

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公表特許公報(A)

(11) 特許出願公表番号

特表2014-515792
(P2014-515792A)

(43) 公表日 平成26年7月3日(2014.7.3)

(51) Int. Cl.		F I			テーマコード (参考)
B 2 2 F	9/06	(2006.01)	B 2 2 F	9/06	4 K O 1 7
B 2 2 F	1/00	(2006.01)	B 2 2 F	1/00	R 4 K O 1 8
C 2 2 C	14/00	(2006.01)	C 2 2 C	14/00	Z

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 14 頁)

(21) 出願番号 特願2014-508399 (P2014-508399)
 (86) (22) 出願日 平成24年4月13日 (2012. 4. 13)
 (85) 翻訳文提出日 平成25年12月16日 (2013. 12. 16)
 (86) 国際出願番号 PCT/US2012/033652
 (87) 国際公開番号 W02012/148714
 (87) 国際公開日 平成24年11月1日 (2012. 11. 1)
 (31) 優先権主張番号 61/517, 871
 (32) 優先日 平成23年4月27日 (2011. 4. 27)
 (33) 優先権主張国 米国 (US)

(71) 出願人 501365022
 マテリアルズ アンド エレクトロケミカル
 リサーチ コーポレイション
 アメリカ合衆国 アリゾナ州 85706
 ツーソン サウス コルブ ロード 7
 960
 (74) 代理人 100098729
 弁理士 重信 和男
 (74) 代理人 100116757
 弁理士 清水 英雄
 (74) 代理人 100123216
 弁理士 高木 祐一
 (74) 代理人 100163212
 弁理士 溝渕 良一

最終頁に続く

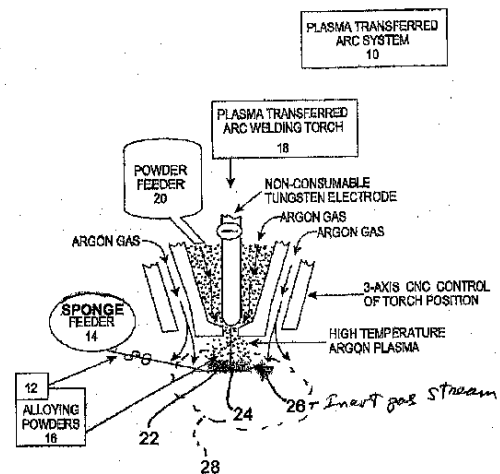
(54) 【発明の名称】 球状チタンおよび球状チタン合金粉末を生成する低コスト処理法

(57) 【要約】

合金化元素を添加して形成したチタンスポンジの溶融池の表面全体にアルゴンのような不活性ガス流を吹き付けることによって、低コストで球状チタン合金粉末を生成する。

【選択図】 図 1

FIG. 1



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

球状チタン合金粉末を生成するための処理法であって、合金化元素を添加してチタンスポンジの溶融池または溶融流を形成するステップと、前記溶融池の表面全体または前記溶融流内に不活性ガス流を吹き付けて、チタン合金の液滴粒子を前記溶融池または前記溶融流から取り出すステップと、前記取り出した液滴粒子を冷却および凝固して、球状チタン合金粉末を形成するステップとを含む、処理法。

【請求項 2】

前記溶融池または前記溶融流が、プラズマ加熱装置において形成される、請求項 1 の処理法。

10

【請求項 3】

前記溶融池または前記溶融流が、チタンスポンジおよび合金化元素を供給して共溶融することにより形成される、請求項 1 の処理法。

【請求項 4】

前記合金化元素がアルミニウムおよびバナジウムを含む、請求項 3 の処理法。

【請求項 5】

前記合金化元素がブレアロイ化されている、請求項 4 の処理法。

【請求項 6】

前記不活性ガスがアルゴンを含む、請求項 1 の処理法。

【請求項 7】

前記溶融池に振動が加えられる、請求項 1 の処理法。

20

【請求項 8】

チタン合金粉末を生成するための処理法であって、残留塩を含有する電解生成されたチタン粉末の溶融池または溶融流を形成するステップと、前記塩を蒸発させるステップと、前記塩を除去したチタンを合金化元素とともにプラズマ加熱装置に移してチタン合金の溶融池または溶融流を形成するステップと、チタン合金の前記溶融池の表面全体に、または前記チタン合金流内に不活性ガス流を吹き付けて、前記溶融物からチタンの液滴粒子を取り出すステップと、前記取り出した液滴粒子を冷却および凝固して、球状チタン合金粉末を形成するステップとを含む、処理法。

【請求項 9】

前記残留塩を、減圧した不活性雰囲気下で加熱することによって蒸発させる、請求項 8 の処理法。

30

【請求項 10】

前記不活性ガスがアルゴンを含む、請求項 8 の処理法。

【請求項 11】

前記溶融池に振動が加えられる、請求項 8 の処理法。

【請求項 12】

球状チタン合金粒子を生成するための処理法であって、残留の塩化マグネシウムと金属マグネシウムを含有するチタンスポンジを、合金化元素とともにプラズマ溶融装置にて共溶融するステップと、塩化マグネシウムとマグネシウムを蒸発させてチタン合金の溶融池または溶融流を形成するステップと、前記溶融池の表面全体に、または前記溶融流内に不活性ガス流を吹き付けて、チタン合金の液滴粒子を取り出すステップと、前記取り出した液滴粒子を冷却して球状合金チタン粉末の粒子を生成する、処理法。

40

【請求項 13】

前記不活性ガスがアルゴンを含む、請求項 12 の処理法。

【請求項 14】

前記液滴粒子が、前記合金溶融物をオリフィスに通過させて不活性ガス流で包み込むことによって形成される、請求項 12 の処理法。

【請求項 15】

アルゴンの液溜において前記液滴粒子を捕集するステップを含む、請求項 14 の処理法

50

。

【請求項 16】

前記溶融池に振動が加えられる、請求項 12 の処理法。

【請求項 17】

球状チタン合金粒子を生成するための処理法であって、前記塩電解質流において 500 以上の動作温度で電解生成されたチタン粉末を、900 以上で減圧下にて動作させた誘導加熱蒸発装置に移して、前記電解槽に戻った前記塩電解質を蒸発させ、前記得られたチタン粉末を合金化元素とともにプラズマ溶融装置に移して、合金の溶融池または溶融流を生成し、不活性ガスを前記溶融池上に、あるいは前記溶融流内に吹き付けて液滴粒子を取り出し、前記取り出した液滴粒子を冷却および凝固して球状のチタン合金粉末を生成する処理法。

10

【請求項 18】

前記溶融池に振動が加えられる、請求項 17 の処理法。

【請求項 19】

前記合金が Ti - 6 Al - 4 V である、請求項 2 の処理法。

【請求項 20】

前記合金が Ti - 6 Al - 4 V である、請求項 12 の処理法。

【請求項 21】

前記合金が Ti - 6 Al - 4 V である、請求項 17 の処理法。

【請求項 22】

前記合金が Ti - 8 Al - 1 Mo - 1 V である、請求項 2 の処理法。

20

【請求項 23】

前記合金が Ti - 8 Al - 1 Mo - 1 V である、請求項 12 の処理法。

【請求項 24】

前記合金が Ti - 8 Al - 1 Mo - 1 V である、請求項 17 の処理法。

【請求項 25】

前記溶融物がインゴットから形成される、請求項 1 の処理法。

【請求項 26】

連続的に実施される請求項 1 の処理法。

【請求項 27】

連続的に実施される請求項 12 の処理法。

30

【請求項 28】

連続的に実施される請求項 17 の処理法。

【発明の詳細な説明】

【背景技術】

【0001】

金属粉末は、コンポーネントの製造に多様な用途をもたらしている。特に、粉末金属は焼結手法、ならびに近似正味形状を高速で製造する溶融手法において、供給材料として用いられる。金属粉末は良好な流動性および嵩密度をもたらす球状形態であることが理想的である。鋼鉄および多くの他の金属粉末は、低コストなコンポーネントの製造に広く用いられている。コンポーネントの製造においてチタン合金粉末の利用は長い間試みられてきたが、チタン粉末のコストの高さが主な理由となり、広くは用いられてこなかった。2010年から2011年では、球状チタン粉末のコスト域は、150ドル/lbであった。このような高コストの状況下において、コンポーネント製品を製造するための球状チタン粉末の利用は、コストを度外視した用途においてのみ進められてきた。

40

【0002】

球状チタン粉末のコストが高い理由は、主に、スポンジからチタン合金インゴットを製造した後に複数の手法の1つを用いて球状チタン粉末を溶融生成するという従来の処理法に、コストが嵩むためである。最新技術のチタン処理は極めて規模が大きく、バッチを分割した工程で行われている。典型的に、クロール法によるスポンジの処理は、約10トン

50

のバッチを製造する大規模なレトルト内で行われ、数日に亘ってレトルト内で $TiCl_4$ （四塩化チタン）を溶融マグネシウムに添加し、得られた溶融 $MgCl_2$ （塩化マグネシウム）をレトルトから流し出した後、1週間以上真空蒸発を行って、取り込まれている残留の $MgCl_2$ および未反応の Mg （マグネシウム）を除去する。真空精製されたスポンジは、次いで極大型のスカル炉において、電子ビームまたはプラズマにより熱供給して溶融される。次いで、合金化元素をトン規模の大型の溶融物に添加し、 $Ti-6Al-4V$ 等の所望の合金組成物を生成した後、インゴットに鑄造する。多くの場合、均質な合金に仕上げるために三重溶融を行う。結果的に、チタンの鑄型価格は周期的に変動するため、そのことも球状チタン粉末のコスト高に影響している。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0003】

【特許文献1】米国特許出願公開第2006/0185473号明細書

【特許文献2】米国特許第7,914,600号明細書

【特許文献3】米国特許出願公開第2008/0190778号明細書（米国特許出願第12/016,859号明細書）

【特許文献4】米国特許第7,410,562号明細書

【特許文献5】米国特許第7,794,580号明細書

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

本発明は、球状チタン粉末を低コストで生成するための処理法を提供するものである。本発明の1つの態様では、チタンスポンジをプラズマ加熱装置に移し、さらに同装置内に、アルミニウムとバナジウム等の所望の金属を合金化したプレアロイ粉末を移して、あるいは個別に移送されてきたアルミニウム粉末とバナジウム粉末とをプラズマステーションに個別に移し、そこでプラズマ溶融して、 $Ti-6Al-4V$ 等の溶融された均質な合金の溶融池または溶融流を連続的に生成する。この溶融合金組成物を、制御条件下で不活性ガス流を合金の溶融池の表面全体あるいは溶融流内に吹き付けることにより分散させて、溶融合金の液滴を噴出させ、冷却することで、 $Ti-6Al-4V$ 等の球状チタン合金粉が生成される。この手法によるコスト削減は顕著である。チタンスポンジのコストは周期的に変動し、2010年～2011年の間の価格域は3ドル～10ドル/lbであり、典型的には4ドル～6ドル/lbであった。大きさを制御した溶融池において、プラズマを作動させてチタン合金を溶融して球状粉末を生成することで、コスト域は約1ドル～2ドル/lbとなり、これがベースとなって、典型的なチタンスポンジ源から球状 $Ti-6Al-4V$ 粉末を生成する場合のコスト域は約10ドル～15ドル/lbとなり、従来手法で生成される球状チタン粉末のコスト域が上記のように150ドル/lbであるのに対して、節減が図られている。

【0005】

本発明の別の態様では、電解生成したチタンを、800～1600に加熱した不活性雰囲気下または真空下で、プラズマ加熱蒸発器に移し、電解槽に戻った溶融塩電解質を急速に蒸発させ、残留チタンを、上述のスポンジと同等のチタンをさらに加熱して溶融および合金化するプラズマ加熱ステーションに移し、制御条件下にて不活性ガス流を吹き付けることにより溶融物を分散させ、溶融合金の液滴を噴出させて均質な球状の合金粉末を生成し、それを冷却してチタン合金の球状粉末を生成する。この方法でも、コストは大幅に削減される。電解チタンは、概算で約1.50ドル～2.50ドル/lbのコストにて製造可能であり、それにより均質な球状チタン合金粉末の製造コストが10ドル/lb未満となる。塩と電解チタンの溶融流を約500から900超に加熱して塩を急速にフラッシュ蒸発させる際に用いる熱源には、従来から用いられている抵抗体、放射線、電磁誘導、マイクロ波またはプラズマがある。プラズマ加熱は、典型的に、液体チタンを球形化して球状粉末にするために用いられる。

10

20

30

40

50

【0006】

従来のクロール処理とは異なり、本発明の処理は、細かく分割して連続的に加熱を行うことができる。一例として、残留する電解塩とチタンの粉末あるいはスポンジを、 $MgCl_2$ とMgを用いてフラッシュ蒸発させる場合、即時に加熱できる量は、 $10g \sim 100kg$ の範囲、好ましくは $100g \sim 10kg$ の範囲であり、プラズマ加熱によって溶融および合金化されるチタンの量と類似している。均質な合金化は、本発明の小規模な溶融池では即時に達成される。

【0007】

伝統的な最高水準のクロール処理によるスポンジ作成、真空蒸発、溶融および合金化、ならびにインゴット鑄造では、 10 トンのバッチを処理するのに少なくとも 20 日間を費やし、約 $1,000lb/日(454kg/日)$ の処理速度となる。合金粉末を作成する場合、さらに時間が費やされ、粉末の単位生産量はなお一層減少する。本発明において、塩のフラッシュ蒸発およびプラズマ溶融のためにかかる時間は極めて短く、例えば、プラズマまたは他の加熱手段から供給される熱の容量あるいは流束により、僅か 1 分間程度であり、典型的には 10 分間に満たない。例えば、 10 分間という緩徐な加熱速度で $1kg$ という少量の材料を処理する場合でも、処理量は 1 時間に $60kg$ 、 1 日で $1440kg$ となり、技術が成熟した大規模なバッチを用いる最新のクロール法による処理を十分に凌ぐ量である。本発明の製造工程では、 3 分間で $10kg$ の処理量が可能と考えられ、 1 日当たりの製造量は $4,800kg$ となり、有利な規模と経済性をもたらしている。

【0008】

本発明の更なる特徴および有利点は、添付の図面と併せて、以下の詳細な説明および実施例から明らかであろう。

【図面の簡単な説明】

【0009】

【図1】本発明の第1の実施形態に従う、球状チタン粉末を生成する方法を示す概略図であり、図1aは拡大図である。

【図2】本発明の第2の実施形態に従う、球状合金チタン粒子を形成する方法を示す概略図である。

【図3】本発明の第3の実施形態に従う、球状合金チタン粒子を形成する方法を示す概略図である。

【図4】本発明の一実施形態に従って作成された球状チタン合金粉末の走査電子顕微鏡写真である。

【図5】本発明の別の実施形態に従って作成された球状チタン合金粉末の走査電子顕微鏡写真である。

【図6】本発明の第3の実施形態に従って作成された球状チタン合金粉末の走査電子顕微鏡写真である。

【発明を実施するための形態】

【0010】

図1および図1aを参照すると、本発明の第1の実施形態において、チタンスポンジ14は、その内容が参照により本明細書に組み込まれている特許文献1の図1に示されるタイプ10のプラズマ移行アーク(PTA)溶接トーチに移される。アルミニウムとバナジウムのプレアロイ粉末またはそれら基本となる合金化元素の混合物を、量を制御しつつ粉末フィーダー20からプラズマトーチに添加して、Ti-6Al-4V合金を生成した。直径約 $1/2$ インチ、深さ $1/8$ インチから $1/4$ インチのTi-6Al-4V合金の溶融池22を、標的基質24上に形成した。

【0011】

アルゴン等の不活性ガス流を、ノズル26から溶融池22の表面上に連続的に吹き付けて、溶融池から溶融合金の液滴を噴出させ、冷却して凝固することにより球状チタン合金粒子を生成した。ノズル26から放出する不活性ガス流は、溶融池の表面に対して $45^\circ \sim 180^\circ$ の角度で、 $10 \sim 1000$ リットル/分の速度で吹き付けるように制御して、

10

20

30

40

50

溶融池が形成される速度と同じ速度で、溶融合金を溶融池から噴出させる必要がある。溶融合金は、本質的に均質な大きさの微細液滴となつて、溶融池の表面から吹き飛ばされ、ほぼ瞬時に冷却されて本質的に大きさが均質な粒子が形成され、粒子捕集用パフル28で偏向されて、自然流下によって捕集される。

【0012】

任意選択的に、超音波ホーンまたは圧電振動子200等によって標的基質24を振動させることでも(図1a)、溶融池からの粒子の浮揚および取り出しを促すことができる。

【0013】

代替的には、基質24上で最初に捕集したPTA生成の溶融合金に代えて、PTAから得たチタン合金流にアルゴンガス流を衝突させ、チタン合金粒子流をより細かな粒子に破碎した後、液体アルゴン中で不活性化して球状粉末を得る。

10

【0014】

本発明の別の実施態様に従う図2を参照すると、 $TiCl_4$ およびMgの蒸気を流動床反応器112の反応域110に導入し、それらを均質な核形成により反応させて典型的には1ミクロン未満の微細粒子を生成し、生成された微粒子を、それら微細粒子が捕集可能な設計の一連のサイクロン14において、反応器ガスの流動速度で捕集することが可能である。微細粒子を流動床反応器の反応域110に再循環させ、そこで $TiCl_4$ とMgとの蒸気反応によりさらに析出を行うことによって、肥大化させる。微細粒子が所望のサイズ範囲、例えば、40ミクロン~300ミクロンに成長するまで、再循環を継続する。この微細粒子は、肥大化に伴い質量が増大して反応器の底部に沈降するため、流動床反応器の底部に接続されたパイプ116を通して自然流下によって抽出することが可能である。すなわち、その内容が参照により本明細書に組み込まれている先願の特許文献2の記載の通りである。

20

【0015】

抽出した微細粒子を、次いで加熱した浅底タンク118に流して、合金の溶融池120を形成した。アルゴン流122を溶融流内または溶融池の表面上に吹き付けて、従来通り、チタン合金の粒子を噴出させ、それを導管124を介してタンク118から抜き取った。

【0016】

本発明のさらに別の実施態様に従う図3を参照すると、チタン粉末は、その内容が参照により本明細書に組み込まれている同時継続出願である特許文献3に記載されるように、上述の同時継続出願である特許文献3(ブロック140の)の図2に係る電解槽において、 $TiCl_4$ のマグネシウム還元によって生成される。 $MgCl_2$ 含有チタン粉末のスラリー流を生成して、塩蒸発装置142に移し、残留塩を加熱蒸発させた。加熱は、不活性雰囲気下で抵抗、電磁誘導、放射線、マイクロ波またはプラズマを用いて行うことができ、所望により、蒸発を促すべく減圧下で行ってもよい。塩化マグネシウム塩を蒸発させた後、得られたチタン粉末を合金金属粉末とともに、図1に示されるものと類似のブロック144に概要が示されているPTA溶融装置に移し、PTAから得た合金の溶融流から溶融合金の液滴を噴出させることによって、あるいは、従来通り、基質上の溶融池に集めて、従来通り冷却して凝固粉末を捕集することにより、ほぼ均質な球状の合金粉末を生成した。

30

40

【0017】

本発明を、以下の非限定的な実施例との関連において更に説明する。

【実施例1】

【0018】

洗浄し水分を蒸発させたチタンスポンジを、特許文献1に記載されるように、CNC(コンピュータ数値制御)型の処理により制御されたプラズマ移行アーク(PTA)熱源に移し、その熱源に、アルミニウムとバナジウムのプレアロイ粉末を速度を制御しながら同時に移して、Ti-6Al-4V合金の溶融池を生成した。溶融池は、直径約1/2インチで、深さは1/8インチ~1/4インチであった。アルゴン流を、溶融池全体に連続的

50

に吹き付けることにより、図4のSEM（走査型電子顕微鏡）写真に示されるような球状粉末を生成した。アルゴン流を球状粒子に吹き付けた場合と同様に、材料の送給およびPTAによる溶融を連続的に行うことで、球状の合金粒子を連続的に生成した。

【実施例2】

【0019】

PTAにより溶融生成した溶融池をオリフィスを備えた標の上で捕集すること以外は、実施例1の処理を繰り返した。溶融チタン合金はこのオリフィスから滴下されて、アルゴンガス流に包み込まれる。溶融合金流をアルゴンガス流によって破碎して粒状化し、破碎粒子を、粉末捕集器の底において液体アルゴン中で不活性化し球状粉末を得た。生成したチタン粉末は図5に示している。

10

【実施例3】

【0020】

電解チタン粉末を、特許文献2、特許文献4および特許文献5に従う処理法によって、あるいは代替的に、 $TiCl_4$ （四塩化チタン）を $KCl-LiCl$ （塩化カリウム-塩化リチウム）含有の塩電解質に供給することによって、生成した。チタン粉末は、チタン粉末約15%と液体塩75%を含有する約500の流体をポンプで送出して連続構成の電解装置において生成した。この電気分解されたチタン粉末と塩の流体を、約1000に誘導加熱した浅底タンクにポンプで送達した。タンク内は約10トルの微真空状態にあり、 $KCl-LiCl$ 塩は約3分間で完全に蒸発した。残留する電解チタン粉末を、アルミニウムとバナジウムの（混合）粉末とを、 $Ti-6Al-4V$ 合金を生成する割合でチタンとアルミニウム/バナジウムの混合粉末のプラズマ溶融物に移し、そこにアルゴンを吹き付けて図6に示すような $Ti-6Al-4V$ の球状チタン合金粉末を生成した。

20

【実施例4】

【0021】

標準的なクロール反応を行って、チタンスポンジを生成した。残留する未反応 Mg の副生成物である $MgCl_2$ を排出した後、チタンスポンジは、残留の $MgCl_2$ と Mg とを予蒸発させず、それらとともに、実施例3に記載のプラズマ装置内に直接移した。プラズマによりチタンを溶融させ、 $MgCl_2$ および Mg を蒸発させた。アルゴンガスをプラズマ電極を通してチタン溶融物の表面上に吹き付け、液体チタンの液滴を噴出させ、冷却して球状のチタン粒子を生成し、従来通りの方法で捕集した。

30

【実施例5】

【0022】

Al と V の合金または個々の粉末を残留の $MgCl_2$ および Mg を含有するチタンスポンジとともに移すこと以外は、実施例4の処理を繰り返して、チタン合金粉末を生成した。

【実施例6】

【0023】

特許文献3に記載されるように、 $TiCl_4$ のマグネシウム還元を用いてチタン粉末を生成し、それにより約20%のチタン粉末を含有する約800の $MgCl_2$ 流を生成した。スラリー流を、実施例3に記載の塩蒸発装置に移した。塩化マグネシウム塩を蒸発させた後、実施例1および2に記載されるように、チタン粉末をクロミウムとモリブデンの（混合）粉末とともにPTA溶融装置内に移して、実施例2の処理により、 $Ti-5Cr-2Mo$ からなる球状合金粉末を生成した。同様の方法で、 $Ti-8Al-1Mo-1V$ 合金の粒子を生成することも可能である。

40

【0024】

任意のチタン合金組成物から球状合金粉末を生成することが可能であり、あるいは別法として、合金化元素をチタン粉末とともにプラズマ溶融装置に添加してインゴットを製造することが可能なことが理解される。また、溶融チタンと反応する微粒子または反応しない微粒子を、球状チタン合金粉末に添加して含ませることが可能であることも、理解される。反応する粉末の例は、反応して冷却時に硼化チタンを生じる二硼化チタン、冷却時に

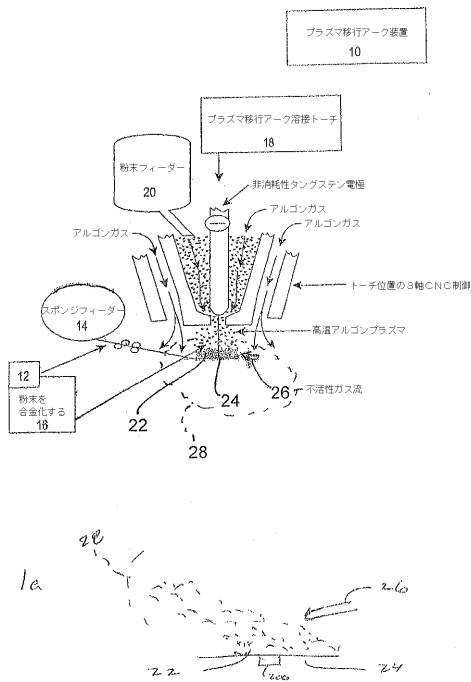
50

窒化チタンと Al_3Ti を生じる窒化アルミニウム、または冷却時に硼化チタンと炭化チタンを生じる炭化硼素である。チタンより粒子が安定している物質の非限定的な例には、酸化ハフニウムまたは酸化カルシウムがある。また、アルゴン以外の不活性ガスが、好都合に利用可能である。

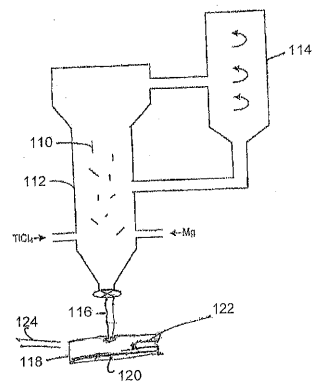
【0025】

上記の記載、実施形態および実施例は、本発明の範囲および精神を示すものである。記載される発明の範囲において、実施形態および構成に多数の変更を加えることは可能であり、それらは厳格に制限されることを意図するものではなく、本発明および下記の請求の範囲において他の修正形態および変形形態が可能であることは、明らかである。

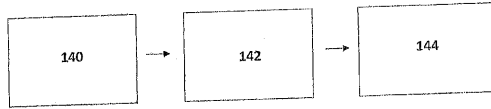
【図1】



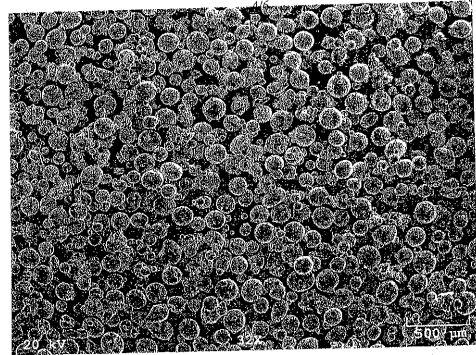
【図2】



【 図 3 】

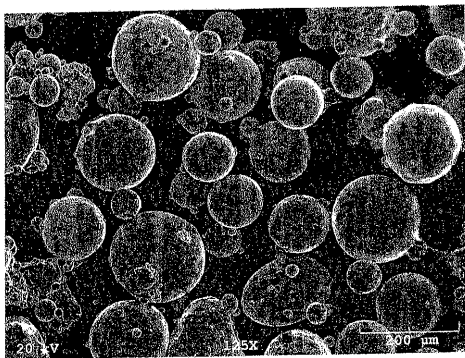


【 図 4 】



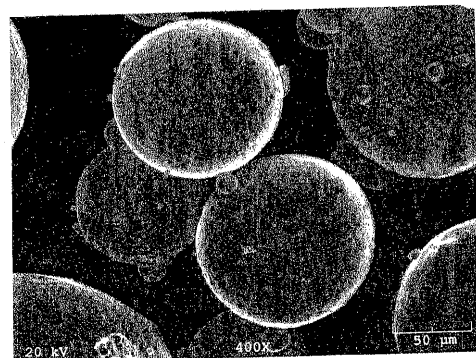
球状チタン合金 (Ti-6Al-4V粉末)

【 図 5 】



球状チタン粉末Ti-6Al-4V

【 図 6 】



球状チタン粉末Ti-6Al-4V

【手続補正書】

【提出日】平成25年12月26日(2013.12.26)

【手続補正1】

【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】

【特許請求の範囲】

【請求項1】

球状チタン合金粉末を生成するための処理法であって、合金化元素を添加してチタンスポンジの溶融池または溶融流を形成するステップと、前記溶融池の表面全体または前記溶融流内に不活性ガス流を吹き付けて、チタン合金の液滴粒子を前記溶融池または前記溶融流から取り出すステップと、前記取り出した液滴粒子を冷却および凝固して、球状チタン合金粉末を形成するステップとを含む、処理法。

【請求項2】

前記溶融池または前記溶融流が、プラズマ加熱装置において形成される、もしくはチタンスポンジおよび合金化元素を供給して共溶融することにより形成される、請求項1の処理法。

【請求項3】

前記合金化元素がアルミニウムおよびバナジウムを含む、好ましくはTi-6Al-4VもしくはTi-8Al-1Mo-1Vである、請求項2の処理法。

【請求項4】

(a) 前記合金化元素がプレアロイ化されている

(b) 前記不活性ガスがアルゴンを含む

(c) 前記溶融池に振動が加えられる

の1つ以上に特徴づけられる、請求項1-3のいずれかの処理法。

【請求項5】

チタン合金粉末を生成するための処理法であって、残留塩を含有する電解生成されたチタン粉末の溶融池または溶融流を形成するステップと、前記塩を蒸発させるステップと、前記塩を除去したチタンを合金化元素とともにプラズマ加熱装置に移してチタン合金の溶融池または溶融流を形成するステップと、チタン合金の前記溶融池の表面全体に、または前記チタン合金流内に不活性ガス流を吹き付けて、前記溶融物からチタンの液滴粒子を取り出すステップと、前記取り出した液滴粒子を冷却および凝固して、球状チタン合金粉末を形成するステップとを含む、処理法。

【請求項6】

(a) 前記残留塩を、減圧した不活性雰囲気下で加熱することによって蒸発させる

(b) 前記不活性ガスがアルゴンを含む

(c) 前記溶融池に振動が加えられる

の1つ以上に特徴づけられる、請求項5の処理法。

【請求項7】

球状チタン合金粒子を生成するための処理法であって、残留の塩化マグネシウムと金属マグネシウムを含有するチタンスポンジを、合金化元素とともにプラズマ溶融装置にて共溶融するステップと、塩化マグネシウムとマグネシウムを蒸発させてチタン合金の溶融池または溶融流を形成するステップと、前記溶融池の表面全体に、または前記溶融流内に不活性ガス流を吹き付けて、チタン合金の液滴粒子を取り出すステップと、前記取り出した液滴粒子を冷却して球状合金チタン粉末の粒子を生成する、処理法。

【請求項8】

(a) 前記不活性ガスがアルゴンを含む

(b) 前記液滴粒子が、前記合金溶融物をオリフィスに通過させて不活性ガス流で包み込むことによって形成され、時にアルゴンの液溜において前記液滴粒子を捕集するステッ

ブを含む

- (c) 前記溶融池に振動が加えられる
- (d) 前記処理法が連続的に実施される

の1つ以上に特徴づけられる、請求項7の処理法。

【請求項9】

球状チタン合金粒子を生成するための処理法であって、前記塩電解質流において500以上の動作温度で電解生成されたチタン粉末を、900以上で減圧下にて動作させた誘導加熱蒸発装置に移して、前記電解槽に戻った前記塩電解質を蒸発させ、前記得られたチタン粉末を合金化元素とともにプラズマ溶融装置に移して、合金の溶融池または溶融流を生成し、不活性ガスを前記溶融池上に、あるいは前記溶融流内に吹き付けて液滴粒子を取り出し、前記取り出した液滴粒子を冷却および凝固して球状のチタン合金粉末を生成する処理法。

【請求項10】

前記溶融池に振動が加えられる、請求項9の処理法。

【請求項11】

前記合金がTi-6Al-4VもしくはTi-8Al-1Mo-1Vである、請求項7の処理法。

【請求項12】

前記合金がTi-6Al-4VもしくはTi-8Al-1Mo-1Vである、請求項9の処理法。

【請求項13】

前記溶融物がインゴットから形成される、請求項1の処理法。

【請求項14】

連続的に実施される請求項1の処理法。

【請求項15】

連続的に実施される請求項9の処理法。

【 国際調査報告 】

CORRECTED

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/US 12/33652

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER IPC(8) - B22F 9/06; C22C 14/00 (2012.01) USPC - 75/338 According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) IPC (8) - B22F 9/06; C22C 14/00 (2012.01) USPC - 75/338 Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) PubWEST (PGPB,USPT,USOC,EPAB,JPAB) Terms - titanium sponge gas atomizer atomization plasma chloride Ti-8Al-1Mo-1V Ti-6Al-4V Google - spherical titanium powder droplets gas-atomization plasma-pool sponge		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 7,297,271 B2 (ONISHI, ET AL.) 20 November 2007 (20.11.2007), col 14, ln 16-22; col 17, ln 56-62	1, 6
X --- Y	US 2007/0082332 A1 (JONES, ET AL.) 22 March 2007 (22.03.2007), para [0030], [0034], [0036], [0070], [0081]	1, 3-5, 17, 21, 24-26, 28 2, 6-16, 18-20, 22-23, 27
Y	US 2006/0185473 A1 (WITHERS, ET AL.) 24 August 2006 (24.08.2006), paras [0022]-[0024]	2, 8-16, 19-20, 22-23, 27
Y	US 6,425,504 B1 (BESSER, ET AL.) 30 July 2002 (30.07.2002), col 7, ln 13-20	6, 10, 13-15
Y	US 7,682,556 B2 (HAN, ET AL.) 23 March 2010 (23.03.2010), abstract	7, 11, 16, 18
Y	US 4,602,947 A (MCCLINCY, ET AL.) 29 July 1986 (29.07.1986), col 1, ln 20-26; col 3, ln 6-24; col 6, ln 15-23	8-16, 20, 23, 27
Y	US 2005/0166706 A1 (WITHERS, ET AL.) 04 August 2005 (04.08.2005), para [0021]	8-11
Y	US 7,914,600 B2 (WITHERS, ET AL.) 29 March 2011 (29.03.2011), entire document	1-28
Y	US 2009/0272228 A1 (FORBES JONES, ET AL.) 05 November 2009 (05.11.2009), entire document	1-28
Y	US 4,639,281 A (SASTRY, ET AL.) 27 January 1987 (27.01.1987), entire document	1-28
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input type="checkbox"/>		
* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search 29 June 2012 (29.06.2012)		Date of mailing of the international search report 10 AUG 2012
Name and mailing address of the ISA/US Mail Stop PCT, Attn: ISA/US, Commissioner for Patents P.O. Box 1450, Alexandria, Virginia 22313-1450 Facsimile No. 571-273-3201		Authorized officer: Lee W. Young PCT Helpdesk: 571-272-4300 PCT DSP: 571-272-7774

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (July 2009)

CORRECTED

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/US 12/33852

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 2004/0123700 A1 (Zhou et al.) 1 July 2004 (01.07.2004)	1-28
A	US 5,332,197 A (Benz et al.) 26 July 1994 (26.07.1994)	1-28
A	US 5,213,610 A (Yolton et al.) 25 May 1993 (25.05.1993)	1-28
A	US 5,147,448 A (Roberts et al.) 15 September 1992 (15.09.1992)	1-28
A	US 4,999,051 A (Yolton et al.) 12 March 1991 (12.03.1991)	1-28
A	US 4,544,404 A (Yolton et al.) 1 October 1985 (01.10.1985)	1-28

フロントページの続き

(81)指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, T
J, TM), EP(AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, R
O, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA,
BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, H
U, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI
, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US,
UZ, VC, VN

(74)代理人 100173048

弁理士 小椋 正幸

(74)代理人 100148161

弁理士 秋庭 英樹

(74)代理人 100156535

弁理士 堅田 多恵子

(72)発明者 ウィザーズ, ジェームズ, シー .

アメリカ合衆国 アリゾナ州 8 5 7 5 0 ツーソン 6 5 9 4 イー . セルシアン プレイス

(72)発明者 ロートフィー, ラウフ

アメリカ合衆国 アリゾナ州 8 5 7 1 5 ツーソン 6 5 0 7 エヌ . ヴェンタナ キャニオン

Fターム(参考) 4K017 AA01 BA10 CA01 EC01

4K018 AA06 BA03 BA08 BA20