

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2022年6月23日(23.06.2022)



(10) 国際公開番号

WO 2022/130646 A1

(51) 国際特許分類:

F04B 49/08 (2006.01)

(21) 国際出願番号: PCT/JP2020/047559

(22) 国際出願日: 2020年12月18日(18.12.2020)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(71) 出願人: DOWA エレクトロニクス株式会社 (DOWA ELECTRONICS MATERIALS CO., LTD.) [JP/JP]; 〒1010021 東京都千代田区外神田四丁目14番1号 Tokyo (JP).

(72) 発明者: 河内 岳志 (KAWAUCHI Takeshi); 〒1010021 東京都千代田区外神田四丁目14番1号 DOWA エレクトロニクス株

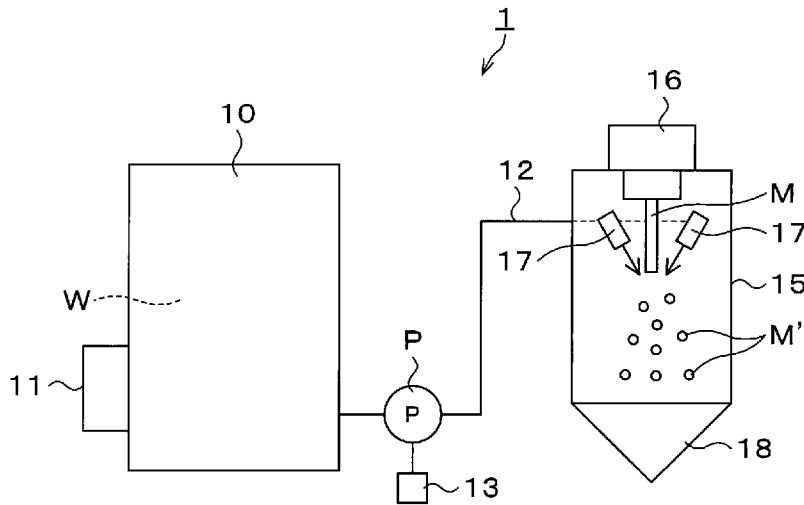
式会社内 Tokyo (JP). 三島 泰信 (MISHIMA Yasunobu); 〒1010021 東京都千代田区外神田四丁目14番1号 DOWA エレクトロニクス株式会社内 Tokyo (JP). 上山 俊彦 (UEYAMA Toshihiko); 〒1010021 東京都千代田区外神田四丁目14番1号 DOWA エレクトロニクス株式会社内 Tokyo (JP).

(74) 代理人: 萩原 康司, 外 (HAGIWARA, Yasushi et al.); 〒1620065 東京都新宿区住吉町1-20 角張ビル 曙国際特許事務所 Tokyo (JP).

(81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): 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, DJ, DK, DM, DO, DZ,

(54) Title: OPERATIONAL METHOD FOR PUMP AND DEVICE COMPRISING PUMP

(54) 発明の名称: ポンプの運転方法およびポンプを備えた装置



(57) Abstract: Provided is an operational method for a pump having a discharge pressure of at least 175 MPa, wherein the pressure gradually decreases after an operation for stopping the discharge is initiated. In the present invention, it is possible to keep running costs low while performing water atomization at a discharge pressure of at least 175 MPa, which is suitable for obtaining fine metal particles. For example, when discharging a fluid by operating a pump at a discharge pressure A_1 MPa of at least 175 MPa, the ratio A_2/A_1 , where A_2 MPa is the discharge pressure 30 seconds after an operation for stopping the discharge is initiated, is at least 0.75.

(57) 要約: 175 MPa 以上の吐出圧力を有するポンプの運転方法であって、前記吐出を停止する操作を開始後、徐々に減圧する、ポンプの運転方法である。微細な金属粒子を得るのに好適な、吐出圧力 175 MPa 以上における水アトマイズをランニングコストを抑えながら実施することが出来る。例えば、ポンプを 175 MPa 以上の吐出圧力 A_1 MPa で運転させて流体の吐出を行っているとき、前記吐出を停止する操作を開始してから 30 秒経過後の吐出圧力を A_2 MPa としたときの A_2/A_1 が 0.75 以上である。

[続葉有]

EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN,
HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, IT, JO, JP, KE, KG, KH,
KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, 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,
ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG,
US, UZ, VC, VN, WS, ZA, ZM, ZW.

- (84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (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), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

- 国際調査報告 (条約第21条(3))

明 細 書

発明の名称：ポンプの運転方法およびポンプを備えた装置

技術分野

[0001] 本発明は、金属溶湯の細分化処理等に好適に利用されるポンプの運転方法と、該運転方法を用いる装置に関する。

背景技術

[0002] 電子部品用途として広く利用されているマイクロメートルオーダーの金属粒子は、湿式還元法やアトマイズ法により生産されている。湿式還元法で作成される金属粒子の場合、化学反応を用いて粒子を形成するため、完全には使用した薬剤等の不純物成分を金属粒子から除去しきれないという問題があり、高い導電性を必要とされる用途においては必ずしも歓迎されるものではない。

[0003] 一方、アトマイズ法による金属粒子の作成においては、大きく分けて水アトマイズ法とガスアトマイズ法があり、合金粉末の製造にはガスアトマイズ法、鉄系粉末の製造には水アトマイズ法が使用される場合が多い。これらアトマイズ法による製造は、電子部品の小型化に伴い微細な粒子が指向されるようになっている。一般的に、アトマイズ法により微細な粒子を得るには、高圧かつ大流量の噴霧媒を噴射する方法がとられている。とりわけ水アトマイズ法とガスアトマイズ法では、水アトマイズ法は製造コストが比較的安く抑えることが出来、粒子の冷却効率が高く、形状は不定形になりがちであるのに対し、ガスアトマイズ法は、アルゴンや窒素などの不活性ガスを用いるために製造コストが高めになるが、球状の粒子を得やすいという特徴がある。

[0004] 例えば特許文献1では、鉛直方向に落下する溶融金属に対して加圧された圧力が0.5～2.2 MPa、水温が150～374℃である亜臨界状態の水を噴射して衝突させ、非晶化率が90%以上になる軟磁性金属粉末を製造する方法が開示されている。また、特許文献2においては、本出願人が溶融金属粒の粉碎を、1.15 MPaの水圧で行った例を開示している。

先行技術文献

特許文献

[0005] 特許文献1：特許第6 5 7 5 7 2 3号公報

特許文献2：特開2 0 1 9－2 1 4 7 8 6号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0006] 特許文献1および2に開示されている製造方法はアトマイズ法の中でも、水アトマイズ法に関するものであり、特許文献1の場合、噴霧される水の加圧圧力は0. 5～2 2 MP aであって、得られる鉄合金粒子の粒子径はおおよそ3 0～4 0 μ m程度である旨記載がされている。また、本出願人は銅について1 1 5 MP aの水圧を用いて水アトマイズを行い、得られる粒子のD₅₀粒子径が3. 5 μ m程度であることを見いだした。

[0007] ここで、さらに微細な粒子を得るためには、粉碎の際に用いる噴霧液の加圧圧力をより高くすれば足りそうなことは容易に想像しうる。

[0008] 本出願人が特許文献2で述べたとおり、従来のアトマイズ法においては、加圧する圧力が比較的小さかったため、粉碎力が十分とはいえず、微細な粒子を得ることが困難、もしくは得られたとしても所望する粒子の収量は極めて少ないものであり、コストパフォーマンスは高いものではなかった。本出願人はかような問題を解決するには、より高圧な噴霧媒体を用いて、粒子の微細化をさらに進める必要があることに想到した。

[0009] 特許文献2においては、微細な金属粒子を得る方法として、噴霧圧が1 1 5 MP a以上のものとする提案を行った。しかし、さらに微細なものとするには、より高圧である1 7 5 MP a以上の領域において、安定した粒子を効率よく得るようにする必要があった。しかし、本発明者らの検討によれば、こうした高圧で粉碎を行おうとすると、ポンプから吐出される水により各種部材に多大な負荷をかけてしまうことから、こうした周辺部材の劣化が著しく、ランニングコストの著しい増大を招くおそれがあることがわかってきた。

特に、高圧の流体が流れる配管が長い場合、配管が断裂しやすい傾向があり、いったん配管が断裂してしまうと、生産を停止せざるを得なくなるため、生産性が著しく悪くなるという問題がある。こうした課題を解決しなければ、水アトマイズ法による微細な粒子の製造を工業的に行うのは著しく困難になる可能性がある。

[0010] 本発明は、上述の要請に応えるべくなされたものであって、周辺部材へかける負荷が小さく、水アトマイズ法による微細な金属粒子の供給において、ランニングコストを低減しうるポンプの運転方法、及びそのような運転方法が組みこまれた装置を提供することを目的とした。

課題を解決するための手段

[0011] 本発明者は、当該課題の解決に際して様々な検討をなす中で、高圧噴霧を行った場合には特に噴霧媒体が通過する部分の劣化が著しく、特に噴霧圧力を 17.5 MPa 以上にした場合にその劣化が極めて著しく発生することが多いことを見いだした。その発生事例を詳細に検討したところ、特に金属粒子の生産終了後において噴霧媒体の吐出圧力を減圧する工程が劣化に大きく影響していることが確認され、この減圧を特定の条件において行うことで、周辺部材の長寿命化を図ることが出来るので、ランニングコストの著しい改善が得られることを見だし、本発明を完成させた。

[0012] すなわち、本発明における第1の発明は、 17.5 MPa 以上の吐出圧力を有するポンプの運転方法であって、前記吐出を停止する操作を開始後、徐々に減圧する、ポンプの運転方法である。

[0013] 第2の発明は、 17.5 MPa 以上の吐出圧力を有するポンプの運転方法であって、ポンプを 17.5 MPa 以上の吐出圧力 $A_1 \text{ MPa}$ で運転させて流体の吐出を行っているとき、前記吐出を停止する操作を開始してから30秒経過後の吐出圧力を $A_2 \text{ MPa}$ としたときの A_2 / A_1 が 0.75 以上である、ポンプの運転方法である。

[0014] 第3の発明は、 17.5 MPa 以上の吐出圧力を有するポンプの運転方法であって、ポンプを 17.5 MPa 以上の吐出圧力 $A_1 \text{ MPa}$ で運転させ流体の吐出

を行っているとき、前記吐出を停止する操作を開始してから2分経過後の吐出圧力を A_3 MPaとしたときの A_3/A_1 が0.10以上である、ポンプの運転方法である。

[0015] 第4の発明は、前記ポンプから吐出される流体が水である、第1～第3のいずれかの発明に記載したポンプの運転方法である。

[0016] 第5の発明は、前記ポンプから吐出される流体は、金属溶湯を細分化するために用いられる、第1～第4のいずれかの発明に記載されたポンプの運転方法である。

[0017] 第6の発明は175 MPa以上の吐出圧力を有するポンプと、ポンプから吐出された流体を送る配管と、配管によって送られた流体を吐出させる処理機構を有し、ポンプからの流体の吐出圧力を漸次小さくする圧力調整機構を備えた装置である。

[0018] 第7の発明は、前記圧力調整機構は、ポンプを175 MPa以上の吐出圧力 A_1 MPaで運転させ流体の吐出を行っているとき、前記吐出を停止する操作を開始してから30秒経過後の吐出圧力を A_2 MPaとしたときの A_2/A_1 を0.75以上に調整できる機構である、第6の発明に記載された装置である。

[0019] 第8の発明は、前記ポンプから吐出される流体が水である、第6または第7の発明に記載された装置である。

[0020] 第9の発明は、前記ポンプから吐出される流体は金属溶湯を細分化するために用いられるものである、第6～第8の発明のいずれかに記載の装置である。

発明の効果

[0021] 本発明によれば、微細な金属粒子を得るのに好適な、吐出圧力175 MPa以上における水アトマイズをランニングコストを抑えながら実施することが出来る。

図面の簡単な説明

[0022] [図1]ポンプを備えた装置の一例である、水アトマイズ法による金属粉末の製

造に適用した装置の説明図である。

[図2]実施例及び比較例における、ポンプの停止操作を行ってから、210秒経過までの圧力の経時変化を示す図である。

[図3]実施例1及び比較例1で得られた金属粉末をSEM観察した結果を示す図である。

発明を実施するための形態

[0023] 本明細書においては、実施の形態の一例として、水アトマイズ法による金属粉末の製造に適用した装置の例について示す。

[0024] まず、原料である金属材料を溶解し、熔融金属とする。原材料として使用する金属材料としては、従来から粉末として使用されている純金属、合金、銑鉄等がいずれも適用できる。なお、金属材料の溶解方法はとくに限定する必要はないが、電気炉、真空溶解炉等の、常用の溶解手段がいずれも適用できる。溶解された熔融金属は、溶解炉からタンディッシュ等の容器に移され、水アトマイズ金属粉末製造装置内で、水アトマイズされた金属粉末とする。

[0025] 対象とする金属として具体的には、元素周期表第2族から第15族の元素のうちの1種以上が挙げられ、好ましくはAu、Ag、Cu、Pd、Ni、Co、Al、Si、P、B、Ti、Cr、Fe、Zn、In、Sn、Te、Bi、Mg、Mnのうちの1種以上が挙げられる。これらの金属を単独で使用して金属粉末としてもよいし、複数を使用して合金粉末としてもよい。なお、これらの金属には、主とする元素以外の元素を、原料由来などにより不純物として含む場合があることは言うまでもない。

[0026] 得られる粒子（金属粉末）の粒子径はレーザー回折散乱式粒度分布測定（SYMPATEC社製HEROS&RODOSを用い、窒素ガスを使用して測定時の分散圧5barとする）により評価する。粒子径は体積基準の累積90%粒子径（ D_{90} 値）で評価する。通常は、体積基準の累積50%粒子径（ D_{50} 値）で確認することが多いが、この D_{50} 値とすると、一部のイレギュラーな粒子の影響を受けやすくなり、単純な粒子径比較が出来ない場合があるので、本明細書では大部分の粒子をカウントすることになる D_{90} 径を採用

する。ただし、本発明で得られる粒子はその製造方法に起因して、不定形となる場合があるが、装置に付属したプログラムに沿った解析で粒子径評価を行うことを許容する。

[0027] 本方法により得られる金属、合金粒子（金属粉末）における酸素量は0.1～1.5質量％であり、好ましくは0.15～0.85質量％である。こうした測定は市販の酸素・窒素・水素測定装置（例えば堀場製作所製EMGA-930）、酸素・窒素測定装置（例えば堀場製作所製EMGA-920）などを使用すれば確認できる。

[0028] 以下、本発明の一実施形態について、図面を参照しながら説明する。なお、本明細書および図面において、実質的に同一の機能構成を有する要素においては、同一の符号を付することにより重複説明を省略する。図1に、水アトマイズ法による金属粉末の製造に適用した装置1の一例を模式的に示す。

[0029] アトマイズ装置15では、原料である金属はるつぼ内で溶解され、保温装置により金属融点以上の温度に保持されている。るつぼの底部には出湯のための孔が設けられており、チャンバー上部には溶融金属流を受ける円形の穿孔部が設けられている。穿孔部からチャンバーへは整流管を設けることが適当である。整流管は円形の穿孔部よりも若干大きな径の環状部材にすることで、チャンバー内に溶融金属流を導入できるようになるので好ましい。

[0030] 金属溶湯はチャンバー内（アトマイズ装置15内）に、上方の供給部16から溶融金属Mが流下するようになっている。なお、チャンバー内は、場合により酸化を抑制するために不活性ガスバルブをもうけて、不活性ガス雰囲気とすることも出来る。なお、不活性ガスとしては、窒素ガス、アルゴンガスが例示できる。

[0031] また、タンク10には、流体の一例である水Wが入っており、タンク10に装着された冷却器11により、タンク10内の水Wが所望の温度に冷却されている。タンク10内の水Wは、配管12を通じて、処理機構であるアトマイズ装置15に送られている。配管12には、175MPa以上の吐出圧力を有するポンプPが設けられており、このポンプPの稼働によって、175

MPa以上の吐出圧力にされた水Wが配管12を通じてアトマイズ装置15に供給される。

[0032] ポンプPは、ポンプPからの流体（水W）の吐出圧力を漸次小さくする圧力調整機構13を備えている。この圧力調整機構13で、ポンプPの稼働を制御することにより、ポンプPからの流体（水W）の吐出圧力が適宜調整される。

[0033] こうした吐出圧力を有するためのポンプPは、定容量型のポンプであることが好ましいが、これは例示に過ぎず、高圧力を発生させることが出来るものであれば、方式には影響されない。また、加圧する物質は、アトマイズを行うものであるならば、水や油など適宜選択することが出来るが、コストの面からみて水を使用することが好ましい。

[0034] ここで、得られる金属粒子の粒子径をできるだけ小さくするためには、アトマイズに使用される圧力をできるだけ高いものとするのが好ましい。元来は特許文献1などに記載されているような圧力のものが使用されてきたが、昨今の小粒子化の要請に応えるには、少なくとも吐出圧力としては150MPa超、好ましくは175MPa以上とすることが好ましい。この際、水の供給量と圧力の設定、噴射スリットや給水口の数、径の大きさを調整することで吐出圧力を調整することが出来る。

[0035] 加圧は装置への負荷を低減するため徐々に増大させる、すなわち加圧を徐々にあげていくことが好ましい。増加に際しては開始操作30秒の段階で設定圧力の75%以下、好ましくは50%以下になるように設定することが好ましい。

[0036] そして、ポンプPを介して加圧された流体（水W）は、耐圧配管（配管12）を経由してノズル17から噴射され、熔融金属流に衝突される。この耐圧配管は、通過する物質（主として流体）の通過時の圧力に耐えられるものでなければならない。具体的には金属配管や耐圧樹脂（耐圧樹脂の例としては、ポリアセテート、ポリオキシメチレン及びポリアミドが挙げられる）ホースが例示できる。

[0037] そして、設定した圧力に達してから溶融金属を流下してアトマイズを開始する。

流下させた溶融金属Mに対し、ノズルヘッドに設けられたノズル17を介して、ポンプPにより噴射圧力を調整された噴射水W（水ジェット）を噴射し、該溶融金属流を分断、更に冷却して金属粉末とする。なお、溶融金属流Mと噴射水W（水ジェット）とが接触する位置は、溶湯ガイドノズルから適正な距離だけ離れた位置とすることが、溶融金属流を熱放射により融点近傍まで冷却するという観点、および噴射水の飛び水が溶湯ガイドノズルに接触するのを防ぐという観点から好ましい。るつぼの出湯孔を解放すると、溶融金属流は自重により、アトマイズ部に到達し、粉碎する液体のジェット流によって、機械的衝撃と急冷を受けて分断された金属粉末M'を得ることが出来る。こうして製造された金属粉末M'は、水と一緒に、チャンバ下部18に溜まる。

[0038] 溶融金属Mの流下が終了してから、ポンプPを停止して装置を停止させるが、この際の装置にかかる吐出圧力を下げていく工程を適切に管理しなければ、特に配管12が10m以上となっている場合、配管12に断裂が生じてしまう。具体的には加圧するときと同様に徐々に圧力を下げていくことが好ましい。

[0039] そこで、圧力調整機構13でポンプPの稼働を制御することにより、例えば、停止操作開始後30秒間に除去する圧力が25%以下（残存圧力（ポンプPの停止操作開始前の吐出圧力 A_1 MPaに対する、30秒経過後の吐出圧力 A_2 MPaの割合（ A_2/A_1 ））は75%以上）、好ましくは20%以下（残存圧力は80%以上）、より好ましくは15%以下（残存圧力は85%以上）にすることが好ましい。また例えば、停止操作開始後2分間に除去する圧力が90%以下（残存圧力（ポンプPの停止操作開始前の吐出圧力 A_1 MPaに対する、2分経過後の吐出圧力 A_3 MPaの割合（ A_3/A_1 ））は10%以上）、好ましくは85%以下（残存圧力15%以上）、より好ましくは80%以下（残存圧力は20%以上）とすることが好ましい。こうすることによ

って、配管 1 2 に対するダメージを低減することが出来、配管素材の長寿命化を図ることができ、ひいては交換にかかるコストや人件費を低減することが出来るので、水アトマイズの生産性を向上させることが出来るので好ましい。

[0040] ポンプ P からの流体（水 W）の吐出圧力を漸次小さくする圧力調整機構 1 3 の具体例としては、例えばダイアフラムポンプを複数台装備し、それら複数のダイアフラムポンプの稼働台数を徐々に減らすことで、吐出圧力を漸次小さくする機構が考えられる。また、ダイアフラムポンプ自体の稼働能力をインバータ制御することで、吐出圧力を漸次小さくするようにしても良い。また、複数のダイアフラムポンプの稼働台数を制御する台数制御とインバータ制御を組み合わせても良い。

[0041] 以上、本発明の実施形態の一例について説明したが、本発明はかかる例に限定されない。当業者であれば、特許請求の範囲に記載された技術的思想の範疇内において、各種の変更例または修正例に想到しうることは明らかであり、それらについても当然に本発明の技術的範囲に属するものと了解される。

実施例

[0042]

実施例 1

[0043] 鉄とシリコンメタル、フェロクロムを誘導式加熱により 1 5 0 0℃以上に加熱して溶解した溶湯をタンディッシュ炉から落下させながら、水圧 2 0 0 M P a において窒素雰囲気中で水アトマイズを 3 0 分実施した。この高圧水はポンプ（株式会社スギノマシン製）に接続した耐圧ホース（ポリアセテート製、内径は 7 ～ 1 3 m m ：公称値）に接続した金属製のノズルから噴射した。3 0 分には、設定圧力に至る昇圧にかかる時間と、アトマイズ終了後の停止操作にかかる時間を含んでいる。減圧の際には、2 0 0 M P a から 3 0 秒かけて 1 8 7 M P a に減圧し（残存圧力は 9 3 . 5 %）、次の 4 0 秒で 1 7 0 M P a に減圧し、次の 1 5 秒で 1 4 1 M P a に減圧し、次の 1 5 秒で 1

21 MPaに減圧し、次の20秒で50 MPaに減圧し（残存圧力は25%）、50 MPaで10秒間維持し、そしてその後、80秒かけて0 MPaに減圧した。減圧プロセス（スタートから0 MPaになるまで）の全体時間は210秒であった。

[0044] 以上のような30分の水アトマイズ操業を1回とカウントして評価したところ、耐圧ホースは1800回（動作時間900時間）の間破れることなく、水アトマイズ操業を実施することができた。また、得られた金属粉末の90%累積粒子径（ D_{90} 径）をレーザー回折散乱式粒度分布測定により測定したところ、28.4 μm であった。

[0045] 以上の減圧プロセスと、耐圧ホースの動作時間及び得られた金属粉末の D_{90} 径を、後記表1及び図1、並びに表2にまとめた。

[0046] また、得られた金属粉末について、株式会社日立ハイテクノロジーズ製S-4700を用い、加速電圧3 kV、倍率1千倍でSEM観察を行った。結果を図2に示す。

実施例 2

[0047] 実施例1において減圧の早さを変更した以外は実施例1の操作を繰り返した。耐圧ホースは2000回（動作時間1000時間）の間破れることなく、水アトマイズ操業を実施することができた。また、得られた金属粉末の90%累積粒子径（ D_{90} 径）を測定したところ、29.6 μm であった。実施例2の減圧プロセスと、耐圧ホースの動作時間及び得られた金属粉末の D_{90} 径を、後記表1及び図1、並びに表2にまとめた。

実施例 3

[0048] 実施例1において、アトマイズを行う水の圧力を245 MPaとし減圧の早さを変更した以外は同様の操作を繰り返した。耐圧ホースは1500回（動作時間750時間）の間破れることなく、水アトマイズ操業を実施することができた。また、得られた金属粉末の90%累積粒子径（ D_{90} 径）を測定したところ、22.8 μm であった。実施例3の減圧プロセスと、耐圧ホースの動作時間及び得られた金属粉末の D_{90} 径を、後記表1及び図1、並びに

表 2 にまとめた。

比較例 1

[0049] 実施例 1 において、アトマイズを行う水の圧力を 150 MPa として、停止操作を一挙に行い、圧力低下を 70 秒で行った以外は同様にアトマイズを行った。耐圧ホースは 2000 回（動作時間 1000 時間）の間破れることなく、水アトマイズ操業を実施することができたが、加圧した圧力が小さいため、粒子は比較的大きなものとなってしまう、得られた金属粉末の 90% 累積粒子径 (D_{90} 径) を測定したところ、 $43.5 \mu\text{m}$ であった。比較例 1 の減圧プロセスと、耐圧ホースの動作時間及び得られた金属粉末の D_{90} 径を、後記表 1 及び図 1、並びに表 2 にまとめた。

[0050] また、得られた金属粉末について、実施例 1 と同様に SEM 観察を行った結果を図 2 に示す。

比較例 2

[0051] 実施例 1 において、停止操作を比較例 1 と同様に一挙に行い、圧力低下を 70 秒で行った以外は同様にアトマイズを行った。得られた粒子の D_{90} 径は実施例 1 もしくは 2 と同様の $29.3 \mu\text{m}$ であったものの、耐圧ホースはわずか 60 回（動作時間 30 時間）で断裂してしまった。

[0052] [表 1]

	停止操作前 圧力 (MPa)	停止操作開始後の経過時間ごとの圧力変化									
		1 秒	30 秒		70 秒	85 秒	100 秒	120 秒		130 秒	210 秒
		実測値 (MPa)	実測値 (MPa)	低下率 (%)	実測値 (MPa)	実測値 (MPa)	実測値 (MPa)	実測値 (MPa)	低下率 (%)	実測値 (MPa)	実測値 (MPa)
実施例 1	200	200	187	7	170	141	121	50	75	50	0
実施例 2	200	200	187	7	170	96	42	30	85	30	0
実施例 3	245	245	225	8	200	150	120	80	67	60	0
比較例 1	150	40	23	85	0	0	0	0	100	0	0
比較例 2	200	40	23	89	0	0	0	0	100	0	0

[0053]

[表2]

	連続稼働 可能時間 (時間)	アトマイズ 粒子径 (D_{90} , μm)
実施例 1	900	28.4
実施例 2	1000	29.6
実施例 3	750	22.8
比較例 1	1000	43.5
比較例 2	30	29.3

産業上の利用可能性

[0054] 本発明は、例えば金属粉末の製造分野で利用することができる。

符号の説明

[0055] 1 水アトマイズ法による金属粉末の製造に適用した装置

P ポンプ

M 熔融金属

M' 金属粉末

W 水

10 タンク

11 冷却器

12 配管

13 圧力調整機構

15 アトマイズ装置

16 供給部

17 ノズル

18 チャンバー下部

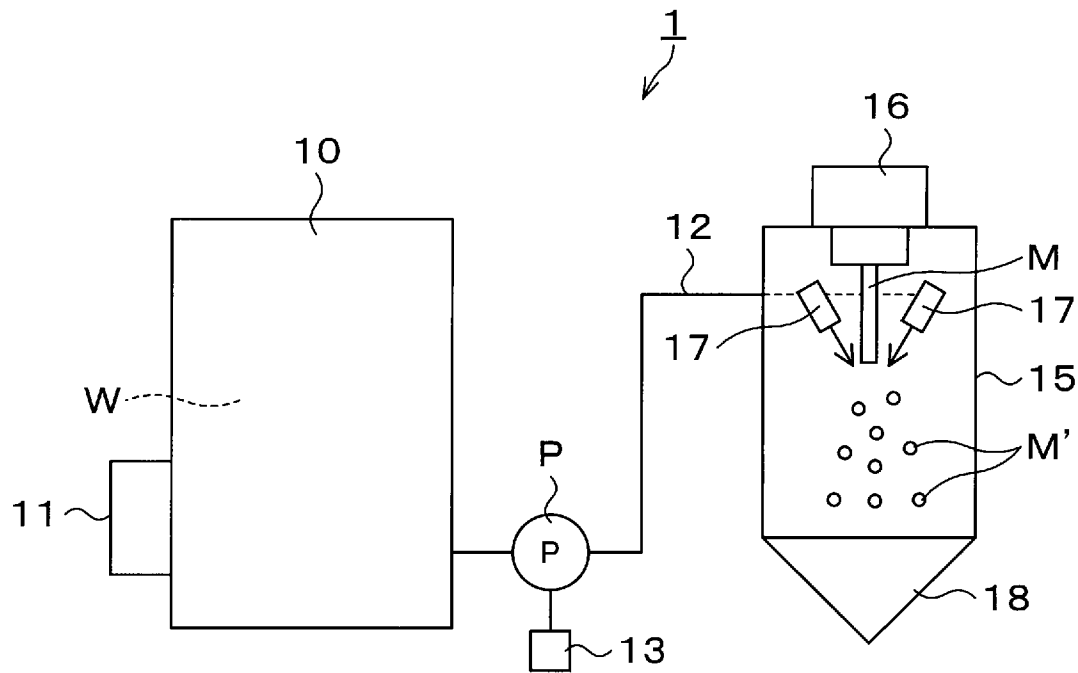
請求の範囲

- [請求項1] 175 MPa以上の吐出圧力を有するポンプの運転方法であって、前記吐出を停止する操作を開始後、徐々に減圧する、ポンプの運転方法。
- [請求項2] 175 MPa以上の吐出圧力を有するポンプの運転方法であって、ポンプを175 MPa以上の吐出圧力 A_1 MPaで運転させて流体の吐出を行っているとき、前記吐出を停止する操作を開始してから30秒経過後の吐出圧力を A_2 MPaとしたときの A_2/A_1 が0.75以上である、ポンプの運転方法。
- [請求項3] 175 MPa以上の吐出圧力を有するポンプの運転方法であって、ポンプを175 MPa以上の吐出圧力 A_1 MPaで運転させ流体の吐出を行っているとき、前記吐出を停止する操作を開始してから2分経過後の吐出圧力を A_3 MPaとしたときの A_3/A_1 が0.10以上である、ポンプの運転方法。
- [請求項4] 前記ポンプから吐出される流体が水である、請求項1～3のいずれか一項に記載のポンプの運転方法。
- [請求項5] 前記ポンプから吐出される流体は、金属溶湯を細分化するために用いられる、請求項1～4のいずれか一項に記載のポンプの運転方法。
- [請求項6] 175 MPa以上の吐出圧力を有するポンプと、ポンプから吐出された流体を送る配管と、配管によって送られた流体を吐出させる処理機構を有し、ポンプからの流体の吐出圧力を漸次小さくする圧力調整機構を備えた装置。
- [請求項7] 前記圧力調整機構は、ポンプを175 MPa以上の吐出圧力 A_1 MPaで運転させて流体の吐出を行っているとき、前記吐出を停止する操作を開始してから30秒経過後の吐出圧力を A_2 MPaとしたときの A_2/A_1 を0.75以上に調整できる機構である、請求項6に記載の装置。

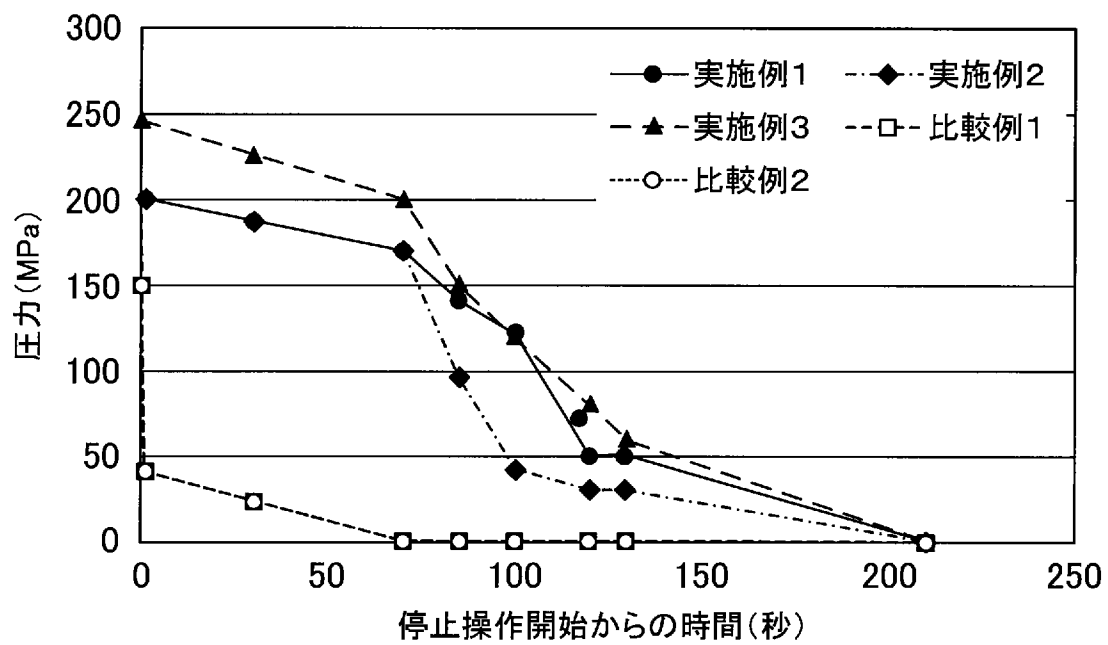
[請求項8] 前記ポンプから吐出される流体が水である、請求項6または7に記載された装置。

[請求項9] 前記ポンプから吐出される流体は金属溶湯を細分化するために用いられるものである、請求項6～8のいずれか一項に記載の装置。

[図1]

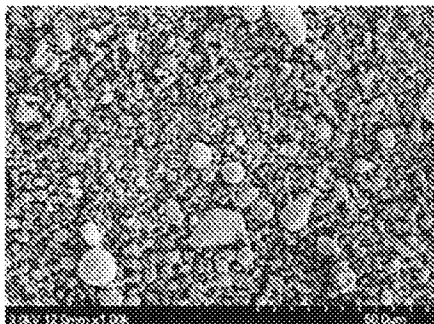


[図2]

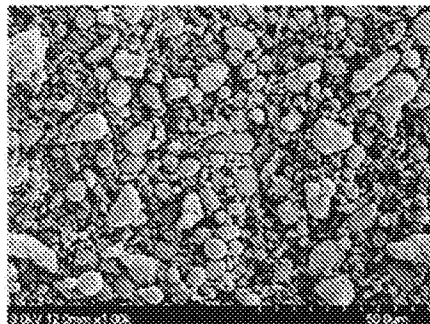


[図3]

実施例1



比較例1



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2020/047559

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl. F04B49/08 (2006.01) i

FI: F04B49/08311

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)

Int.Cl. F04B49/08

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Published examined utility model applications of Japan 1922-1996

Published unexamined utility model applications of Japan 1971-2021

Registered utility model specifications of Japan 1996-2021

Published registered utility model applications of Japan 1994-2021

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 2019-214786 A (DOWA ELECTRONICS MATERIALS CO., LTD.) 19 December 2019 (2019-12-19), paragraphs [0033]-[0040]	1-9
Y	JP 55-37527 A (EBARA CORPORATION) 15 March 1980 (1980-03-15), page 2, upper right column, line 7 to page 3, upper right column, line 9, fig. 3-5	1-9

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

* Special categories of cited documents:	"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
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"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
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date	"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
"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)	"&" document member of the same patent family
"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	

Date of the actual completion of the international search 12 January 2021	Date of mailing of the international search report 19 January 2021
Name and mailing address of the ISA/ Japan Patent Office 3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915, Japan	Authorized officer Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/JP2020/047559

JP 2019-214786 A 19 December 2019 (Family: none)

JP 55-37527 A 15 March 1980 (Family: none)

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC）） F04B 49/08(2006.01)i FI: F04B49/08 311														
B. 調査を行った分野														
調査を行った最小限資料（国際特許分類（IPC）） F04B49/08														
最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの														
<table border="0"> <tr> <td>日本国実用新案公報</td> <td>1922 - 1996年</td> </tr> <tr> <td>日本国公開実用新案公報</td> <td>1971 - 2021年</td> </tr> <tr> <td>日本国実用新案登録公報</td> <td>1996 - 2021年</td> </tr> <tr> <td>日本国登録実用新案公報</td> <td>1994 - 2021年</td> </tr> </table>			日本国実用新案公報	1922 - 1996年	日本国公開実用新案公報	1971 - 2021年	日本国実用新案登録公報	1996 - 2021年	日本国登録実用新案公報	1994 - 2021年				
日本国実用新案公報	1922 - 1996年													
日本国公開実用新案公報	1971 - 2021年													
日本国実用新案登録公報	1996 - 2021年													
日本国登録実用新案公報	1994 - 2021年													
国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）														
C. 関連すると認められる文献														
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号												
Y	JP 2019-214786 A (DOWAエレクトロニクス株式会社) 19.12.2019 (2019 - 12 - 19) 段落0033 - 0040	1-9												
Y	JP 55-37527 A (株式会社荏原製作所) 15.03.1980 (1980 - 03 - 15) 第2ページ右上欄第7行-第3ページ右上欄第9行、第3-5図	1-9												
☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。 ☒ パテントファミリーに関する別紙を参照。														
<table border="0"> <tr> <td>* 引用文献のカテゴリー</td> <td>“T” 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と抵触するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの</td> </tr> <tr> <td>“A” 特に関連のある文献ではなく、一般的な技術水準を示すもの</td> <td>“X” 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの</td> </tr> <tr> <td>“E” 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの</td> <td>“Y” 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの</td> </tr> <tr> <td>“L” 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）</td> <td>“&” 同一パテントファミリー文献</td> </tr> <tr> <td>“O” 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献</td> <td></td> </tr> <tr> <td>“P” 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日の後に公表された文献</td> <td></td> </tr> </table>			* 引用文献のカテゴリー	“T” 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と抵触するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの	“A” 特に関連のある文献ではなく、一般的な技術水準を示すもの	“X” 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの	“E” 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの	“Y” 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの	“L” 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）	“&” 同一パテントファミリー文献	“O” 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献		“P” 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日の後に公表された文献	
* 引用文献のカテゴリー	“T” 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と抵触するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの													
“A” 特に関連のある文献ではなく、一般的な技術水準を示すもの	“X” 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの													
“E” 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの	“Y” 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの													
“L” 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）	“&” 同一パテントファミリー文献													
“O” 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献														
“P” 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日の後に公表された文献														
国際調査を完了した日 12.01.2021	国際調査報告の発送日 19.01.2021													
名称及びあて先 日本国特許庁(ISA/JP) 〒100-8915 日本国 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	権限のある職員（特許庁審査官） 山崎 孔徳 30 4025 電話番号 03-3581-1101 内線 3358													

国際調査報告
パテントファミリーに関する情報

国際出願番号

PCT/JP2020/047559

引用文献			公表日	パテントファミリー文献	公表日
JP	2019-214786	A	19.12.2019	(ファミリーなし)	
JP	55-37527	A	15.03.1980	(ファミリーなし)	