

(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2015-534603

(P2015-534603A)

(43) 公表日 平成27年12月3日(2015.12.3)

(51) Int.Cl.		F I		テーマコード (参考)
B 2 2 F 9/04 (2006.01)		B 2 2 F	9/04 E	4 K O 1 7
B 0 1 J 3/08 (2006.01)		B 0 1 J	3/08 A	

審査請求 有 予備審査請求 未請求 (全 18 頁)

(21) 出願番号	特願2015-531462 (P2015-531462)	(71) 出願人	514258982
(86) (22) 出願日	平成25年9月19日 (2013. 9. 19)		ヴィソケー ウセニ テクニケ フ ブル
(85) 翻訳文提出日	平成27年3月10日 (2015. 3. 10)		ネ
(86) 国際出願番号	PCT/CZ2013/000110		チェコ共和国 6 0 1 9 0 ブルノ ア
(87) 国際公開番号	W02014/044233		ントニンスカ 5 4 8 / 1
(87) 国際公開日	平成26年3月27日 (2014. 3. 27)	(74) 代理人	100079049
(31) 優先権主張番号	PV2012-646		弁理士 中島 淳
(32) 優先日	平成24年9月19日 (2012. 9. 19)	(74) 代理人	100084995
(33) 優先権主張国	チェコ (CZ)		弁理士 加藤 和詳
		(72) 発明者	セルコ、 ラディスラフ
			チェコ共和国 6 8 3 3 3 ネソヴィツ
			ェ-レットショフ レットショフ 5 9
		(72) 発明者	ハルザ、 ミロスラフ
			チェコ共和国 6 6 4 9 1 イヴァンチ
			ツェ ボト ヤクベム 3 8

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 キャピテーションによる磁性粉末の作製方法及びその方法を実行する装置

(57) 【要約】

ジェット管 (5) 内でキャピテーション気泡群が発生し、24 kHzまでの超音波周波数の強度でキャピテーション気泡が爆縮するときに、物質 (6) の表面に作用するパルス衝撃波が誘起され、それによってマイクロメータまたはナノメータ単位領域の寸法の粒子 (61) が遊離されるキャピテーションライン (1) 内における液体流制御の原理に基づく磁性粉末の作製方法であって、本発明の本質は、物質 (6) の粒子 (61) は液体媒質によってジェット管 (5) からヘッダ (7) に搬送され、そこで磁気要素 (8) によって捕集されることにある。液体用のタンク (2) と、少なくとも1つのポンプ (3) と、少なくとも1つの停止弁 (4) と、集束器 (51) とキャピテーション室 (52) と拡散器 (53) とから構成される少なくとも1つのキャピテーションジェット管 (5) と、が接続パイプ (11) を利用して組み込まれたキャピテーションライン (1) から成り、そのキャピテーション室 (52) は物質 (6) を固定するために変形されている装置であって、そのキャピテーションライン (1) には物質 (6) のキャピテーション遊離

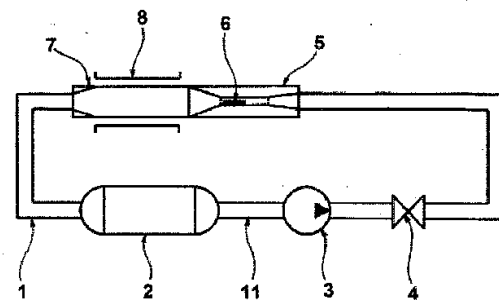


FIG. 1

【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

ジェット管(5)内でキャビテーション気泡群が発生し、最大24kHzの超音波周波数強度によりキャビテーション気泡が爆縮するときに、物質(6)の表面に作用するパルス衝撃波が誘起され、それによってマイクロメータまたはナノメータ単位領域の寸法の粒子(61)が遊離されるキャビテーションライン(1)における液体流制御の原理に基づく、磁性粉末の作製方法であって、

前記物質(6)の前記粒子(61)は、液体媒質によって前記ジェット管(5)からヘッダ(7)へ搬送され、そこで磁気要素(8)によって捕集される、磁性粉末の作製方法。

10

【請求項 2】

前記キャビテーションライン(1)内の液体の速度と、キャビテーションが最高強度で前記物質(6)の表面に作用する前記ジェット管(5)内のキャビテーション気泡群の位置とを、ポンプ(3)の助けにより制御する、請求項1に記載の磁性粉末の作製方法。

【請求項 3】

前記磁気要素(8)の作用によって生成される磁場の配置または分割により、前記物質(6)のキャビテーション遊離粒子(61)が選択的に捕集される、請求項1及び請求項2のいずれか一項に記載の磁性粉末の作製方法。

【請求項 4】

キャビテーションを利用して磁性粉末を作製するための装置であって、
液体用のタンク(2)と、
少なくとも1つのポンプ(3)と、
少なくとも1つの停止弁(4)と、
集束器(51)とキャビテーション室(52)と拡散器(53)で形成され、前記キャビテーション室(52)は物質(6)を固定するように変形されている、少なくとも1つのキャビテーションジェット管(5)と、
を接続管(11)を利用して組み込んだキャビテーションライン(1)で構成され、
前記キャビテーションライン(1)は、前記物質(6)のキャビテーション遊離粒子(61)を捕集するために、その長さに沿って磁気要素(8)が配置された少なくとも1つのヘッダ(7)を装備している、装置。

20

30

【請求項 5】

前記ヘッダ(7)は、前記キャビテーションライン(1)において前記キャビテーションジェット管(5)の前記拡散器(53)と協働する、請求項4に記載の装置。

【請求項 6】

前記ヘッダ(7)は、前記キャビテーションジェット管(5)の後方の空間内にある、キャビテーションライン(1)の接続管(11)の断面に等しいかそれより大きい断面を有するヘッダ管(71)で形成されている、請求項4及び請求項5のいずれか一項に記載の装置。

【請求項 7】

前記磁気要素(8)は、前記ヘッダ(7)の前記ヘッダ管(71)の周りに、その内周または外周に沿って配置されているか、または前記ヘッダ管(71)の内表面または外表面の一部の周りにある、請求項4～請求項6のいずれか一項に記載の装置。

40

【請求項 8】

前記磁気要素(8)は永久磁石(81)と電磁石(82)で構成されている、請求項4～請求項7のいずれか一項に記載の装置。

【請求項 9】

前記キャビテーションライン(1)は、相互接続されたモニタシステム(9)と制御ユニット(10)とを装備し、前記モニタシステム(9)と前記制御ユニット(10)へタンク(2)とポンプ(3)と停止弁(4)とキャビテーションジェット管(5)と磁気要素(8)の電磁石(82)とが接続されている、請求項4～請求項8のいずれか一項に記

50

載の装置。

【請求項 10】

前記モニタシステム(9)は、前記タンク(2)上に配置された表面センサ(91)と熱センサ(92)とを含む、請求項9に記載の装置。

【請求項 11】

前記モニタシステム(9)は圧力計の組(93)を装備している、請求項9及び請求項10のいずれか一項に記載の装置。

【請求項 12】

前記圧力計の組(93)は、キャビテーションライン(1)のポンプ(3)の吸引部とポンプ(3)の送出部に位置する少なくとも2つの圧力センサ(931)をその一部に含み、かつ前記キャビテーション室(52)内と前記キャビテーションジェット管(5)の前記拡散器(53)内に配置された少なくとも2つの圧力読取器(932)をその一部に含む、請求項11に記載の装置。

10

【請求項 13】

前記モニタシステム(9)は、液体の温度と速度を制御するための熱検出器(94)と流量計(95)を含む、請求項9～請求項12のいずれか一項に記載の装置。

【請求項 14】

前記モニタシステム(9)は、前記キャビテーションジェット管(5)の前記キャビテーション室(52)内に配置された、振動記録のための液体媒質加速の走査ユニット(96)を装備している、請求項9～請求項13のいずれか一項に記載の装置。

20

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は金属材料処理の分野にあって、個別粒子がマイクロメートル及びナノメートルの寸法を有する磁性粉末の作製法に関する。これはキャビテーションにより達成され、本方法実現のための装置も本発明の一部である。

【背景技術】

【0002】

粉末作製に利用される現在の技術はほとんどすべての既知材料からの粉末製造に利用可能であるが、最も一般的なものは、非常に高純度の金属や合金からの工業用粉末製造である。これは金属粉末が特にその形態、寸法、化学組成の観点から利用されるからである。現在のところ最も広く利用される金属粉末は、マイクロ粒子からナノ粒子の寸法領域である。ナノ粉末の場合、各粒子が非常に小さいので、その挙動は原子間力や、化学結合特性、量子効果の影響も受けるが、多くの工業分野へ適用されて、その分野における特定の要求をその粉末利用によって満たしている。

30

【0003】

金属粉末作製には、金属塊の機械的な粉碎または破砕を利用する物理的方法か化学的方法が通常用いられるが、粉末作製の基本技術は2つの基本グループに分けることができる。技術の1つのグループは、水または気体環境中でのアトマイズ法、ボールミル粉碎及び/又は研削、メカニカルアロイング、または電気分解を利用する微細粉作製分野に関するものである。技術のもう1つグループは、ナノ粉末及びその凝集粒子作製のためのものであり、所望の金属の酸化物を化学的または電気化学的に分解する方法が用いられる。そしてその粉末作製法の適合の可否は、製造速度、粉末特性、あるいは元の材料の物理的特性と化学的特性に依存する。特別な技術を用いれば、ナノ粒子(0.01～0.1 g/m)から、超微粉(0.1～1 g/m)、微粉(1～150 g/m)までの寸法領域の金属粉末を作製することが可能である。

40

【0004】

微細金属粉を作製する最も簡単な方法は機械的な研削または粉碎であり、サーメット、硬質金属や酸化物、またはセラミックスのような脆性材料に特に利用される。これらは硬度が高いので、1 g/m(10⁶ m)の大きさの粒子からなる粉末を問題なく手に入れる

50

ことができる。粉碎または研削方法そのものを利用して金属粉末を製造するいくつかの技術手法が、例えば韓国特許出願第20110069909号明細書、チェコ共和国特許出願第2001-3359(A3)号明細書に記述されている。この技術の欠点は、殆どの金属材料には延性があるということから生じる。高い靱性により材料がむしろ塑性化されて引き伸ばされるために微細粉の製造には問題が多く、粉碎装置もまたひどく汚染される可能性がある。金属粉末の製造には、活性ガスの利用も可能である。例えば水素は、材料を水素化物にして脆性の増大を支援するが、それと同時にこうして作製された粉末の化学的、物理的、機械的特性を変化させる。

【0005】

粉碎技術に類似した方法として、アトライタ(atritor)またはボールミルを利用するメカニカルアロイング法がある。金属粉末の製造にアロイングを利用する例は、たとえば国際公開第2012047868(A2)号パンフレットに記載されている。元素状の粉末結晶金属や合金、化合物を低エネルギーまたは高エネルギーで動的粉碎して行うメカニカルアロイングは、ナノ結晶やアモルファスのような微細構造を有する粉末材料を得るための方法である。この方法の本質は、冷間圧接処理と後続する粒子分割の一連の処理によって初期材料に更なる追加元素が混入されることである。これらは周期表の特定の元素や好適な合金粉末であってもよいし、さらにはその酸化物、炭化物、窒化物またはその他のセラミック材料であってもよい。この方法では、特に粉末の微細度を上げるために、活性ガスまたは不活性ガスを大量に消費する非常に長い処理時間がかかる。この技術の別の不利な点は、粉末製造用の初期前駆物質には予備処理を必要とすることであり、そのためにより多くの時間とコストが必要な方法となっている。

【0006】

金属粉末作製の更なる方法は、溶融した流れを液体または気体の媒質中に噴霧するアトマイズ技術である。アトマイズ法は現在の市場における金属粉末作製の主要な方法である。アルミニウム、銅、鉄、低炭素鋼、高炭素鋼、耐候鋼、耐火鋼と工具鋼、ニッケルとコバルト基のスーパーアロイ、チタン合金、などをベースとする金属粉末の製造が可能である。アトマイズ法の本質は、基本量の前駆体を溶融させ、その溶融液滴を主として気体または液体環境中に噴霧することにある。アトマイズ法における1つの選択肢は、例えば国際公開第2012023684(A1)号パンフレット、米国特許出願公開第2011277590(A1)号明細書、米国特許出願公開第2010176524(A1)号明細書に記載されているような、プラズマによる化学的分解である。アトマイズ法によれば通常150 μm までの粒径の粉末が作製可能である。ただしサブミクロン(ナノメートル級)の大きさの粉末の作製には課題がある。それはアトマイズ法による金属粉末生成の本質的限界が現在のところ粒径1 μm ~5 μm の境界上にあるからである。

【0007】

ナノメートルの大きさの特定の粒子からなる粉末の作製には、粉末製造が本質的に元の材料の初期の化学組成を変化させる化学反応である場合には、最も普通には化学的原理とプロセスが用いられる。結果的に金属のナノ粉末を得るために最も一般的に利用される技術は、酸化物、金属、希釈液からの析出物、蒸気からの凝縮物、熱分解物、または電解析出物の化学的または電気化学的な分解である。これらは、特に投入原材料及び電気エネルギーの消費と相対的に長い作業時間に対して全体的な経済上の要求があるが、比較的単純なプロセスである。ただしこの方法で製造されるナノ粉末は化学的純度が高いために、市場におけるこれらの製品の購入値段は比較的高い。化学的方法による粉末製造方法は、例えば中国特許出願第101962210(A)号明細書、中国特許出願第102190299(A)号明細書、韓国特許出願第20060112546号明細書、チェコ共和国特許第302249(B6)号明細書、チェコ共和国特許第300132(B6)号明細書に記載されている。

【0008】

あらゆる領域のその他の技術とプロセスも金属粉末作製に利用される。ただしこれらのすべてのプロセスは特にナノ粒子の製造に使われる場合、多くのエネルギーを必要とし、か

10

20

30

40

50

つ技術の購入コストが非常に高い。現在のところ、世界中の多くの研究チームが、製造に対する経済的要求の観点からのみではなく、環境保護と製造プロセスにおけるエネルギー需要を低下させる観点から、ナノ粉末の作製につながる新しい技術とプロセスの探索に従事している。金属粉末作製のための全く新しい方法の一つは、キャビテーションの利用であるが、これについてはこれまで、水中環境で作動する機械及び装置の材料に対して永続的かつ不可逆的な損傷を与える望ましくない効果が広く知られている。キャビテーションそのもののメカニズムは液体媒質中の減圧で生成される膨大な量の気泡の形成から成り、これがバリア表面によって爆縮し、その結果材料表面に直接作用する動的圧力が形成され、材料の部分同士が次第に分離、すなわちキャビテーション遊離を起こす。材料のキャビテーション抵抗を設定するために、特別に変形されたキャビテーションライン上で人工的にキャビテーションの発生が行われている。そこでは特別なジェットの助けにより、試験材料上にキャビテーションが人工的に誘起され、経時的な重量減少が評価される。キャビテーションに対する材料の抵抗は複数の特性の総和であり、堅固さ、引張強さ、硬度、ピーク荷重、融点、加工性、化学組成などに明確に分類することはできない。塑性変形に対する高い抗力、微細な均一粒構造、表面層での圧縮応力、高い硬度及び高い耐食性を有する材料が、非常に良好なキャビテーション抵抗を持っている。その反対に、腐食形成の傾向を持ち、構造が不均一で、内部に引張り応力があり、変形抵抗が小さくて表面の粗い材料は、キャビテーション疲労を大いに受けやすい。そして、中国特許出願 1 0 2 1 7 5 5 6 1 号明細書には、キャビテーション浸食による材料抵抗試験を可能とする技術方法が記載されている。試験装置にはパイプシステムが装備され、そこには、水タンク、遠心ポンプ、及びキャビテーション効果の形成を可能とするベンチュリ管が組み込まれている。流動する媒質のパラメータは、気圧計と流量計と制御バルブセットによってモニタ及び制御が行われる。さらに、液体中の微生物を殺菌するためのキャビテーション装置が、チェコ共和国特許第 3 0 3 1 9 7 号明細書により公知である。ここには流入部、ポンプ、キャビテーション管、及び排出部の、相互に直列接続された部品を含む装置が記載されている。ここでキャビテーション管は、相互に結合されたチャンバと集束器と拡散器で形成されている。ただし、キャビテーション管は直列に配置された複数の作業チャンバを含んでもよいし、または 2 つ以上のキャビテーション管が接続管ラインで接続されて並列になっているもよい。

10

20

30

40

50

【先行技術文献】

【特許文献】

【0 0 0 9】

【特許文献 1】韓国特許出願第 2 0 1 1 0 0 6 9 9 0 9 号明細書

【特許文献 2】チェコ共和国特許出願第 2 0 0 1 - 3 3 5 9 (A 3) 号明細書

【特許文献 3】国際公開第 2 0 1 2 0 4 7 8 6 8 (A 2) 号パンフレット

【特許文献 4】国際公開第 2 0 1 2 0 2 3 6 8 4 (A 1) 号パンフレット

【特許文献 5】米国特許出願公開第 2 0 1 1 2 7 7 5 9 0 (A 1) 号明細書

【特許文献 6】米国特許出願公開第 2 0 1 0 1 7 6 5 2 4 (A 1) 号明細書

【特許文献 7】中国特許出願第 1 0 1 9 6 2 2 1 0 (A) 号明細書

【特許文献 8】中国特許出願第 1 0 2 1 9 0 2 9 9 (A) 号明細書

【特許文献 9】韓国特許出願第 2 0 0 6 0 1 1 2 5 4 6 号明細書

【特許文献 1 0】チェコ共和国特許第 3 0 2 2 4 9 (B 6) 号明細書

【特許文献 1 1】チェコ共和国特許第 3 0 0 1 3 2 (B 6) 号明細書

【特許文献 1 2】中国特許出願 1 0 2 1 7 5 5 6 1 号明細書

【特許文献 1 3】チェコ共和国特許第 3 0 3 1 9 7 号明細書

【特許文献 1 4】米国特許第 6 8 2 4 0 8 6 号明細書

【特許文献 1 5】特開 2 0 1 1 - 0 8 9 1 5 6 明細書

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0 0 1 0】

本発明の目的は全く新しい金属粉末の作製方法を導入することであり、その本質は、キャビテーションライン内で磁性材料のキャビテーション遊離物質を生成することである。ただし、水流または別の液体媒質で搬送されるキャビテーション遊離物質は、キャビテーション遊離の後、磁場中で捕集される。本発明は、製造装置の購入コスト及び運転コストを部分的に低減し、かつ原材料に特別の準備を必要としないで金属粉末製造のプロセス時間短縮を可能とするものである。ただし、本提案の金属粉末作製方法は種類の異なる磁性材料に対しても適用可能である。

【課題を解決するための手段】

【0011】

上記の目的は、キャビテーションライン内で液体流を制御する原理に基づく磁性粉末の作製方法である本発明によりかなりが達成される。ここで、ジェット管内でキャビテーション気泡群が形成されて、最大で24kHzの超音波周波数強度でキャビテーション気泡が爆縮されると、誘起されたパルス衝撃波が物質表面に作用し、それによってマイクロメートルからナノメートル単位領域の大きさの粒子が遊離される。本発明の本質は、物質粒子が液体媒質によってジェット管からヘッダへ運び出され、そこで磁気要素によって捕集されることである。

10

【0012】

キャビテーションライン内の液体速度と、キャビテーションが最高強度で物質表面と反応する、ジェット管内でのキャビテーション気泡群の位置とが、ポンプによって制御されれば有利である。

20

【0013】

さらに、磁気要素の作用により生じる磁場の配置または分割によって、物質のキャビテーション遊離粒子が選択的に捕集されれば有利である。

【0014】

同様に本発明の本質は、キャビテーションを利用して磁性粉末を作製する、キャビテーションラインから成る装置である。ここには、接続管ラインを利用して、液体用のタンクと、少なくとも1つのポンプと、少なくとも1つの停止弁と、少なくとも1つのキャビテーションジェット管が組み込まれ、キャビテーションジェット管は集束器とキャビテーション室と拡散器とで形成される。ただしキャビテーション室は物質の収納用に変形され、キャビテーションラインはキャビテーション遊離粒子を捕集するために、磁気要素が配置された少なくとも1つのヘッダを装備している。

30

【0015】

有利な設計において、キャビテーションラインのヘッダはキャビテーションジェット管の拡散器と協働する。ただしヘッダは、キャビテーションジェット管より後方にある、キャビテーションラインの接続管の断面よりも同じか大きな断面を持つ回収管で形成されている。

【0016】

最適な場合には、磁気要素はヘッダの回収管の周りに、その内周または外周の全長に沿って配置されるか、または回収管の内表面または外表面の一部の周りに配置される。ここで、磁気要素が永久磁石と電磁石の複合物であれば望ましい。

40

【0017】

キャビテーションラインの最適な設定では、相互接続されたモニタシステムと制御ユニットが装備される。これはタンク、ポンプ、停止弁、キャビテーションジェット管及び磁気要素の電磁石に接続される。

【0018】

さらに、モニタシステムがタンク上に配置された表面センサと熱センサを含み、圧力計の組を備えていれば好ましい。ただし最適な場合には、圧力計の組は、キャビテーションラインに配置された、ポンプ吸入用とポンプ送出部の上の少なくとも2つの圧力センサだけではなく、ジェット管のキャビテーション室と拡散器の中に配置された少なくとも2つの圧力読取器も含んでいる。

50

【 0 0 1 9 】

同様に、モニタシステムが液体の温度と速度を制御するための熱センサと流量計を含み、高速化した液体媒質の振動を記録するために、ジェット管のキャビテーション室内に配置された読取ユニットを装備していれば有利である。

【 0 0 2 0 】

本発明が達成されると、現在公知の方法に比べて新規で高効率の、キャビテーションによるナノメートルまたは超微細寸法の金属粉末の直接作製方法が可能となる。そして、エネルギー、経費、時間に対する要求が比較的小さい製造プロセスが確保される。

【 0 0 2 1 】

本発明設計の具体的な例を添付の図面で簡単に表示する。

10

【図面の簡単な説明】

【 0 0 2 2 】

【図 1】金属粉末作製のための基本部品を備えたキャビテーション装置の基本概略図である。

【図 2】基本部品と支援部品を備えたキャビテーション装置の拡張概略図である。

【図 3】キャビテーションされる物質の収納位置にあるキャビテーションジェット管の長さ方向と垂直方向の断面図である。

【図 4】磁気システムの配置が可変であるヘッダの長さ方向と垂直方向の断面図である。

【図 5】マイクロメータ領域の大きさを持つ、凝集したナノ粉末鉄の構造の顕微鏡写真である。

20

【図 6】300nmより小さい領域の寸法の非凝集ナノ粉末鉄の構造の顕微鏡写真である。

【図 7】キャビテーションジェット管が3層並列配置された、代替設計によるキャビテーション装置を示す図である。

【図 8】代替設計のヘッダと磁気システムの長さ方向断面図である。

【発明を実施するための形態】

【 0 0 2 3 】

本発明及びそれにより記述される特定の設計の実施例を示す図面は、いかなる場合においても請求範囲に規定される保護範囲を制限するものではなく、単に本方法の本質を明らかにするためのものである。

30

【 0 0 2 4 】

図 1 に基本設計を示す金属粉末作製装置は、閉鎖回路の形をしたキャビテーションライン 1 で構成され、そこには複数の部品、すなわち液体用のタンク 2、ポンプ 3、停止弁 4、キャビテーションジェット管 5 とヘッダ 7 が直列に組み込まれている。ここでこれらの部品は、直接または接続管ライン 11 によって相互に連結されており、キャビテーション室 52 はキャビテーションされる物質 6 を収納するために変形されている。

【 0 0 2 5 】

代替設計による装置が図 2 に概略的に示されている。ここではキャビテーションライン 1 にモニタシステム 9 と制御ユニット 10 が組み込まれている。制御ユニット 10 にはモニタシステム 9 だけでなくキャビテーションライン 1 に組み込まれた具体的な制御部品、すなわちタンク 2、ポンプ 3、停止弁 4、キャビテーションジェット管 5 と磁気要素 8 が接続されている。有利な設計においては、タンク 2 は冷却システム 21 を備え、ポンプ 3 は周波数変換器 31 を備えている。モニタシステム 9 そのものは、タンク 2 に配置されたフィードバック用表面センサ 91 と熱センサ 92 を含み、その部品は液体中の圧力を監視するための圧力計の組 93 でもある。圧力計の組 93 には、キャビテーションライン 1 のポンプ 3 の吸入部とポンプ 3 の送出部にある 2 つの圧力センサ 931 と、ジェット管 5 のキャビテーション室 52 と拡散器 53 に直接配置された 2 つの圧力読取器 932 が含まれる。同じようにモニタシステム 9 には、フィードバック比較用熱検出器 94 と、ジェット管 5 に入る液体の速度計測用の流量計 95 が装備されている。モニタシステム 9 のさらなる部品には液体媒質加速の走査ユニット 96 があり、これはジェット管 5 内に直接配置さ

40

50

れている。

【 0 0 2 6 】

キャビテーションジェット管 5 が図 3 に示されており、一体的に結合された複数の部品から構成されている。吸引部が円錐台形の集束器 5 1 で形成され、中央部は円筒形のキャビテーション室 5 2 であり、拡散器 5 3 による排出部もまた円錐台形である。キャビテーション室 5 2 にはキャビテーションされる物質 6 が、色々な形をした磁性を持つ大容積材料としてしっかり固定されている。例示的な設計ではこの固定は少なくとも 1 つのねじで行われている。

【 0 0 2 7 】

ヘッダ 7 がジェット管 5 の拡散器 5 3 と協働し、ヘッダ 7 の周りには外側から外周を取り巻いて磁気要素 8 が配置されている。このヘッダ 7 はキャビテーションジェット管 5 の後方の空間内に成形されたヘッダ管 7 1 として実現されており、入口と出口が円錐台となっており、中心部は接続管 1 1 の断面よりも大きな断面を持った円筒形となっている。磁気要素 8 自体は、永久磁石 8 1 で形成されているか、永久磁石 8 1 と電磁石 8 2 で構成されている。磁気要素 8 はヘッダ 7 のヘッダ管 7 1 の外壁に沿って配置されている。すなわち図 4 から明らかなように、外周部の周り全体、または外表面の一部のみに配置されている。

10

【 0 0 2 8 】

基本的な設計の装置での金属粉末を作製は、次のようである。キャビテーションライン 1 において、ポンプ 3 によりタンク 2 から汲み出された液体がジェット管 5 の中に入る。そこで流体媒質はまず集束器 5 1 を通過する。この動作により液体速度が大きく上昇し、それと同時に圧力が低下する。すなわち飽和蒸気圧より低くなる。それにより最初に液中にキャビテーション気泡が生じ、これが非常に高速でキャビテーション室 5 2 の中へ入る。物質 6 が固定されているキャビテーション室 5 2 において、キャビテーション気泡群が発生し、キャビテーション気泡が爆縮する。これにより液体中にパルス衝撃波の形成が誘起され、物質 6 の表面に作用する。液体媒質中のキャビティの爆縮により誘起された動的な圧縮応力が作用する結果、物質 6 上で磁性材料の粒子 6 1 が遊離される。液体はその後キャビテーション室 5 2 から拡散器 5 3 へ流れ、そこで流速が減少して次第にキャビテーションが終息する。拡散器 5 3 から液体が直接ヘッダ 7 へ導かれ、そこで物質 6 のキャビテーション遊離粒子 6 1 が捕集される。キャビテーション遊離された物質 6 の粒子 6 1 の分離そのものは、ヘッダ 7 のヘッダ管 7 1 を流れる液体の速度が低下するためと、磁気要素 8 から放出される磁場の作用によって可能となり、ヘッダ管 7 1 の内壁上に物質 6 のキャビテーション遊離粒子 6 1 が捕集される。接続管 1 1 により、液体はヘッダ 7 からタンク 2 へ戻される。

20

30

【 0 0 2 9 】

代替の設計では、金属粉末作製は次のように進む。モニタシステム 9 により、流動する媒質のパラメータがモニタされて制御される。ここでモニタシステム 9 と、キャビテーションプロセスに影響する特定の部品 2、3、4、5、8 が制御ユニット 1 0 に接続され、それによって金属粉末製造プロセスの評価、設定、制御が行われる。タンク 2 の冷却システム 2 1 によって液体が冷却され、また液体の補充またはタンク 2 からの放出が制御される。圧力読取器 9 3 2 がキャビテーション室 5 2 と拡散器 5 3 内でのキャビテーション気泡群の強度と気泡の消滅位置に関する情報記録を行う。それによって、ポンプ 3 の性能と、ジェット管 5 内のキャビテーション気泡群位置の変更とを効率よく制御できる。

40

【 0 0 3 0 】

液体媒質加速の走査ユニット 9 6 は、直交座標系の既定軸内の振動をモニタすることで、少なくともキャビテーションの強い場所であるジェット管 5 への入り口とヘッダ 7 直前の出口における振動を記録することができる。ポンプ 3 の周波数変換器 3 1 が、物質 6 の表面上におけるキャビテーション効果の長さ方向への移動を制御し、ジェット管 5 内に誘起されるキャビテーションの強度を設定する役割を果たす。ここで、圧力センサ 9 3 1 によってポンプ 3 の入口と送出部の液体圧力がモニタされる。そうして、磁気要素 8 の永久

50

磁石 8 1 は、電磁石 8 2 の場合にスレーブユニットとして技術システムへのプラグインの役割を果たし、停電時の粉末製造の損失を防止し、キャピテーションシステムの汚染の可能性を防止する機能がある。

【 0 0 3 1 】

ヘッダ 7 に捕集される物質 6 のキャピテーション遊離粒子 6 1 には 2 つの状態があり得る。すなわち、図 5 に示すようなマイクロメートル単位領域の寸法をしたキャピテーション遊離ナノ粉末であるか、または図 6 からわかるような、300 ナノメートルよりも小さい寸法のナノ粉末の、直接的な非凝集粒子である。磁気要素 8 の磁場の配置または分割によって、物質 6 のキャピテーション遊離粒子 6 1 を選択的に捕集することが可能である。つまり、液体が存在しない場合か、液体が永続的に存在する場合であり、後者の場合には非常に反応性の高い物質が、例えば酸化のような周囲環境との望ましくない反応を起こすことを防止できる。

10

【 0 0 3 2 】

1 本の循環パイプシステムの形で実現した上記のキャピテーション 1 の構成は、本発明の唯一可能な設計ではない。図 7 に示すように、キャピテーションライン 1 の接続管 1 1 を 3 組の平行なショルダ型パイプ 1 1 1 で実現することができる。ここで各ショルダ型パイプ 1 1 1 には独立した停止弁 4 とジェット管 5 とヘッダ 7 と磁気要素 8 が装備されている。このように接続される、キャピテーションライン 1 のショルダ型パイプ 1 1 1 の数には制限がない。さらに磁気要素 8 は、一定強度の磁場、または流れ方向に対して最弱から最強の強度となるような磁場、を放出することができる。永久磁石 8 1 及び / 又は電磁石 8 2 はヘッダ 7 のヘッダ管 7 1 の外側に配置される。ただし、ヘッダ 7 内部の内径全周に配置することも可能であり、また分割して液体が流れるヘッダ 7 の下部、及び / 又は逆に液体が流れない上部のいずれかに配置することもできる。代替設計においては、例えば保護ポリマーフィルムを被覆した磁気要素 8 をヘッダ 7 のヘッダ管 7 1 の内壁に形成することも可能である。キャピテーションライン 1 の接続管 1 1 またはヘッダ 7 のヘッダ管 7 1 の断面は、円形、楕円形、矩形、多角形、定形、不定形または相互の組合せ形であってよい。ただし、ヘッダ 7 は、図 8 から明らかなようにジェット管 5 の後方においては、キャピテーションライン 1 の接続管 1 1 の断面と同じかそれより大きい断面を持つヘッダ管 7 1 で形成される。ジェット管 5 への物質 6 の取り付けとその形状に関する実施例では、ねじで取り付けるといった要点のみが明らかとされているが、その取り付け方は別のものであってもよく、例えば溝によるもの、溶接、滑り込み方式、接着剤によるもの、などでもよい。

20

30

【 0 0 3 3 】

本発明による磁性粉末の作製方法は、誘起されたキャピテーションが挿入された物質 6 の表面に作用するキャピテーションライン 1 における液体流を制御するという原理に基づいている。キャピテーションの効率的な誘起と作用はジェット管 5 の中で実現される。その中のキャピテーション作用室 5 2 内に物質 6 が部分固定され、キャピテーション気泡群の発生と最大 24 kHz の超音波周波数強度でのキャピテーション気泡の爆縮が部分的に起きる。それにより、物質 6 の表面に作用する動的圧縮応力の発生が誘起される。ポンプ 3 によって、キャピテーションライン 1 内の液体速度の制御が可能であり、それによって、物質 6 の表面に最大強度で作用するキャピテーション位置の移動が長さ方向に制御される。物質 6 のキャピテーションを受けた表面からナノメートルまたはマイクロメートル単位領域の寸法の超微細粒子 6 1 が遊離される。物質 6 のこれらの粒子 6 1 は、液体媒質によってジェット管 5 からヘッダ 7 へ搬送され、そこで粒子は分離形となり、液体は閉鎖系をさらに流れてゆく。物質 6 のキャピテーション遊離粒子 6 1 の分離そのものは、流動液体の速度が下がることによって、磁気要素 8 から放出される磁場と相互作用する地点で可能であり、そこではヘッダ 7 の内壁に、物質 6 のキャピテーション遊離粒子 6 1 が捕集される。磁気要素 8 の磁場を好適に配置または分割することで、例えばもはや流動液体がなくて周囲環境となっているヘッダ管 7 1 の上部や、流動液体と永続的に接触していて、反応性の高い物質でも周囲環境との望ましくない反応が回避可能である、キャピテーション

40

50

室 5 2 の下部などへ、物質 6 のキャビテーション遊離粒子 6 1 を選択的に捕集することが可能である。

【産業上の利用可能性】

【0034】

本発明は粉末冶金、および個々の粒子がナノメートルまたはマイクロメートルの大きさの金属粉末の製造の分野に関する。特にナノ材料の利用は、健康管理、工学、土木工学、化学工業、繊維工業または電気工学工業などの多くの異なる工業分野において実用の可能性が大いに広がっている。

【符号の説明】

【0035】

1	キャビテーションライン	10
1 1	接続管	
1 1 1	ショルダ型パイプ	
2	タンク	
2 1	冷却システム	
3	ポンプ	
3 1	周波数変換器	
4	停止弁	
5	ジェット管	
5 1	集束器	20
5 2	キャビテーション室	
5 3	拡散器	
6	物質	
6 1	粒子	
7	ヘッダ	
7 1	ヘッダ管	
8	磁気要素	
8 1	永久磁石	
8 2	電磁石	
9	モニタシステム	30
9 1	表面センサ	
9 2	熱センサ	
9 3	圧力計の組	
9 3 1	圧力センサ	
9 3 2	圧力読取器	
9 4	制御用熱検出器	
9 5	流量計	
9 6	走査ユニット	
1 0	制御ユニット	

【 図 1 】

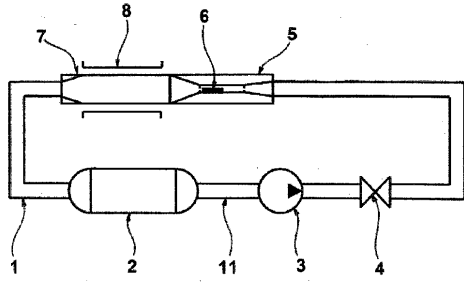


FIG. 1

【 図 2 】

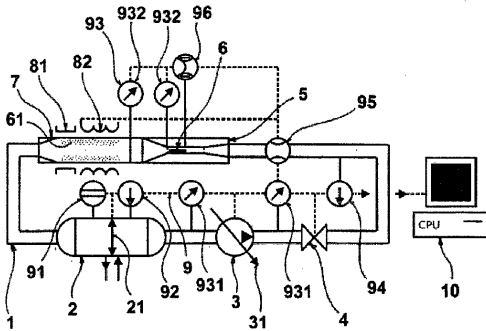


FIG. 2

【 図 3 】

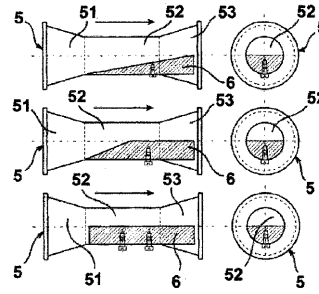


FIG. 3

【 図 4 】

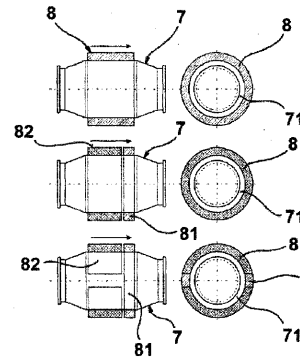


FIG. 4

【 図 5 】



FIG. 5

【 図 6 】

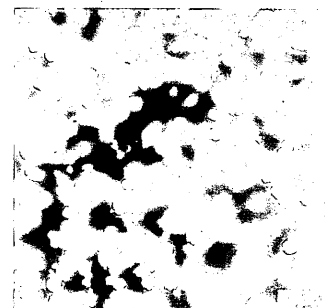


FIG. 6

【 図 7 】

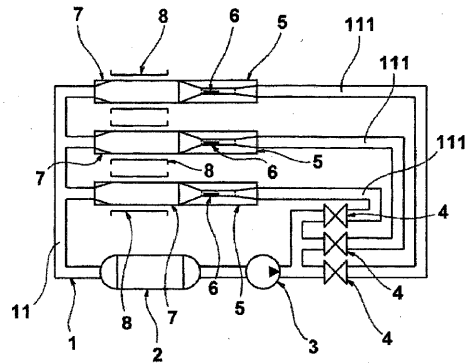


FIG. 7

【 図 8 】

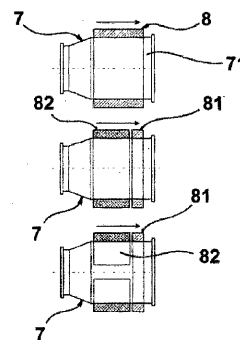


FIG. 8

【手続補正書】

【提出日】平成27年6月5日(2015.6.5)

【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】

ジェット管(5)内でキャビテーション気泡群が発生し、最大24kHzの超音波周波数強度によりキャビテーション気泡が爆縮するときに、物質(6)の表面に作用するパルス衝撃波が誘起され、それによってマイクロメートルまたはナノメートル単位領域の寸法の粒子(61)が遊離されるキャビテーションライン(1)における液体流制御の原理に基づく、磁性粉末の作製方法であって、

前記物質(6)の前記粒子(61)は、液体媒質によって前記ジェット管(5)からヘッダ(7)へ搬送され、そこで磁気要素(8)によって捕集される、磁性粉末の作製方法。

【請求項 2】

前記キャビテーションライン(1)内の液体の速度と、キャビテーションが最高強度で前記物質(6)の表面に作用する前記ジェット管(5)内のキャビテーション気泡群の位置とを、ポンプ(3)の助けにより制御する、請求項1に記載の磁性粉末の作製方法。

【請求項 3】

前記磁気要素(8)の作用によって生成される磁場の配置または分割により、前記物質(6)のキャビテーション遊離粒子(61)が選択的に捕集される、請求項1及び請求項2のいずれか一項に記載の磁性粉末の作製方法。

【請求項 4】

キャビテーションを利用して磁性粉末を作製するための装置であって、

液体用のタンク(2)と、

少なくとも1つのポンプ(3)と、

少なくとも1つの停止弁(4)と、

集束器(51)とキャビテーション室(52)と拡散器(53)で形成され、前記キャビテーション室(52)は物質(6)を固定するように変形されている、少なくとも1つのキャビテーションジェット管(5)と、

を接続管(11)を利用して組み込んだキャビテーションライン(1)で構成され、

前記キャビテーションライン(1)は、前記物質(6)のキャビテーション遊離粒子(61)を捕集するために、その長さに沿って磁気要素(8)が配置された少なくとも1つのヘッダ(7)を装備している、装置。

【請求項 5】

前記ヘッダ(7)は、前記キャビテーションライン(1)において前記キャビテーションジェット管(5)の前記拡散器(53)と協働する、請求項4に記載の装置。

【請求項 6】

前記ヘッダ(7)は、前記キャビテーションジェット管(5)の後方の空間内にある、キャビテーションライン(1)の接続管(11)の断面に等しいかそれより大きい断面を有するヘッダ管(71)で形成されている、請求項4及び請求項5のいずれか一項に記載の装置。

【請求項 7】

前記磁気要素(8)は、前記ヘッダ(7)の前記ヘッダ管(71)の周りに、その内周または外周に沿って配置されているか、または前記ヘッダ管(71)の内表面または外表面の一部の周りにある、請求項6に記載の装置。

【請求項 8】

前記磁気要素(8)は永久磁石(81)と電磁石(82)で構成されている、請求項4～請求項7のいずれか一項に記載の装置。

【請求項9】

前記キャビテーションライン(1)は、相互接続されたモニタシステム(9)と制御ユニット(10)とを装備し、前記モニタシステム(9)と前記制御ユニット(10)へタンク(2)とポンプ(3)と停止弁(4)とキャビテーションジェット管(5)と磁気要素(8)の電磁石(82)とが接続されている、請求項4～請求項8のいずれか一項に記載の装置。

【請求項10】

前記モニタシステム(9)は、前記タンク(2)上に配置された表面センサ(91)と熱センサ(92)とを含む、請求項9に記載の装置。

【請求項11】

前記モニタシステム(9)は圧力計の組(93)を装備している、請求項9及び請求項10のいずれか一項に記載の装置。

【請求項12】

前記圧力計の組(93)は、キャビテーションライン(1)のポンプ(3)の吸引部とポンプ(3)の送出部に位置する少なくとも2つの圧力センサ(931)をその一部に含み、かつ前記キャビテーション室(52)内と前記キャビテーションジェット管(5)の前記拡散器(53)内に配置された少なくとも2つの圧力読取器(932)をその一部に含む、請求項11に記載の装置。

【請求項13】

前記モニタシステム(9)は、液体の温度と速度を制御するための熱検出器(94)と流量計(95)を含む、請求項9～請求項12のいずれか一項に記載の装置。

【請求項14】

前記モニタシステム(9)は、前記キャビテーションジェット管(5)の前記キャビテーション室(52)内に配置された、振動記録のための液体媒質加速の走査ユニット(96)を装備している、請求項9～請求項13のいずれか一項に記載の装置。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0003

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0003】

金属粉末作製には、金属塊の機械的な粉碎または破碎を利用する物理的方法か化学的方法が通常用いられるが、粉末作製の基本技術は2つの基本グループに分けることができる。技術の1つのグループは、水または気体環境中でのアトマイズ法、ボールミル粉碎及び/又は研削、メカニカルアロイング、または電気分解を利用する微細粉作製分野に関するものである。技術のもう1つグループは、ナノ粉末及びその凝集粒子作製のためのものであり、所望の金属の酸化物を化学的または電気化学的に分解する方法が用いられる。そしてその粉末作製法の適合の可否は、製造速度、粉末特性、あるいは元の材料の物理的特性と化学的特性に依存する。特別な技術を用いれば、ナノ粒子($0.01 \sim 0.1 \mu\text{m}$)から、超微粉($0.1 \sim 1 \mu\text{m}$)、微粉($1 \sim 150 \mu\text{m}$)までの寸法領域の金属粉末を作製することが可能である。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0004

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0004】

微細金属粉を作製する最も簡単な方法は機械的な研削または粉碎であり、サーメット、

硬質金属や酸化物、またはセラミックスのような脆性材料に特に利用される。これらは硬度が高いので、 $1\text{ }\mu\text{m}$ (10^{-6}m) の大きさの粒子からなる粉末を問題なく手に入れることができる。粉碎または研削方法そのものを利用して金属粉末を製造するいくつかの技術手法が、例えば韓国特許出願第20110069909号明細書、チェコ共和国特許出願第2001-3359(A3)号明細書に記述されている。この技術の欠点は、殆どの金属材料には延性があるということから生じる。高い靱性により材料がむしろ塑性化されて引き伸ばされるために微細粉の製造には問題が多く、粉碎装置もまたひどく汚染される可能性がある。金属粉末の製造には、活性ガスの利用も可能である。例えば水素は、材料を水素化物にして脆性の増大を支援するが、それと同時にこうして作製された粉末の化学的、物理的、機械的特性を変化させる。

【 国際調査報告 】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/CZ2013/000110

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

INV. B22F9/04 B02C19/06
ADD.

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)

B22F B02C

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)

EPO-Internal, WPI Data, COMPENDEX, INSPEC

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 6 824 086 B1 (MAZURKIEWICZ MARIAN [US] ET AL) 30 November 2004 (2004-11-30) figures 3, 4 column 1, line 28 - line 33 line 42 - column 5, line 19 column 7, line 7 - line 21 column 10, line 66 - column 12, line 7 -----	1-14
X	JP 2011 089156 A (HITACHI CABLE; HAYASHI YAMATO) 6 May 2011 (2011-05-06) abstract paragraph [0019] - paragraph [0049] -----	1-3 4-14
A	CN 1 416 959 A (GUANGZHOU INST ENERGY SOURCE [CN]) 14 May 2003 (2003-05-14) abstract the whole document -----	1-14
----- -/-		

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.☒ See patent family annex.

* 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

7 February 2014

Date of mailing of the international search report

17/02/2014

Name and mailing address of the ISA/

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Morra, Valentina

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/CZ2013/000110

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 2008/144838 A1 (COMMW SCIENT IND RES ORG [AU]; COLLINGS ANTHONY FRANCIS [AU]) 4 December 2008 (2008-12-04) the whole document -----	1-14

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/CZ2013/000110

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 6824086	B1	30-11-2004	AU 7865100 A 10-05-2001
			CA 2385723 A1 12-04-2001
			EP 1227891 A2 07-08-2002
			JP 2003511222 A 25-03-2003
			US 6318649 B1 20-11-2001
			US 6824086 B1 30-11-2004
			WO 0124935 A2 12-04-2001

JP 2011089156	A	06-05-2011	NONE

CN 1416959	A	14-05-2003	NONE

WO 2008144838	A1	04-12-2008	NONE

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,RU,TJ,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,RO,RS,SE,SI,SK,SM,TR),OA(BF,BJ,CF,CG,CI,CM,GA,GN,GQ,GW,KM,ML,MR,NE,SN,TD,TG),AE,AG,AL,AM,AO,AT,AU,AZ,BA,BB,BG,BH,BN,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,HU,ID,IL,IN,IS,JP,KE,KG,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,PA,PE,PG,PH,PL,PT,QA,RO,RS,RU,RW,SA,SC,SD,SE,SG,SK,SL,SM,ST,SV,SY,TH,TJ,TM,TN,TR,TT,TZ,UA,UG,US,UZ

(72)発明者 ハドラバ、 ヒュネク

チェコ共和国 6 2 8 0 0 ブルノ - リーシェニ ヨセイ ファイモノヴェー 1 2

(72)発明者 クラクルコバ、 レンカ

チェコ共和国 6 1 5 0 0 ブルノ - ジデニツェ ノボヴァ 3 3

(72)発明者 シュヴェイツァー、 イジ

チェコ共和国 6 3 9 0 0 ブルノ - シュティージツェ フルボカー 3

Fターム(参考) 4K017 AA02 CA07 CA08 DA02 EA01 EA03 FA29

【要約の続き】

粒子(61)を捕集するための、その長さに沿って磁気要素(8)が配置された、少なくとも1つのヘッダ(7)が装備されている。