相の輸送を行うこと、
をさらに含む、請求項 2 記載の方法。

【請求項 6】

1 つ以上の圧力測定センサからの信号を監視すること、そして
目標圧力レベルが達成されるまで、複数の流動性物品の固体相と気体相の滞留時間、許容

50

混合時間及び/又は相互拡散速度を増加させるユニットを組み込むこと、
をさらに含む、請求項 3、4 又 5 記載の方法。

【請求項 7】

気体相及び固体相を同期的、非同期的、順次に及び/又は周期的に排出すること、及び、
前記固体相を、第一チャンバの第一の固体相出口及び輸送ユニットの入口に流体的に接続
された第二のバルブアセンブリを介して、第一チャンバの第一の固体相出口を通して、輸
送ユニットに輸送すること、ここに、第二のバルブアセンブリは、
第二のバルブアセンブリの第一のサブコンポーネントを、第一のサブコンポーネントの(i)
回転又は(ii)膨張/収縮の一方によって、操作して、複数の流動性物品の第一の相を輸
送させるように構成された第一の作動機構、及び
第二のバルブアセンブリの第二のサブコンポーネントを、第二のサブコンポーネントの(i)
回転又は(ii)膨張/収縮の他方によって、操作して、複数の流動性物品の第二の相を輸
送させるように構成された第二の作動機構を含む、
をさらに含む、請求項 6 記載の方法。

10

【請求項 8】

表面処理装填、処理後の比表面積、又は、処理後の粒子サイズ又はサイズ分布、の 1 つ以
上について処理済固体相を特性化すること、及び
表面処理装填、処理後の比表面積、及び/又は粒子サイズ又はサイズ分布を、制御システ
ムに入力して、機械学習を組み込むこと、
をさらに含む、請求項 7 記載の方法。

20

【請求項 9】

前記固体相を、第二チャンバの第二の固体相入口及び輸送ユニットの出口に流体的に接続
された第三のバルブアセンブリを介して、輸送ユニットの出口を通して、第二チャンバに
輸送すること、ここに、第三のバルブアセンブリは、
第三のバルブアセンブリの第一のサブコンポーネントを、第一のサブコンポーネントの(i)
回転又は(ii)膨張/収縮の一方によって、操作して、複数の流動性物品の第一の相を輸
送させるように構成された第一の作動機構、及び
第三のバルブアセンブリの第二のサブコンポーネントを、第二のサブコンポーネントの(i)
回転又は(ii)膨張/収縮の他方によって、操作して、複数の流動性物品の第二の相を輸
送させるように構成された第二の作動機構を含む、
をさらに含む、請求項 7 又は 8 記載の方法。

30

【請求項 10】

目標の量、質量又は単位体積の複数の流動性物品及び気体相環境を第二のチャンバに投与
することにより第二の表面処理プロセスを開始すること、
ここで、前記第二の反応器チャンバの前記第二の表面処理プロセスは、前記第一の表面処
理プロセスに使用されたものとは、異なる反応性前駆体、異なる操作圧力、異なる操作温
度、異なる滞留時間又は異なる他のプロセスパラメータの 1 つ以上を利用する、
をさらに含む、請求項 9 記載の方法。

【請求項 11】

前記第一の表面処理プロセスは、原子層堆積法、分子層堆積法、化学的気相堆積法、物理
的気相堆積法、分子層化法、原子層化学的気相堆積法、エピタキシャル堆積法、化学グラ
フト化法、原子層エッチング法、原子層腐食法、原子層燃焼法又はそれらの組み合わせの
1 つ以上を含む、請求項 1～5、8 又は 10 記載の方法。

40

【請求項 12】

表面処理システムは、火炎溶射法、燃焼溶射法、プラズマ溶射法、噴霧乾燥法又はそれら
の組み合わせのうちの 1 つ以上を実施するように構成されたサブシステムをさらに含む、
請求項 1～5、8 又は 10 記載の方法。

【請求項 13】

表面処理システムは、i) 処理圧力、ii) 処理温度、iii) 気体相組成又は流量、iv)
液体相組成又は流量、v) 溶質又は溶媒組成又は流量、及び、vi) 固体相組成又は

50

流量のうちの1つ以上の公称値及び変化率を制御するように構成されたサブシステムをさらに含む、請求項1～5、8又は10記載の方法。

【請求項14】

複数の流動性物品は、1つ以上の個別の粒子、粉末、押出物、顆粒、流動性物体、又は、サイズが125ミリメートル未満の最大寸法を有する物体を含み、複合材物品の少なくとも75%の表面はシステムを出るときにコーティング又は処理されている、請求項1～5、8又は10記載の方法。

【請求項15】

反応性前駆体は、リン、硫黄、窒素、炭素、フッ素、塩素、臭素又はヨウ素を含む、請求項1～5、8又は10記載の方法。

10

20

30

40

50

フロントページの続き

- (74)代理人 100087413
弁理士 古賀 哲次
- (72)発明者 デイビッド キング
アメリカ合衆国, マサチューセッツ 01776, サドベリー, ケンドール ロード 21
- (72)発明者 アレレイン ダメロン
アメリカ合衆国, コロラド 80305, ボールダー, ウェスト ムアヘッド サークル 4780
- (72)発明者 ジェイムズ トレビー
アメリカ合衆国, コロラド 80026, ラファイエット, ホワイトテイル サークル 309
- (72)発明者 ポール リッチー
アメリカ合衆国, コロラド 80027, ルイスビル, グラント アベニュー 1324
- (72)発明者 アンドリュー アルゴ
アメリカ合衆国, コロラド 80021, ウェストミンスター, ドーバー ストリート 322210255
- (72)発明者 カイル ブルゴワ
アメリカ合衆国, コロラド 80023, アーバダ, ウェスト セブンティナインス アベニュー 6626
- (72)発明者 ジェイムズ ラゴネシ
アメリカ合衆国, コロラド 80212, デンバー, スチュアート ストリート 4805
- (72)発明者 カイル インガム
アメリカ合衆国, コロラド 80210, デンバー, サウス フンボルト ストリート 1914
- (72)発明者 デイビッド ジャクソン
アメリカ合衆国, コロラド 80021, ブルームフィールド, サミット ブールバード 200#236
- (72)発明者 ライオン トレイシー
アメリカ合衆国, コロラド 80020, ウェストミンスター, ジェイ ストリート 11430
- (72)発明者 ギー ゲン
アメリカ合衆国, コロラド 80212, パーカー, グリーンストーン サークル 15481
- (72)発明者 アダム ライアン
アメリカ合衆国, コロラド 80226, レイクウッド, ウェスト エルスワース アベニュー 7331
- (72)発明者 ジョセ ビラゴメス
アメリカ合衆国, コロラド 80516, エリー, ドッグウッド ドライブ 2201
- (72)発明者 ガレット カリー
アメリカ合衆国, コロラド 80021, ブルームフィールド, ピアーソン サークル 10523

【外国語明細書】
2022176932000022.pdf

10

20

30

40

50