

# 公告本

申請日期:

91.3.12

案號:

91104679

類別:

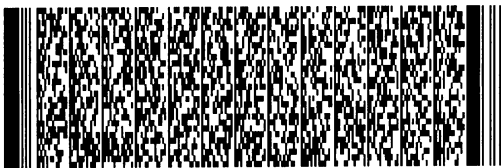
B22F9/02

(以上各欄由本局填註)

## 發明專利說明書

558471


一、 發明名稱	中文	金屬微粒子之製造方法及其裝置以及所得到之金屬微粒子
	英文	
二、 發明人	姓名 (中文)	1. 平田 好宏 2. 上田 善雄
	姓名 (英文)	1. HIRATA Yoshihiro 2. UEDA Yoshio
	國籍	1. 日本 2. 日本
	住、居所	1. 日本國京都府京都市上京區烏丸通上立賣下路御所八幡町110番地 法伊魯特股份有限公司內 2. 日本國京都府京都市上京區烏丸通上立賣下路御所八幡町110番地 法伊魯特股份有限公司內
三、 申請人	姓名 (名稱) (中文)	1. 法伊魯特股份有限公司
	姓名 (名稱) (英文)	1. PHILD CO., LTD.
	國籍	1. 日本
	住、居所 (事務所)	1. 日本國京都府京都市上京區烏丸通上立賣下路御所八幡町110番地
	代表人 姓名 (中文)	1. 平田 好宏
	代表人 姓名 (英文)	1. HIRATA Yoshihiro



申請日期：	案號：
類別：	

(以上各欄由本局填註)

## 發明專利說明書

一、 發明名稱	中文	
	英文	
二、 發明人	姓名 (中文)	3. 高瀨 浩明 4. 鈴木 一彰
	姓名 (英文)	3. TAKASE Hiroaki 4. SUZUKI Kazuaki
	國籍	3. 日本 4. 日本
	住、居所	3. 日本國京都府京都市上京區烏丸通上立賣下路御所八幡町110番地 法伊魯特股份有限公司內 4. 日本國京都府京都市上京區烏丸通上立賣下路御所八幡町110番地 法伊魯特股份有限公司內
三、 申請人	姓名 (名稱) (中文)	
	姓名 (名稱) (英文)	
	國籍	
	住、居所 (事務所)	
	代表人 姓名 (中文)	
	代表人 姓名 (英文)	
		

本案已向

國(地區)申請專利

申請日期

案號

主張優先權

日本 JP

2001/03/28 特願2001-091942

有

有關微生物已寄存於

寄存日期

寄存號碼

無



## 五、發明說明 (1)

## 【技術領域】

本發明係有關一種純度高，且粉末形狀或粒度皆均一之金屬微粒子的製造方法及其製造裝置、以及所製造出之金屬微粒子，又，本發明在上述之金屬微粉末中，特別係有關鈦微粉末之製造。

## 【背景技術】

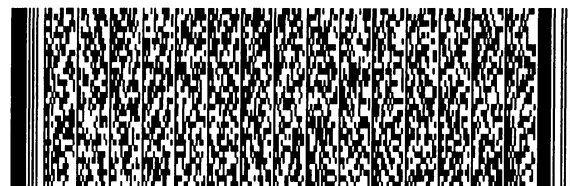
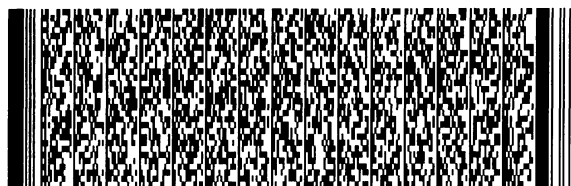
元素金屬原料配合成型品、板材、棒狀、細線或箔材等用途，而進行各種形態之加工，然而最近，在粉末冶金法或溶射法等成型範圍中，將金屬粉末作為成型原料使用則廣受注目，特別是粉末冶金法在機械元件的製造等應用面上廣為受到重視，因此作為基礎原料之金屬粉末需要量亦隨之增大。

習知，在金屬粉末的製造上，係利用將金屬粒以機械直接粉碎形成粉末之古老方法、或將熔融金屬以氣體吹出形成粉末之方法等，但這些方法都有粉末形狀或粒度均一性、或經濟性等方面的問題。

金屬粉末製造上較新穎之方法尚有電解製造法等，根據報告指出若利用該方法，當係在析出平滑緻密且均一結晶組織之電解條件範圍外進行金屬析出時，則將得到脆弱海綿狀或粉末狀之金屬。

但，即使利用此種製造方法，也無法滿足金屬粉末形狀或粒度之均一性，又在經濟性方面也無法獲得解決。

在金屬中，特別是金屬鈦，自古以來即較鐵或銅又或鋁等為新金屬，其較輕之特性且在高溫中具有優越強度或



## 五、發明說明 (2)

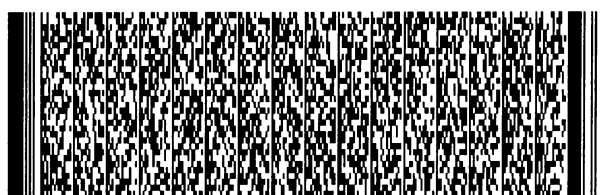
耐蝕性，經常被活用於工業上。

例如，用於太空機範圍之噴射引擎材料或航空機之構造元件、又或太空船元件、火力發電或原子發電中之熱交換器材料、高分子化學工業中之觸媒材料、日用品中之眼鏡框或高爾夫桿頭，再者尚有健康用品或醫療機器或醫科齒科材料等多種用途，而更有擴大之傾向；今後，若與不銹鋼或合金等用途競爭，想必能成為超越該些物質之材料。

由於金屬鈦具有難加工或難切削等物理特性，因此在製造複雜的機械元件時，若將其視為原料而使用溶解材，在進行熱鍛造或壓延等塑性加工後，則必須實施切削等機械加工，導致製造時間延長且製造成本提高。

因此，在利用金屬鈦時多使用粉末冶金法，如此一來則需要純度高且粉末形狀或粒度均一性良好之鈦粉末，習知之金屬在利用一般粉末製造法製造鈦粉末時，也和其他金屬一樣有粉末形狀或粒度均一性又或經濟性等問題，因此至今仍期待一種純度高，粉末形狀或粒度均一性優良之鈦粉末製造方法的開發。

例如，金屬鈦粉末之改良製法，有加氫脫水法或旋轉電極法被適用；加氫脫水法係將海綿鈦或溶解材又或切削加工等所產生之切屑等做為原料，將該原料在氫氣中加熱，吸收氫氣使其脆化，在脆化之狀態下粉碎後，再於真空中加熱放出氫氣以得到粉末之方法；旋轉電極法係將溶解材或、將溶解材加以鍛造或壓延等加工後由溶解加工材



## 五、發明說明 (3)

成型為丸棒之材料做為原料，使該丸棒原料在氫或氦等不活性氣體環境下高速旋轉，並將其前端以弧光或等離子弧光等熱源溶解，將流下之溶漿利用遠心力使其飛散，得到球狀粉末之方法。

以加氫脫氫法所得到之鈦粉末，呈球狀不規則，雖可利用模具成型，但必須重複加熱過程兩次，雖亦可利用球磨機等進行機械性粉碎工程，但卻無法避免鈦粉末中由氧引起之污染；又，在旋轉電極法中，由於係在不活性氣體終將熔融之鈦原料粉化，粉末之形狀呈球狀且流動性良好，雖不會造成由氧所引起之污染，但有成型個化性低劣之缺點，再者，由於上述兩方法皆為間歇式，尚有粉末製造成本增加之問題。

如上所述，為解決品質或製造成本上的問題，繼而開發出鈦粉末製造方法中之霧化法，其係利用水冷銅坩堝中等離子弧光等熱源將原料溶解，在坩堝的一端使溶漿連續流下，在該溶漿流中噴射氫或氦等不活性氣體，使溶漿霧化以得到粉末之方法；但，由於該方法中亦是以鈦之溶解材或溶解加工材做為原料，其製造成本若想比習知方法大幅降低則實非易事。

但，一種製造成本更低，又可避免由氧造成之污染，成型容易且不規則球狀或流動性經改良之粉末鈦製造方法，雖已於特開平 5-93213 號公報揭示出，該方法係將海綿鈦經冷間靜水壓延處理固化後之棒狀材料，在不溶性氣體中作為溶漿流，於該溶漿流噴射氫或氦等不活性氣體，



## 五、發明說明 (4)

將溶漿霧化得到粉末，但即使利用此改良法，其純度或粉末球狀或粉末粒度之一定性亦稱不上良好，且製造成本亦無法讓人滿意。

## 【發明之提示】

如上所述之金屬粉末，特別是金屬鈦粉末，隨著粉末冶金法等新穎成型加工法的展開，必要性或需要亦增加，相對於習知之需求，尚未開發出可與之對應之粉末製造方法，特別是在元素金屬的純度、粉末球狀或粉末粒度均一性，再者有製造成本上的問題。

本發明為解決習知技術中之問題點，以經濟地提供一種在粉末冶金法等成型方法中，粉末之球狀均一性或粉末粒度一定性皆優越之元素金屬粉末原料為目的。

為達成上述目的，本案發明者在如鈦粉末等元素金屬粉末之製造中，為解決元素金屬的純度、粉末球狀的均一性、粉末粒度的一定性或製造成本等問題，作了各種檢討。

有關上述，本案發明者首先在特願 2000-136932 號之含鈦高機能水的製造中，提出了有關鈦粉末的製造。

先案之含鈦高機能水之製造發明（特願 2000-136932），特徵係於高壓水中使氧及氫之混合氣體燃燒，以該燃燒氣體熔融金屬鈦者，係一種溶解鈦熔融物來製造高機能水之方法，藉由該技術，在元素金屬粉末，特別是金屬鈦粉末的製造中，期望得到一種粉末球狀或粉末粒度均一性優越之粉末，且期能大幅降低製造成本。



## 五、發明說明 (5)

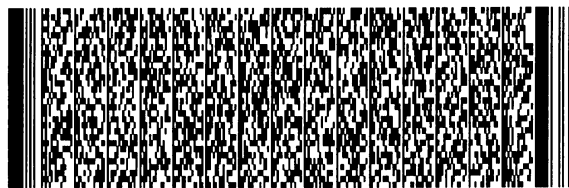
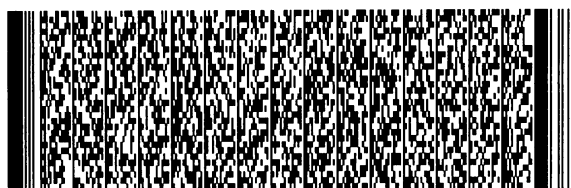
但，在前述先行發明中，為使氧·氫混合氣體之燃燒在高壓水中進行，燃燒氣體環境範圍小，有無法充分溶融金屬原料之問題。

因此經過種種檢討後的結果，若藉由在高壓貯水槽上部空間設置氧·氫混合噴嘴，進行氧、氫混合氣體之燃燒，發現可解決先行發明中之問題點，以致完成本發明。

亦即，基於上述所完成之本發明，其主要係在高壓貯水槽上部空間填充不活性氣體，該空間由具備氧、氫混合氣體噴嘴與點火裝置及金屬材料供給裝置之燃燒室所構成，該燃燒室內，以點火裝置點燃由前述氧、氫混合氣體噴嘴噴出之氧、氫混合氣體，將由金屬材料供給裝置所提供之金屬材料以燃燒氣體溶解（蒸發），使產生之金屬溶滴（蒸氣）與高壓水接觸瞬間粉碎、凝固，生成之微粒子沈降至水中再予以回收，具上述特徵之金屬微粒子製造方法。

又，本發明主要是一種金屬微粒子之製造裝置，特徵係於填充有不活性氣體之高壓貯水槽上部空間，具備氧、氫混合氣體噴嘴、點火裝置及金屬材料供給裝置形成燃燒室，及具備將上部空間氣體送入高壓水中之幫浦、及將高壓水中上升氣體回收後，在放出上部空間前加以乾燥之乾燥機之耐壓容器所構成。

利用此發明，則幾乎不生成目的之元素金屬粉末以外的副產物或雜質等，又，由加熱金屬原料所引起之金屬氧化物亦是微乎其微，且所得金屬粉末之球狀均一性或粉末



## 五、發明說明 (6)

粒度一定性皆優越，製造成本亦可大幅降低，又，間歇生產的同時，亦可連續生產使金屬粉末的大量生產達到實用化。

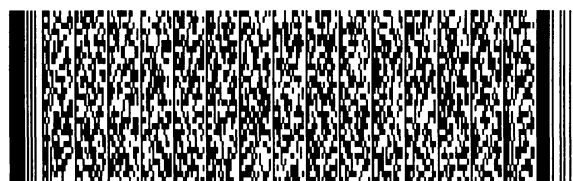
在上述製造過程中，於高壓貯水槽上部空間中使氧、氫混合氣體燃燒，得到高溫狀態，利用該熱度加熱元素金屬原料使其熔融或蒸發（帶有氧、氫混合氣體燃燒溫度以下蒸發溫度之金屬，蒸發後使其氣體化），高壓水與溶滴或蒸氣接觸，瞬間分散於水中，微粒子化後形成金屬粉末。

與先行發明相異的是，為使高壓貯水槽上部空間形成不活性氣體（例如氫、氬等）環境，不論是化學活性高之鈦或鋇，由混合氣體生成之金屬溶滴或蒸氣幾乎是維持原狀，在表面形成些微之氧化皮膜，短時間內以粉末沈降至水底，成為高純度之鈦或鋇粉末。

亦即，本發明之基本構成，係在高壓貯水槽上部空間使氧及氫混合氣體燃燒，以該燃燒氣體加熱溶融（蒸發）元素金屬原料，藉由分散、沈降於水中之金屬粉末製造方法，其製造過程之概略如圖 1 製造流程所示。

本發明以下述（1）～（5）為構成要件，以在高壓貯水槽上部空間使氧及氫混合氣體燃燒，以該燃燒氣體加熱溶融（蒸發）元素金屬原料，再分散、沈降於水中使其粉末化為基本。

（1）一種金屬微粒子之製造方法，特徵為在高壓貯水槽上部空間填充不活性氣體，該空間由具備氧、氫混合氣體



## 五、發明說明 (7)

噴嘴與點火裝置及金屬材料供給裝置之燃燒室所構成，該燃燒室內，以點火裝置點燃由前述氧、氫混合氣體噴嘴噴出之氧、氫混合氣體，將由金屬材料供給裝置所提供之金屬材料以燃燒氣體溶解（蒸發），使產生之金屬溶滴（蒸氣）與高壓水接觸瞬間粉碎、凝固，生成之微粒子沈降至水中再予以回收。

(2) 如上述(1)中之金屬微粒子製造方法，將高壓貯水槽上部空間氣體，利用幫浦送至高壓水中，在高壓水中上升氣體回收乾燥後放出上部空間所形成。

(3) 如上述(1)或(2)中之金屬微粒子製造方法，其中金屬材料係為鈦、鋁、鎳、錫、金、鉑。

(4) 如上述(1)~(3)任一者中之金屬微粒子製造方法，其中金屬材料形狀為棒、板、線、箔、粒子或這些之組合。

(5) 一種金屬微粒子之製造裝置，特徵為係由填充有不活性氣體之高壓貯水槽上部空間，具備氧、氫混合氣體噴嘴、點火裝置及金屬材料供給裝置形成燃燒室，及具備將上部空間氣體送入高壓水中之幫浦、及將高壓水中上升氣體回收後，在放出上部空間前加以乾燥之乾燥機之耐壓容器所構成。

(6) 如上述(5)中之金屬微粒子製造裝置，其中附設有製造氧及氫混合氣體用之水電解裝置。

(7) 由上述(1)~(4)之方法或上述(5)或(6)之裝置所製造之金屬微粒子。



## 五、發明說明 (8)

## 【發明實施之最佳形態】

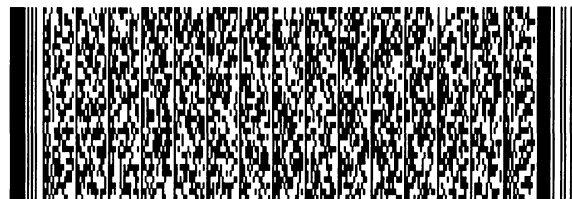
以下以金屬鈦粉末之製造為例作一說明，但本發明並不限定於鈦粉末的製造。

首先，根據本發明，在金屬鈦粉末製造耐壓容器中，注入高壓貯水槽內之蒸餾水等精製水及氫等不活性氣體，在高壓下加壓，由元素金屬之原料供給部提供金屬鈦棒等金屬鈦原料，將氧及氫由噴嘴作為混合氣體噴射，點燃該混合氣體，在燃燒室內使混合氣體完全燃燒，呈完全超高溫之水蒸氣氣體燃燒狀態，於該燃燒氣體中將鈦原料瞬間溶解，在水中使其分散，此時，由於燃燒環境中充滿不活性氣體，因此產生之鈦溶滴幾乎是在金屬狀態中形成微米規模 (micron scale) 非常細小之鈦微粒子，以粉末狀呈分散狀態，產生之鈦微粉末在短時間內沉降。

氧、氫混合氣體之比例理論上為 1: 2，即使在不活性氣體環境中仍可完全燃燒，最高到達 2850°C，燃燒後產生之水蒸氣，以幫浦將環境氣體送至高壓水中，在水蒸氣凝聚後與高壓水合為一體，從水中回收之不活性氣體，利用乾燥機除去水分循環至高壓貯水槽上部空間內。

本發明可實現有效率地製造純度高之鈦粉末，因此，燃燒之混合氣體量或反應壓力及金屬鈦原料供給量的控制非常重要。

藉由本發明之製造裝置，1噸精製水之容器的生產規模，以每秒 3~ 5L 左右之混合氣體噴射量為宜，又若過度施加氣體壓力，則有破壞裝置構造的危險，壓力若過小，



## 五、發明說明 (9)

則由噴嘴噴出氣體後，經加熱熔融之金屬微粒子將就此受氣泡包圍向水面發散，導致金屬微粒子之產生狀態惡化，因此加壓槽內經高壓加壓後水的壓力為5氣壓～10氣壓，又，提供至燃燒室金屬鈦原料之供給量以0.3～0.5kg/min為宜。

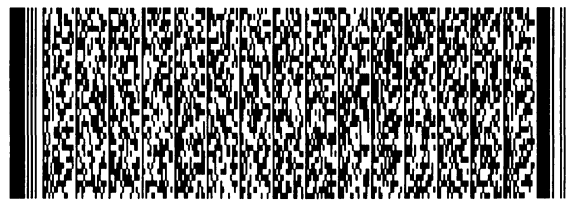
提供之原料金屬鈦，為使生成物之鈦粉末中不產生雜質，而盡可能的以高純度之鈦原料為宜。

金屬鈦（融點：1660°C、沸點：3300°C）之熔融，以氫及氧之混合氣體最有效率，可安定燃燒，而為使其能安定燃燒，高壓是必要的，在高壓水中使熔融金屬鈦瞬間溶解，而形成超微粒子之物理化學上的原因至今雖仍不明，但約可推斷係由於溶滴在與水面衝突時，所造成之分散細微化。

又，金屬鈦原料可使用棒材及板材或粒子及箔或這些組合之任一種，若是較1噸容器之生產規模小之容器在製造上，取代棒材而提供以金屬鈦粒子則較為適當。

使用本發明之製造裝置製造金屬粉末時，可使用之元素金屬原料除了鈦以外，尚可舉出鋯（Zr）、鍺（Ge）、錫（Sn）、金（Au）、鉑（Pt）、銀（Ag）等，而又不限於此等金屬。

本發明裝置所使用之高壓貯水槽為金屬製，又以鋼製之耐壓槽為宜，而燃燒室等其他元件亦以鋼製者為宜，氣體幫浦係用來將混合氣體高壓噴出所設置，將元素金屬原料配合燃燒量逐漸地連續供給。



## 五、發明說明 (10)

供給元素金屬原料的位置，必須在能使混合氣體完全燃燒，完全化為超高溫水蒸氣氣體之位置，因此才設置了為使混合氣體完全燃燒用之燃燒室，藉由此設定，產生不生成雜質或副產物之純金屬粉末，又，要使純混合氣體達到完全燃燒，則必須在高壓中。

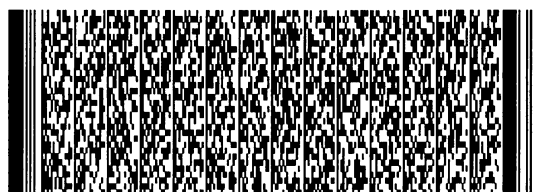
根據圖面詳細說明本發明之實施樣態，但本發明並不限定於此。

第 1 圖為如前所述本發明中金屬粉末之製造流程圖，又，第 2 圖所示之金屬粉末製造裝置 1，係由具備高壓貯水槽 5、氧及氫之混合氣體噴嘴 14、元素金屬原料供給部 13、點火栓 11 及燃燒室 6 之耐壓容器 2 所構成。

又，於容器上部空間設有事先填充不活性氣體，將該環境氣體吸入高壓水中之幫浦 21，及將由水中回收之不活性氣體以乾燥機 22 脫濕後，排出循環至上部空間之幫浦 23。

金屬粉末製造裝置 1 係由金屬粉末製造耐壓容器 2 所構成，在金屬粉末製造耐壓容器中，裝配有氣體噴出幫浦 4、高壓貯水槽 5、燃燒室 6、壓力調節閥 7、金屬粉末取出口 8、精製水 9、粉末製造用元素金屬原料 10、點火栓 11、元素金屬原料供給部 13、混合氣體噴嘴 14；而 12 係表示所生成之金屬粉末。

在金屬鈦粉末製造耐壓容器 2 中，注入高壓貯水槽 5 內之蒸餾水等精製水 9，由元素金屬原料供給部 13 提供金屬鈦棒等金屬鈦材料 10，將經高壓加壓之氧及氫由噴嘴 14 作



## 五、發明說明 (11)

為混合氣體噴射，以點火栓 11 點燃該混合氣體，在燃燒室 6 內使混合氣體完全燃燒，呈完全超高溫之水蒸氣氣體燃燒狀態，於該燃燒氣體中將鈦原料瞬間溶解，在水中分散。

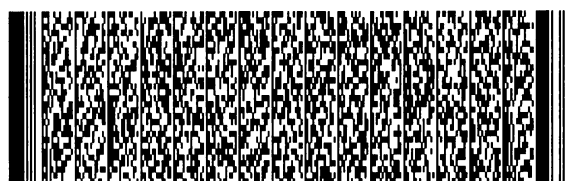
此時，即生成微米規模 (micron scale) 非常細小之鈦微粒子 12，以粉末狀呈分散狀態，金屬鈦粉末不產生熔融或浮游，在短時間內以粉末沈降並分離，由鈦粉末取出口 8 排出形成鈦粉末。

氫及氧混合氣體的供給，必須嚴加控制在氫與氧為 2 比 1 之比例下，而氫及氧之混合氣體雖可由市販之氣體容器提供，但若附設有水的電解裝置 C，以水電解來製造氫及氧之混合氣體，則能得到完全之純氣體，並更有效率地提供混合氣體。

本發明中若不以市販之氣體容器提供氫及氧混合氣體，而改以附設水的電解裝置 3，利用水的電解製造氫及氧之混合氣體，則能得到完全之純氣體，可簡單且有效率地提供混合氣體；在附設製造氧及氫混合氣體用之水電解裝置時，電解裝置 3 可為利用水電解製造氫及氧混合氣體之任何附設裝置，又氫及氧各氣體供給管以 15 和 16、電極以 17 和 18、分隔板以 19、水以 20 來表示；該電解裝置中，將酸性或鹼性原料水加以電解，在陽極產生氧氣，而在陰極產生氫氣，提供作為燃燒用原料氣體。

實施條件及結果

加壓水；水 1 噸      壓力  $2 \text{ kg/m}^2$



## 五、發明說明 (12)

製造槽內壓； 2氣壓

混合氣體； 5L/sec ( 3.5氣壓 )

噴射時間； 1小時

金屬鈦供給量； 30kg

生成鈦粉末； 約 30kg

## 產生鈦粉末之評價

完全不產生元素鈦粉末以外之副產物或雜質等，得到粉末球狀均一性或粉末粒度一定性皆優良之粉末，又，製造成本與習知技術相較之下，亦便宜了一半左右。

## 【產業上利用之可能性】

本發明中可極有效率地製造純度高之金屬粉末，特別是鈦粉末；亦即，利用本發明中之製造方法，則完全不產生元素成分以外之副產物或雜質等，得到之粉末的球狀或粉末粒度均一性皆極為優良，且製造成本可大幅降低，又，可間歇生產、連續生產、大量生產。



## 圖式簡單說明

## 【圖面之簡單說明】

第 1圖 本發明金屬粉末製造時之流程圖。

第 2圖 本發明金屬粉末製造裝置之概要圖。

## 【符號說明】

- 1 金屬粉末製造裝置
- 2 金屬粉末製造耐壓容器
- 3 電解裝置
- 4 混合氣體噴出幫浦
- 5 高壓貯水槽
- 6 燃燒室
- 7 壓力調節閥
- 8 金屬粉末取出口
- 9 精製水
- 10 元素金屬料
- 11 點火栓
- 12 金屬微粒子
- 13 金屬供給部
- 14 混合氣體噴嘴
- 15 氫氣供給管
- 16 氧氣供給管
- 17 電極
- 18 電極
- 19 分隔板



圖式簡單說明

20 水

21 環境氣體吸入幫浦

22 乾燥機

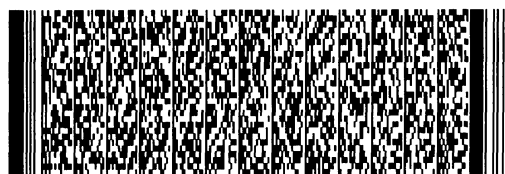
23 環境氣體排出、循環幫浦



## 四、中文發明摘要 (發明之名稱：金屬微粒子之製造方法及其裝置以及所得到之金屬微粒子)

係於填充不活性氣體之高壓貯水槽上部，具備氧及氫混合氣體噴嘴、點火裝置及金屬材料供給裝置構成燃燒室，在該燃燒室中，以點火裝置點燃前述氧及氫之混合氣體噴嘴，使由金屬材料供給裝置提供之材料溶解（蒸發），使產生之金屬溶滴與高壓水接觸，藉由將產生之金屬微粒子沈降至水中，製造純度高、粉末形狀或粒度均一之金屬粒子。

## 英文發明摘要 (發明之名稱：)

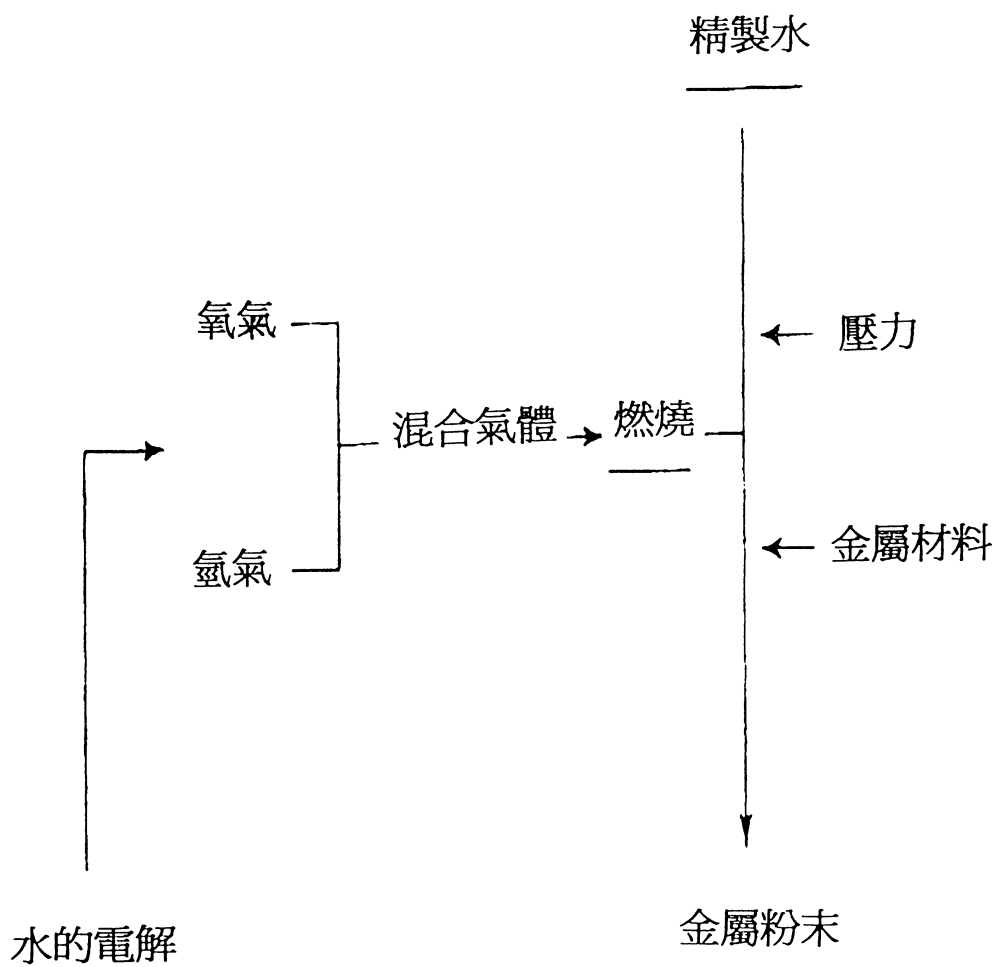


六、申請專利範圍

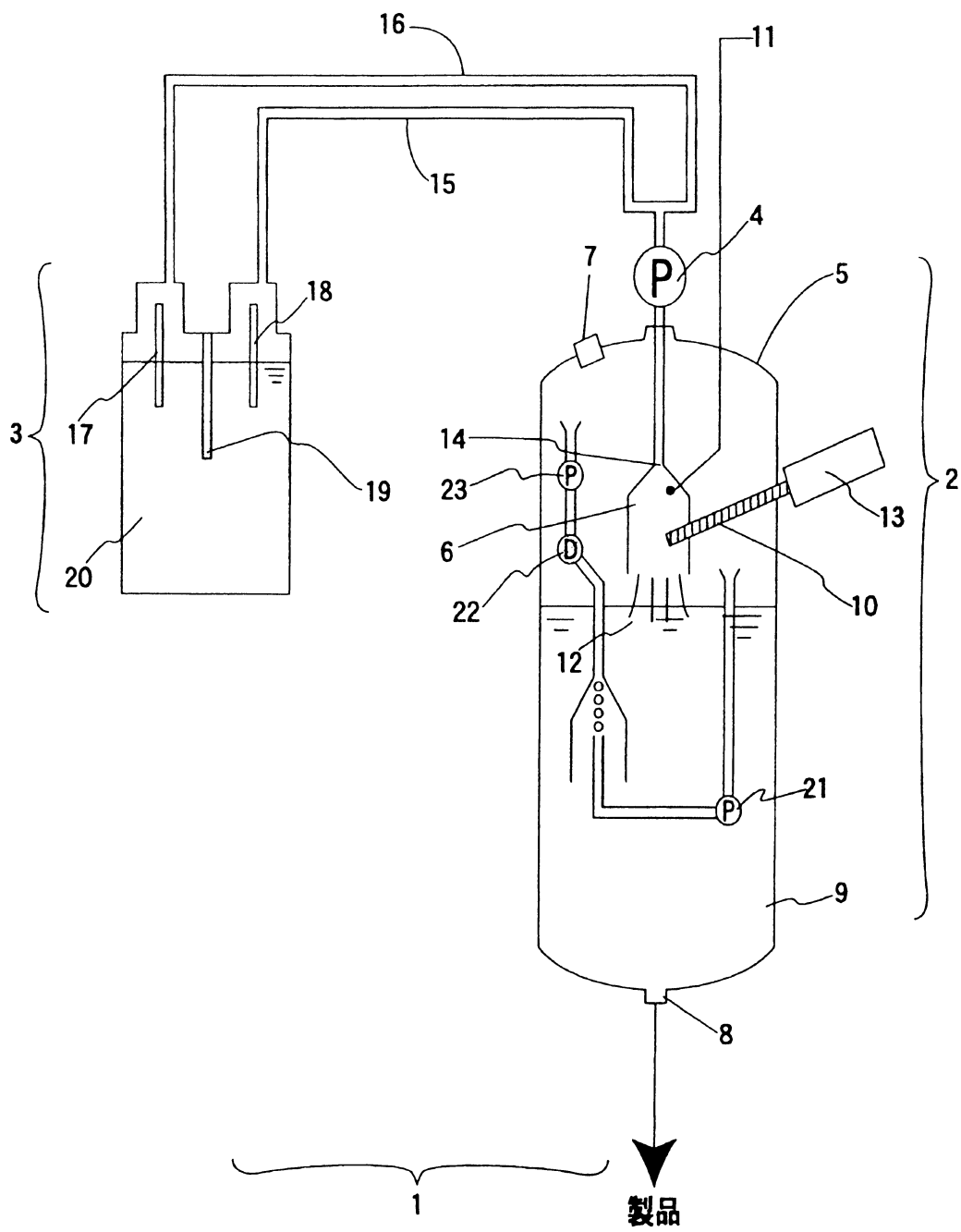
7. 一種金屬微粒子，係由申請專利範圍第1項、第2項、第3項或第4項所述之方法製造而得。

8. 一種金屬微粒子，係由申請專利範圍第5項或第6項所述之裝置所製造而得。





第 1 圖



第 2 圖

92-535

## 六、申請專利範圍

1. 一種金屬微粒子之製造方法，特徵為在高壓貯水槽上部空間填充不活性氣體，而該空間係由具備氧、氫混合氣體噴嘴與點火裝置及金屬材料供給裝置之燃燒室所構成，於該燃燒室內，以點火裝置點燃由前述氧、氫混合氣體噴嘴噴出之氧、氫混合氣體，將由金屬材料供給裝置所提供之金屬材料以燃燒氣體溶解（蒸發），使產生之金屬溶滴（蒸氣）與高壓水接觸瞬間粉碎、凝固，生成之微粒子沈降至水中再予以回收。
2. 如申請專利範圍第1項所述之金屬微粒子製造方法，將高壓貯水槽上部空間氣體，利用幫浦送至高壓水中，在高壓水中上升氣體回收乾燥後放出上部空間所形成。
3. 如申請專利範圍第1項或第2項所述之金屬微粒子製造方法，其中金屬材料係為鈦、鋁、鎳、錫、金、鉑。
4. 如申請專利範圍第1項或第2項所述之金屬微粒子製造方法，其中金屬材料形狀為棒、板、線、箔、粒子或這些之組合。
5. 一種金屬微粒子之製造裝置，特徵為係由填充有不活性氣體之高壓貯水槽上部空間，具備氧、氫混合氣體噴嘴、點火裝置及金屬材料供給裝置形成燃燒室，及具備將上部空間氣體送入高壓水中之幫浦、及將高壓水中上升氣體回收後，在放出上部空間前加以乾燥之乾燥機之耐壓容器所構成。
6. 如申請專利範圍第5項所述之金屬微粒子製造裝置，其中附設有製造氧及氫混合氣體用之水電解裝置。

