

(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2007-533843
(P2007-533843A)

(43) 公表日 平成19年11月22日(2007.11.22)

(51) Int. Cl.	F I	テーマコード (参考)
C 2 2 B 1/00 (2006.01)	C 2 2 B 1/00 6 O 1	4 K O O 1
C 2 2 B 7/00 (2006.01)	C 2 2 B 7/00 Z A B E	
C 2 2 B 34/12 (2006.01)	C 2 2 B 7/00 G	
C 2 2 B 5/16 (2006.01)	C 2 2 B 34/12 1 O 3	
C 2 2 B 9/02 (2006.01)	C 2 2 B 5/16	

審査請求 有 予備審査請求 未請求 (全 38 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2006-526175 (P2006-526175)
 (86) (22) 出願日 平成16年9月2日(2004.9.2)
 (85) 翻訳文提出日 平成18年5月1日(2006.5.1)
 (86) 国際出願番号 PCT/US2004/028553
 (87) 国際公開番号 W02005/021807
 (87) 国際公開日 平成17年3月10日(2005.3.10)
 (31) 優先権主張番号 PCT/US03/27649
 (32) 優先日 平成15年9月2日(2003.9.2)
 (33) 優先権主張国 米国 (US)
 (31) 優先権主張番号 60/499, 857
 (32) 優先日 平成15年9月3日(2003.9.3)
 (33) 優先権主張国 米国 (US)
 (31) 優先権主張番号 PCT/US03/27653
 (32) 優先日 平成15年9月3日(2003.9.3)
 (33) 優先権主張国 米国 (US)

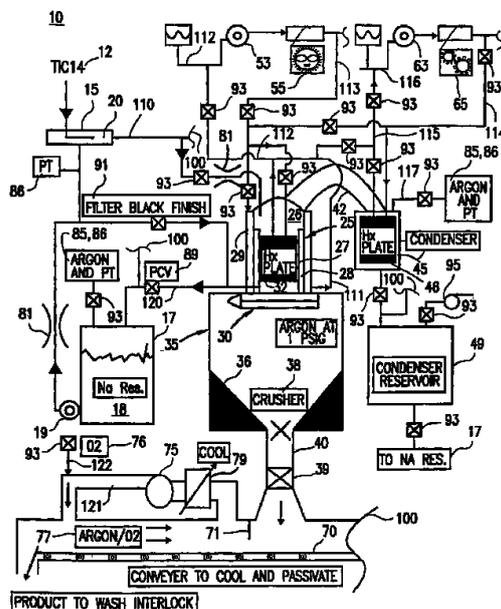
(71) 出願人 505080781
 インターナショナル・タイタニウム・パウダー・リミテッド・ライアビリティ・カンパニー
 INTERNATIONAL TITANIUM POWDER, L. L. C.
 アメリカ合衆国60441イリノイ州ロックポート、ウエスト・ガスキン・ドライブ20634番
 (74) 代理人 100100158
 弁理士 鮫島 睦
 (74) 代理人 100107180
 弁理士 玄番 佐奈恵

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 分離システム、方法および装置

(57) 【要約】

液体金属および固体粒子のスラリーを処理するためのシステム、方法および装置が、真空蒸留と熱い不活性ガスによる移送との様々な組合せを用いて開示される。酸素の侵入を防止するように不活性化または真空チャンバをシールするための様々な機構が開示される。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

液体金属ならびに金属粉末および塩のスラリーから金属粉末を分離する方法であって、不活性および/または真空環境にて操作される第 1 容器へスラリーを導入し、金属粉末および塩から液体金属を分離して、液体金属の実質上存在しない塩および金属粉末を主に残すこと、液体金属の実質上存在しない塩および金属粉末を不活性環境にて操作される第 2 容器へ移送すること、およびその後、塩および金属粉末を処理して、塩および液体金属の実質上存在しない不動態化した金属粉末を製造することを含む方法。

【請求項 2】

不活性環境がアルゴン雰囲気である、請求項 1 に記載の方法。

10

【請求項 3】

不動態化の前に、塩および金属粉末を破碎して約 5 センチメートル以下の直径を有する塊を形成する、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 4】

第 1 容器にて塩および金属粉末から液体金属を液体および蒸気の双方として分離する、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 5】

第 1 容器からの液体金属の蒸気を不活性環境にて操作される凝縮器に移送する、請求項 4 に記載の方法。

【請求項 6】

液体金属がアルカリもしくはアルカリ土類金属またはそれらの混合物である、請求項 4 に記載の方法。

20

【請求項 7】

塩がハロゲン化物である、請求項 6 に記載の方法。

【請求項 8】

金属粉末がチタンまたはチタン合金である、請求項 7 に記載の方法。

【請求項 9】

チタンまたはチタン合金が CP 1 ~ CP 4 である、請求項 8 に記載の方法。

【請求項 10】

金属粉末が約 0.1 ~ 約 10 ミクロンの範囲にある直径を有する、請求項 9 に記載の方法。

30

【請求項 11】

不動態化をコンベヤ上で行う、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 12】

金属粉末を連続的に冷却および不動態化する、請求項 11 に記載の方法。

【請求項 13】

塩および液体金属の実質上存在しない金属粉末を製造する間、第 1 および第 2 容器の環境を酸素による汚染から保護する、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 14】

所要の化学量論量を超える液体金属を用いて、液体金属の液面下に金属ハロゲン化物の蒸気を導入し、塩および金属粉末を生成する発熱反応を起こすことによって形成される、液体金属ならびに金属粉末および塩のスラリーから、金属粉末を分離する方法であって、不活性および/または真空環境にて操作される第 1 容器へスラリーを導入し、金属粉末および塩から液体金属を濾別および蒸発させて、液体金属の実質上存在しない塩および金属粉末を主に残すこと、液体金属の蒸気を不活性環境にて操作される凝縮器へと移送して、更なる金属粉末を製造すべくリサイクルするために液体金属の蒸気を液体に変えること、液体金属の実質上存在しない塩および金属粉末を不活性環境にて操作される第 2 容器へと移送すること、およびその後、塩および金属粉末を処理して、塩および液体金属の実質上存在しない不動態化した金属粉末を製造することを含む方法。

40

【請求項 15】

50

第 1 容器の内部にあり、熱交換流体がポンプ移送により通される熱交換器と接触させることにより、第 1 容器にてスラリーを加熱する、請求項 1 4 に記載の方法。

【請求項 1 6】

凝縮器の内部にあり、熱交換流体がポンプ移送により通される熱交換器と接触させることにより、第 1 容器からの液体金属の蒸気を冷却する、請求項 1 4 に記載の方法。

【請求項 1 7】

第 1 容器を内部および外部熱交換器の双方により加熱する、請求項 1 4 に記載の方法。

【請求項 1 8】

第 1 容器内のキャンドルフィルターの内部にスラリーを導入し、液体金属をキャンドルフィルターに通じて第 1 容器から流出させる、請求項 1 4 に記載の方法。

10

【請求項 1 9】

第 1 および第 2 容器の不活性環境がアルゴン雰囲気である、請求項 1 4 に記載の方法。

【請求項 2 0】

凝縮器をアルゴン雰囲気にて操作する、請求項 1 9 に記載の方法。

【請求項 2 1】

塩および液体金属の実質上存在しない金属粉末を製造する間、第 1 および第 2 容器の環境を酸素による汚染から保護する、請求項 1 4 に記載の方法。

【請求項 2 2】

所要の化学量論量を超える液体金属を用いて、液体金属の液面下に金属ハロゲン化物の蒸気を導入し、塩および金属粉末を生成する発熱反応を起こすことによって形成される、液体金属ならびに金属粉末および塩のスラリーから、金属粉末を分離するシステムであって、スラリーから液体金属を濾別し、および液体金属を加熱して塩および金属粉末から液体金属を蒸発させて、塩および金属粉末のフィルターケーキを形成するためにヒーターおよびフィルターと連通する第 1 不活性化容器と、第 1 容器と連通し、金属蒸気を受け取り、これを液体金属に変えるための不活性化凝縮器と、第 1 容器とバルブで連通し、そこからフィルターケーキを受け取るための第 2 不活性化容器と、第 2 不活性化容器内にありまたはこれと連通し、フィルターケーキを粉砕するためのクラッシャーと、粉砕したフィルターケーキを受け取るための冷却および不動態化ステーションと、フィルターケーキを第 1 容器から冷却および不動態化ステーションに移送する間、エアによる第 1 および第 2 容器の汚染を防止するための、第 1 および第 2 容器の中間ならびに第 2 容器と冷却および不動態化ステーションとの間にあるバルブ機構とを含んで成るシステム。

20

30

【請求項 2 3】

第 1 不活性化容器と連通するヒーターが第 1 不活性化容器の内部にある、請求項 2 2 に記載のシステム。

【請求項 2 4】

第 1 不活性化容器の内部にあるヒーターが、場合によりヒーターに供される熱交換流体の供給源と連通する、請求項 2 3 に記載のシステム。

【請求項 2 5】

第 1 不活性化容器と連通するフィルターが第 1 不活性化容器の内部にある、請求項 2 2 に記載のシステム。

40

【請求項 2 6】

フィルターは液体金属が流入する第 1 不活性化容器に対し環状体を形成するフィルターであり、液体金属を第 1 不活性化容器から不活性化液体金属リザーバに送るために環状体と連通する導管を更に含む、請求項 2 5 に記載のシステム。

【請求項 2 7】

第 1 および第 2 不活性化容器がアルゴンで不活性化されている、請求項 2 2 に記載のシステム。

【請求項 2 8】

凝縮器がアルゴンで不活性化されている、請求項 2 7 に記載のシステム。

【請求項 2 9】

50

不活性化凝縮器が、凝縮された金属蒸気から形成される液体金属のためのアルゴン不活性化リザーバと連通する、請求項 2 8 に記載のシステム。

【請求項 3 0】

凝縮器が、場合により凝縮器に供される熱交換流体の供給源と連通する、請求項 2 2 に記載のシステム。

【請求項 3 1】

第 1 および第 2 不活性化容器の中間にあるバルブが第 2 不活性化容器へとヒンジ式で開くようになっている、請求項 2 2 に記載のシステム。

【請求項 3 2】

第 1 および第 2 容器が一体化している、請求項 2 2 に記載のシステム。

10

【請求項 3 3】

液体金属ならびに金属粒子および塩粒子のスラリーから金属粒子を分離する方法であって、スラリーを濾過して、金属および塩粒子のケーキを幾分かの液体金属を有した状態で形成すること、ケーキを破碎し、および破碎したケーキから液体金属を除去すること、ならびにその後、金属および塩粒子を分離することを含む方法。

【請求項 3 4】

破碎したケーキから液体金属を真空蒸留により除去する、請求項 3 3 に記載の方法。

【請求項 3 5】

破碎したケーキから液体金属を熱いスイープガスにより除去する、請求項 3 3 に記載の方法。

20

【請求項 3 6】

熱いスイープガスが不活性ガスである、請求項 3 5 に記載の方法。

【請求項 3 7】

不活性ガスがアルゴンである、請求項 3 6 に記載の方法。

【請求項 3 8】

熱いスイープガスが陽圧にある、請求項 3 6 に記載の方法。

【請求項 3 9】

熱いアルゴンスイープガスが陽圧にある、請求項 3 7 に記載の方法。

【請求項 4 0】

液体金属がフィルターケーキ中に金属粒子の重量の約 1 0 倍以下で存在する、請求項 3 3 に記載の方法。

30

【請求項 4 1】

液体金属がアルカリ金属もしくはアルカリ土類金属またはそれらの混合物である、請求項 3 3 に記載の方法。

【請求項 4 2】

液体金属が Na または Mg である、請求項 3 3 に記載の方法。

【請求項 4 3】

金属粒子が Ti である、請求項 3 3 に記載の方法。

【請求項 4 4】

金属粒子が Ti 合金である、請求項 3 3 に記載の方法。

40

【請求項 4 5】

塩粒子がハロゲン化物である、請求項 3 3 に記載の方法。

【請求項 4 6】

塩粒子が塩化物である、請求項 3 3 に記載の方法。

【請求項 4 7】

金属粒子が Ti または Ti 合金であり、および塩が Na または Mg の塩化物である、請求項 3 3 に記載の方法。

【請求項 4 8】

液体金属が Na であり、および塩粒子が NaCl である、請求項 4 7 に記載の方法。

【請求項 4 9】

50

ケーキを約 5 センチメートル以下の直径を有するピースに破碎する、請求項 3 3 に記載の方法。

【請求項 5 0】

ケーキを約 2 センチメートル以下の直径を有するピースに破碎する、請求項 3 3 に記載の方法。

【請求項 5 1】

液体金属ならびに金属粒子および塩粒子のスラリーから金属粒子を分離する方法であって、スラリーを濾過して、金属および塩粒子のケーキを幾分かの液体金属を有した状態で形成すること、ケーキを破碎し、および破碎したケーキから液体金属を除去すること、金属および塩粒子を分離すること、ならびに水と接触する際に許容できない爆発が起こるのを防ぐため、水で洗浄する前に金属粒子を寸法化することを含む方法。

10

【請求項 5 2】

破碎したケーキから液体金属を真空蒸留により、または熱いスイープガスにより除去する、請求項 5 1 に記載の方法。

【請求項 5 3】

熱いスイープガスがアルゴンである、請求項 5 2 に記載の方法。

【請求項 5 4】

熱いスイープガスが陽圧にある、請求項 5 2 に記載の方法。

【請求項 5 5】

熱いアルゴンスイープガスが陽圧にある、請求項 5 3 に記載の方法。

20

【請求項 5 6】

液体金属が Na または Mg であり、フィルターケーキ中に金属粒子の重量の約 1 0 倍以下で存在する、請求項 5 2 に記載の方法。

【請求項 5 7】

金属粒子が Ti または Ti 合金である、請求項 5 6 に記載の方法。

【請求項 5 8】

ケーキを約 5 センチメートル以下の直径を有するピースに破碎する、請求項 5 7 に記載の方法。

【請求項 5 9】

ケーキを約 2 センチメートル以下の直径を有するピースに破碎する、請求項 5 8 に記載の方法。

30

【請求項 6 0】

液体および固体のスラリーを収容する第 1 容器と第 2 容器との間の真空下での移送機構であって、第 1 および第 2 容器と連通するハウジングと、第 1 容器から第 2 容器へ物質を移送するためにハウジング内にて複数の螺旋状ネジ山を長手方向シャंकに沿って有するスクリーとを含んで成り、隣接するスクリーネジ山とハウジングとの間の容積が第 1 および第 2 容器の間で小さくなっていき、これにより、第 1 容器からハウジングに入ったスラリーは、スラリーがスクリーにより第 2 容器に向かって送られるにつれてその中の固体が濃縮され、他方、濃縮された固体が第 1 容器に対して第 2 容器をシールするプラグを形成するまで、固体が濃縮されるにつれてスラリーから液体が絞り出されるようになっている、移送機構。

40

【請求項 6 1】

スクリーが可変ピッチのスクリーである、請求項 6 0 に記載の移送機構。

【請求項 6 2】

スクリーが段階的ピッチのスクリーであって、その最も小さいピッチが第 2 容器に最も近いようになっている、請求項 6 0 に記載の移送機構。

【請求項 6 3】

ハウジングが略円筒形である、請求項 6 0 に記載の移送機構。

【請求項 6 4】

ハウジングが円錐形であって、その最も小さい端部が第 2 容器に最も近いようになって

50

いる、請求項 60 に記載の移送機構。

【請求項 65】

液体金属ならびに塩粒子およびセラミックまたは金属もしくは合金の粒子のスラリーを移送機構内に更に含む、請求項 60 に記載の移送機構。

【請求項 66】

液体金属が Na または Mg である、請求項 65 に記載の移送機構。

【請求項 67】

セラミックまたは金属もしくは合金の粒子が Ti またはその合金である、請求項 66 に記載の移送機構。

【請求項 68】

ハウジングが円筒形であり、およびスクリーが段階的ピッチのスクリーであって、その最も小さいピッチが第 2 容器に最も近いようになっている、請求項 60 に記載の移送機構。

10

【請求項 69】

ハウジングが円錐形であって、その最も小さい端部が第 2 容器に最も近いようになり、およびスクリーが一定ピッチのネジ山を有する、請求項 60 に記載の移送機構。

【請求項 70】

シャンクが第 2 容器に向かって増加する直径を有する、請求項 60 に記載の移送機構。

【請求項 71】

第 1 容器と液体連通するハウジングの少なくとも一部が複数のアパーチャを有する、請求項 60 に記載の移送機構。

20

【請求項 72】

複数のアパーチャがメッシュである、請求項 60 に記載の移送機構。

【請求項 73】

スラリーから液体をアパーチャに通過させて分離するための出口をハウジングにて更に含む、請求項 60 に記載の移送機構。

【請求項 74】

液体アルカリもしくはアルカリ土類金属またはそれらの混合物、ならびに金属もしくは合金またはセラミックおよびハロゲン化物塩粒子のスラリーを収容する第 1 容器と第 2 容器との間の真空下での移送機構であって、第 1 および第 2 容器と連通するハウジングと、第 1 容器から第 2 容器へ物質を移送するためにハウジング内にて複数の螺旋状ネジ山を長手方向シャンクに沿って有するスクリーとを含んで成り、隣接するスクリーネジ山とハウジングとの間の容積が第 1 および第 2 容器の間で小さくなっていき、これにより、第 1 容器からハウジングに入ったスラリーは、スラリーがスクリーにより第 2 容器に向かって送られるにつれてその中の粒子が濃縮され、他方、濃縮された粒子が第 1 容器に対して第 2 容器をシールするプラグを形成するまで、粒子が濃縮されるにつれてスラリーから液体金属が絞り出されるようになっている、移送機構。

30

【請求項 75】

スクリーが段階的ピッチのスクリーであって、その最も小さいピッチが第 2 容器に最も近いようになっている、請求項 74 に記載の移送機構。

40

【請求項 76】

ハウジングが略円筒形である、請求項 74 に記載の移送機構。

【請求項 77】

ハウジングが円錐形であって、その最も小さい端部が第 2 容器に最も近いようになっている、請求項 74 に記載の移送機構。

【請求項 78】

ハウジングが円筒形であり、およびスクリーが段階的ピッチのスクリーであって、その最も小さいピッチが第 2 容器に最も近いようになっている、請求項 74 に記載の移送機構。

【請求項 79】

50

ハウジングが円錐形であって、その最も小さい端部が第2容器に最も近いようになっており、およびスクリーが一定ピッチのネジ山を有する、請求項74に記載の移送機構。

【請求項80】

シャンクが第2容器に向かって増加する直径を有する、請求項79に記載の移送機構。

【請求項81】

第1容器と液体連通するハウジングの少なくとも一部が複数のアパーチャを有する、請求項74に記載の移送機構。

【請求項82】

複数のアパーチャがメッシュである、請求項81に記載の移送機構。

【請求項83】

スラリーから液体をアパーチャに通過させて分離するための出口をハウジングにて更に含む、請求項74に記載の移送機構。

【請求項84】

液体Na、NaCl粒子、およびTi粒子またはその合金のスラリーを更に含む、請求項83に記載の移送機構。

【請求項85】

内側壁がアパーチャの設けられた部分と隙間のない部分とを有し、外側壁が出口を有して成る二重壁のハウジングを備え、スクリーが内側壁内に配置される、請求項83に記載の移送機構。

【請求項86】

コンテナをシールしながら一方のコンテナからもう一方へスラリーを濃縮および移送する方法であって、コンテナ間を連通させること、スラリーから液体を絞り出しながら一方のコンテナからもう一方のコンテナへスラリーを移送し、これにより、2つのコンテナ間にてプラグが形成されるまでスラリーの固体濃度を上昇させ、他方、プラグからの固体をもう一方のコンテナに移送することを含む方法。

【請求項87】

コンテナを不活性雰囲気下で操作する、請求項86に記載の方法。

【請求項88】

コンテナを真空下で操作する、請求項86に記載の方法。

【請求項89】

スラリーが液体金属および金属粒子を含む、請求項86に記載の方法。

【請求項90】

スラリーが液体アルカリまたはアルカリ土類金属を含む、請求項89に記載の方法。

【請求項91】

スラリーが液体ナトリウム金属およびTiまたはその合金の粒子を含む、請求項86に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【発明の詳細な説明】

【0001】

関連出願

本出願は米国特許法 (Title 35 U.S.C.) 第119条 (e) 項および適用され得る他のあらゆる米国特許法の条項に従って、米国特許仮出願番号第60/499,857号 (2002年9月3日出願、発明の名称「分離システム、方法および装置 (SEPARATION SYSTEM, METHOD AND APPARATUS)」、およびPCT出願番号PCT/US03/027649号 (2003年9月2日出願、発明の名称「分離システムおよび方法 (SEPARATION SYSTEM AND PROCESS)」、Richard ArmstrongおよびLance Jacobsenによる)、および米国特許仮出願番号第60/497,192号 (2003年8月22日出願、発明の名称「割出し分離システム (INDEXING SEPARATION SYSTEM)」、William A. Ernstによる)、およびPCT特許出願番号PCT/US03/027653号 (2003年9月3日出願、発明の名称「フィルターケーキ処理装置および方法 (FILTER CAKE TREATMENT APPARATUS AND

10

20

30

40

50

METHOD)」、Richard Anderson、Donn ArmstrongおよびLance Jacobsenによる)、およびPCT出願番号PCT/US03/027647号(2003年9月3日出願、発明の名称「濾過抽出機構(FILTER EXTRACTION MECHANISM)」、Richard Anderson、Donn ArmstrongおよびLance Jacobsenによる)の優先権の利益を主張する。

【0002】

発明の背景

本発明は米国特許第5,779,761号、第5,958,106号および第6,409,797号に開示されおよび特許請求の範囲に記載されているアームストロング(Armstrong)法によって製造されたスラリーを分離するのに有用な分離システム、方法および装置に関し、上記特許の各々の開示内容は参照することにより本明細書に組み込まれる。

10

【0003】

反応温度を制御する種々の金属がアームストロング法に開示されているが、現時点において工業(または商業)的に最も進んだ方法は、製品チタンを得る四塩化チタンまたは合金を得る塩化物混合物などのハロゲン化物ガスの発熱反応の間に反応熱を吸収させるためにナトリウムなどの還元剤金属を過剰に用いるものである。過剰の液体還元剤金属を用いると、反応生成物として、生成すべき元素または合金の粉末、粒子状の塩、および過剰の還元剤金属が生じる。本発明の範囲はアームストロング法の生成物を超えて、液体金属および粒子状物質で構成されるスラリーであって、粒子状物質を液体金属から分離し、その後処理しなければならないあらゆるスラリーに及ぶことが理解されるべきである。簡潔にするためだけの目的で、チタン粒子、塩化ナトリウム粒子および過剰ナトリウムを生じるナトリウムによる四塩化チタンの発熱還元について説明するものとするが、これに限定されるものではない。

20

【0004】

アームストロング法を工業化する際、特に、アームストロングリアクターから得られる生成物を迅速に取り扱うことが要請される。なぜなら、この生成物はあまりに速く生成するため、その連続処理が極めて重要になるからである。本発明は、単一の分離容器およびシステムをリアクターに用いながら、元素金属または合金を2,000,000,000ポンド/年で製造するようアームストロングリアクターを連続操作できるように、アームストロング法により製造される生成物を取り扱うシステムおよび方法を提供する。このことはアームストロング法によって製造される金属もしくは合金または任意の物質を得るためにアームストロングリアクターを1日に24時間、1週間に7日間で経済的に操作することができ、また、上述のような他のスラリーを取り扱うのに適用されるので重要である。

30

【0005】

上記で参照した特許に記載されるような金属もしくは合金または他の元素金属を製造する際にスラリーを生じ、このスラリーは濾過するとゲルの形態のフィルターケーキを生じる。スラリーは大部分を過剰の還元剤金属によっている固体フラクションを有し、過剰の還元剤金属は反応が進行する定常状態温度を制御するために使用される。液体金属がフィルターを通じて抜き出されてフィルターケーキを形成するとき、機械的障害または他の手段などによってゲルを破碎しない限りゲルが形成され、そこから粒子が沈殿(settle)ことはない。ゲルが形成されると、ゲルには還元の間形成された金属粒子、還元の間形成された塩粒子およびそれらの間に侵入した(interstitial)液体金属が含まれる。ゲル中の液体金属は、真空(または減圧)によるもしくはよらない蒸留によって、または真空によるもしくはよらない熱いスイープガス(好ましくはゲルの成分に対して不活性である)との接触によって、またはそれらの任意の組合せによって除去する必要がある。

40

【0006】

発明の要旨

本発明の主な目的は米国特許第5,761号、第5,106号および第5,797号に開示されるアームストロング法のための分離システム、方法および装置を提供することである。

本発明の他の目的は連続分離システムを提供することである。

50

本発明は以下に十分に説明し、添付の図面に示す所定の新規な特徴および部分の組合せにより構成され、本発明の意図から逸脱することまたはいかなる利点をも犠牲にすることなく、様々な変更が細部において行われ得ることが理解されよう。

【0007】

発明の詳細な説明

本発明のシステム10は、単に例として挙げるアームストロング法における反応生成物から、チタンなどの金属、合金またはセラミック製品を分離することに対処するものである。アームストロング法は幅広く様々な発熱反応に適用可能であるが、主として、上述の特許に開示される金属、混合物、合金およびセラミックに適用可能である。アームストロング法の生成物は、過剰の還元剤金属、生成物金属および合金またはセラミック、ならびに反応により生成した塩より構成されるスラリーである。このスラリーは、その種々の部分をリサイクルできるよう分離する必要があり、生成した金属、合金またはセラミックを必要に応じて分離して不動態化（パッシベーションまたは皮膜保護）する。

10

【0008】

次に、図1に示す本発明のシステムおよび方法の概略図を参照すると、システム10には四塩化チタン源12が単に例示するだけの目的で記載され、これはアームストロング法に関して上記したタイプのリアクター（または反応器）15に導入される。ナトリウム（または他の還元剤）18を供給する供給タンクまたはリザーバ（または貯蔵器）17からポンプ19によりリアクター15に移送し、このリアクター15において、過剰の還元剤および金属、合金またはセラミックならびに塩より構成されるスラリー生成物20が高温にて生成するが、これら全ては本明細書に組み込まれた特許に既に記載されているものと同様である。

20

【0009】

スラリー生成物20を容器25（ドーム形状にて図示するが、そのような形状である必要はない）に移送し、容器25はスラリー生成物20が導入される内部26を有する。フィルター27（好ましくは円筒形であるが、必須ではない）が内部26の中に配置されて環状体（annulus）28を規定し、円筒形フィルター27の内側にスラリー生成物20が入られる。環状熱交換器29が容器25の周りに配置され、これら全ての目的は後述する。

【0010】

容器25は可動底部クロージャ（または閉止体）30を更に含む。熱交換プレート32が隔離された加熱システム50に後述するように接続される。回収容器35が容器25の下方に配置され、可動底部クロージャ30により容器25に対してシール（または封止）されている。回収容器35は内側に向かって傾斜した底面36を有し、底面36はクラッシュャー38および回収容器35の出口40にあるバルブ39へと導くようになっている。

30

【0011】

最後に、蒸気導管42は容器25の上部および特にその内部26と凝縮器容器45とを相互接続し、凝縮器容器は、隔離された冷却システム60に後述するように接続された熱交換プレート46を有する。凝縮器45は凝縮器リザーバ49に接続され、そこに回収した凝縮物はナトリウム供給タンクまたはリザーバ17に送られる。

40

【0012】

隔離された加熱システム50は加熱流体のためのヘッドタンク52を含み、加熱流体は後述するようにポンプ53によりヒーター55へ移送され、ヒーター55は容器25を取り囲む熱交換器29と容器25の内部の熱交換プレート32との双方に接続されている。隔離されている冷却システム60にもヘッドタンク62、ポンプ63およびクーラー65が備えられ、クーラー65は後述するように、隔離されたループで循環している冷却流体を冷却して冷却プレート46に送るよう機能する。

【0013】

バルブ39および回収容器35の下に生成物コンベヤ70があり、これはコンベヤ70へと下向きに延在するパッフルまたはケーキプレッダー71を有する。過剰の還元剤金

50

属が除去された後に回収容器 35 から生成した金属、合金またはセラミックならびに塩がその上に導かれるコンベヤ 70 は、酸素供給源 76 およびアルゴンなどの不活性ガス供給源と連通しているブロー 75 からの向流ガス 77 (好ましくは酸素およびアルゴンであるが、必須ではない) と接触する。生成した金属、合金またはセラミックを必要に応じて不活性化するため、生成した物質を汚染するほど多くない程度で、生成した金属、合金またはセラミックに対して酸素/アルゴン混合物 77 を向流で流し、これにより生成物粒子を酸素と接触させる場合に、酸素/アルゴン混合物 77 を冷却するように熱交換器 79 がブロー 75 と連通している。

【0014】

図 1 のフローシートに示すように、必要に応じて、また、エンジニアリング技術の分野において周知であるように、複数のフローメーター 81 がシステム全体に亘って分散して配置される。圧力変換器 (PT) 86 および圧力制御バルブ (PCV) 89 が必要に応じて配置され、これら全ては当該技術に関するエンジニアリング能力の範囲内である。必要であれば、フィルター 27 を洗い流す (flush) ためにバックフィルター (back filter) バルブ 91 が設けられる。加えて、様々な標準的な遮断バブル 93 がループ内に後述するように必要に応じて配置されている。真空ポンプ 95 を用いて後述するように容器 25 を真空引きする。添付図面は単一のリアクター 15 および 1 つの分離容器 25 に関するものであることを考慮すると、参照番号 100 が示す符号は、同一または類似の複数のシステムを常に操作できること、この場合、工業的な製造プラントのように複数のリアクター 15 を同時に操作してよく、各リアクター 15 は 1 つより多い分離容器 25 を有してよいことを表わしており、全てはエンジニアリング経済および通常のスケールアップの問題により決められるものである。

【0015】

生成物 20 はリアクター 15 からライン 110 を通って出て、容器 25 にその頂部から入る。ライン 110 をフィルター 27 より上方にて入るものとして示すが、好ましくはスラリー 20 がフィルター 27 の頂部より下方にて、フィルターの中央部において、またはそれら双方で導入されるようにライン 110 およびフィルター 27 が配置される。上記で本明細書に組み込まれた特許に記載されているように、スラリー生成物 20 は過剰の還元剤金属、反応により形成される塩、および反応の生成物より構成され、反応の生成物はこの特定の例においては固体粒子として存在するチタンである。リアクター 15 からのスラリー形態の生成物 20 はアームストロング法で操作する間、存在する過剰の還元剤金属の量、その熱容量、およびリアクター 15 における他の因子に応じた昇温状態にある。容器 25 において、フィルター 27 が容器 25 の内部 26 の一部を占め、この内部は環状熱交換器 29 により場合により加熱される。スラリー生成物 20 はフィルター 27 の内部に導かれ、該内部にてスラリーは熱交換プレート 32 と接触する。

【0016】

加熱システム 50 において、プレート 32 内の熱交換流体は、環状熱交換器 29 からライン 111 を通る熱交換流体と共にライン 112 を通る。ライン 112 はヘッドタンク 52 にある熱交換媒体供給源を熱交換器 55 に接続する。加熱された熱交換流体が熱交換器 55 を出てライン 113 を通って流れ、そして熱交換プレート 32 および/または環状熱交換器 29 に戻ると、流体がポンプ 53 によりヒーター 55 から熱交換プレート 32 を通って移動する。加熱システム 50 は閉ループであるため、熱交換流体はリアクター 15 で用いる還元剤金属と同じであっても、そうでなくてもよい。一例として NaK が低融点であるので挙げられるが、その他の任意の適当な熱交換流体を用いてもよい。適当なバルブ 93 により、ヒーター 55 から熱交換器 29 およびプレート 32 のいずれかまたは双方への熱交換流体の流れを制御する。好ましくは、過剰の還元剤金属が蒸発する際に生じるケーキにより多くの熱を供給するように、プレート 32 は数インチのオーダーで、互いに比較的近接している。更に、より近接したプレート 32 により、熱が移動する行程および過剰の還元剤金属蒸気が生じたケーキを通過する行程が短くなり、これにより、過剰の還元剤金属を容器 25 から蒸留して除去するのに要する時間が短縮される。プレート 32 の厳

10

20

30

40

50

密な間隔は多数の因子（プレートの全表面積、プレートの伝熱係数、蒸発させるべき還元剤金属の量、およびプレートの内側と外側との間の温度差を含むが、これらに限定されない）に応じて決まるものである。

【0017】

スラリー生成物20がリアクター15から出るとき、スラリー生成物20はリアクター15の操作圧力、通常は大気圧の約2倍以下の圧力にある。生成物スラリー20は昇圧下にてフィルター27の内側に入り、重力によって液状還元剤金属がフィルター27を通じて環状スペース28へ絞り出され（express）、そしてライン120によりリザーバ17へ供給される。該部分を分離するためのドライビングフォースは重力およびリアクター15とポンプ19の入口圧力との圧力差である。必要に応じて、液体還元剤金属の除去を支援するために環状体28を真空下で動作させてもよく、または、還元剤金属を脱液する間に容器25内の圧力を増加させてもよい。上述の方法によりフィルター27から液体金属を十分に抜き出した後、PCVバルブ89を閉め、また他のバルブ93を閉めて容器25を隔離し、次いで、真空ポンプ95に通じるバルブ93を開けて容器25の内部26に真空状態を形成する。加熱流体（液体または蒸気、例えばNa蒸気）を熱交換器プレート32に導いて、残りの還元剤金属を沸騰させ、フィルターケーキを生じさせる。容器25内の残りの液体金属還元剤18を蒸発させるのに十分な程度に容器25の温度を上昇させ、これを導管42より凝縮器45へ抜き出す。導管42は容器25の内部26からの迅速な排出を可能にするため直径が比較的大きい必要がある。還元剤金属18を蒸発させる間における容器25と凝縮器45との間の圧力降下が小さいため、比体積が大きく、物質移動が少なく、よって大きな直径の導管を必要とする。シェル側における還元剤金属の沸騰は、チューブ側にある加熱流体との熱交換によって実現される。

10

20

【0018】

絞り出した液体を容易に流動させるのに十分な温度で環状体28にて維持するため、および/または、過剰還元剤金属を容器の内部26から蒸発させるのを支援するように容器25に更なる熱を供給するため、場合により環状熱交換器29を動作させる。液体金属還元剤の蒸気を容器25の内部26から除去した後、スラリー20からフィルターケーキが残される。適切なバルブ93を閉め、真空ポンプ95をシステムから隔離する。

【0019】

凝縮器45に熱交換プレート46が配置されており、そこに導入された還元剤金属蒸気を冷却するためのものである。後述するように、冷却システム60は閉ループで操作され、凝縮器45に導入された還元剤金属蒸気が凝縮して凝縮器から流れ出るのに十分に低い温度に維持される。冷却システム60は上述のようにクーラー65とポンプ62とを含む。冷却剤はクーラー65から出てライン114を通り、これは熱交換プレート46に入ってライン115を通過して離れ、ヘッドタンク62をクーラー65に相互接続するライン116に通じている。図1の概略図からわかるように、加熱システム50および冷却システム60は別個に維持しても、混じり合ってもよいので、システム50および60で用いられる熱交換流体は同じであっても、異なってもよい。

30

【0020】

容器25および凝縮器45の双方をアルゴン供給源85からのアルゴンまたは他の適当な不活性ガスによる保護雰囲気下で少なくとも一部の時間操作し、その圧力を変換器86によってモニターする。このとき、不活性ガス（アルゴン）供給源85はライン117により凝縮器45に接続されており、また凝縮器45は特大寸法の導管42により容器25と連通している。更に、理解され得るように、加熱システム50および冷却システム60の各々にはそれら固有のポンプ53および63がそれぞれ設けられる。図1の概略図に示唆するように、加熱および冷却流体はNaKがその低融点のために好ましいが、このことは必須ではなく、開示するように、その代替物は液相または蒸気相のどちらでもあり得る還元剤金属と同じのものであってよい。

40

【0021】

スラリー20からフィルター27および導管42を経て還元剤金属18を十分除去した

50

後に残っているのは、粉末形態のチタン生成物およびリアクター 15 での発熱反応の間に生成した塩の組合せである。これにより得られた乾燥したケーキは、導入したスラリー生成物 20 より小さい体積を有するので、可動底部クロージャ 30 を開けると、乾燥ケーキがフィルター 27 から回収容器 35 へと落ち、そのため、傾斜した底部壁 36 によって塩およびチタンの組合せがクラッシャー 38 へと落ちる。ケーキが自発的に容易に落ちない場合、回収容器 35 へケーキを移すのを支援するために種々の標準的な振動発生機構またはケーキ破碎機構を用いてよい。図示した回収容器 35 はほぼ大気圧の不活性雰囲気下で維持され、そしてケーキがクラッシャー 38 を通って出口 40 を通った後、ケーキは下向きにバルブ 39 を通ってコンベヤ 70 上へと移動する。バルブ 39 の下流にはケーキを散らばらせるケーキプレッダーまたはパッフル 71 が存在し、これが生成物の向きに対して向流で流れる不活性ガス（好ましくはアルゴン）と酸素との混合物 77 に接触すると、チタン粉末を不動態化および冷却するようになっている。コンベヤ 70 は図 1 では水平に配置されているが、クロージャ 30 が機能しないために過剰の還元剤金属が水洗の方へ流れない場合の安全策として、コンベヤを上方へ傾斜させて動かすことが好都合であり得る。加えて、生成物洗浄装置を分離装置と同じレベル（または水平位置）で有することがコスト面で好都合であり得る。

10

【0022】

冷却したアルゴンおよび酸素混合物を導管 121 に通じて生成物に吹き付けるブロー 75 により、クーラー 79 にて冷却および不動態化を実現する。不動態化プロセスに用いる酸素量を最小限にするため、生成物に対するアルゴンおよび酸素の向流フローは、既に不動態化および冷却されたチタンと接触するので、最高の酸素濃度を有することが概略図からわかる。酸素供給源 76 からバルブ 93 およびライン 122 を通じてシステムに酸素が導かれ、この酸素は約 0.1 ~ 約 3 重量% の濃度で通常維持される。その後、不動態化されたチタンおよび塩の混合物を洗浄システム（図示せず）に供給する。様々なフローメーター 81 が必要に応じてシステム全体に亘って配置され、圧力制御バルブ 89 および圧力変換器 86 も同様である。フィルター 27 が詰まった場合や、その他の逆洗を要する場合にフィルター 27 を逆洗できるようにフィルター逆洗バルブ 91 が配置される。例えばバルブ 93、真空ポンプ 95 および圧力変換器 86 などの標準的なエンジニアリング機器が必要に応じて配置される。符号 100 は、図示したシステム 10 の全部または一部と同等または類似の並列システムを、同時または順次に操作できることを示すために用いるものである。

20

30

【0023】

アームストロング法において、金属、合金またはセラミックの製造は反応物質をリアクターに供給する限り連続的である。本発明は分離システム、装置および方法を提供し、連続的またはシーケンシャルなバッチ処理のいずれでも、必要に応じて連続的になるよう適当なバルブ操作により迅速に切り替えて、分離することができる。本発明の目的は、リアクター 15 を工業的なプラントにて連続的または経済的なバッチ式で操作することができる分離装置、システムおよび方法を提供することにある。プラントを経済的に操作するには容器 25 での蒸留時間を短縮することが重要であり、用いる分離システムおよび製造システムの厳密な寸法、数および構成は経済性により決まる。Ti 粉末に関して記載しているが、本発明はアームストロング法または他の産業プロセスによって製造されるあらゆる金属、それらの合金またはセラミックを分離するために適用される。

40

【0024】

示した加熱メカニズムは流体の熱交換によるものであるが、ヒーターは電気式または他の等価な手段であってもよく、その全ては本明細書に組み込まれる。底部クロージャ 30 はヒンジ式のものとして示し、市販で入手可能である。しかしながら、クロージャ 30 は閉じるときはクランプ固定され、開状態に液圧式で動くものであってよいが、ゲートバルブなどのスライド式クロージャを利用することもでき、本明細書に組み込まれる。リアクター 20 は容器 25 から分離して示しているが、本発明は当該技術に関する知識の範囲内におけるエンジニアリング上の変更、例えばリアクター 20 を容器 25 に組み込むことを

50

含むが、これに限定されない。図 1 には示していないが、フィルター上にケーキを形成する際にスラリーを攪拌し得、また、蒸留および/または移送を容易にするためにケーキを破砕し得ることが考えられる。容器 35 は 1 つの態様にて説明するが、容器 35 はパイプまたは同等のものとして容易に設計することができる。また、クラッシャー 38 は容器 25 内に、または容器 25 と容器 35 との中間に設置されていてもよい。更に、フィルター 27 上に形成されるケーキは、そこから液体金属を除去する前、その間またはその後破砕してよい。同様に、不活性環境に関しては、本発明は不活性ガスばかりでなく真空（または減圧）状態をも包含する。本発明の重要な特徴は、容器 25 および 35 の各環境が別個に維持するように容器 25 および 35 を分離することである。このようにすると、酸素はいずれの容器も汚染しない。

10

【0025】

1 つの具体例において、チタン粉末または合金粉末を 1 年あたり 200 万ポンド製造するリアクター 15 は、概略的にそれぞれ高さ 14 フィートおよび直径 7 フィートであって適当なバルブを備える 2 つの容器を必要とし、これにより、リアクター 15 を連続操作でき、1 つの容器 25 が満たされると、リアクターからのスラリー生成物を第 2 の容器 25 へ自動的に切換えることができる。各容器 25 の充填時間は容器 25 の脱液、蒸留および排出時間と同じか、幾分長い。

【0026】

リアクター 15 の製造速度を変更することは、容器 25 ならびに関連する装置および分離システムの寸法および数についてのエンジニアリング計算を要するだけである。開示するような本発明により金属またはセラミック粉末を連続的に製造および分離することが可能となり、開示する具体例により各リアクター 15 に対して 2 つまたは最大 3 つで利用可能な容器 25 を用いて連続的な分離が可能となる。複数のリアクター 15 では、容器 25 および関連する装置の数は恐らくリアクターの数の 2 ~ 3 倍である。

20

【0027】

図 2 ~ 4 を参照して、粒状物を含む液体金属スラリーを連続的に処理するシステム 10 A を開示している。この説明において、粉末および粒状物は置き換え可能なものとして使用する。より詳細には、システム 10 A はリアクター 11（例えばアームストロング法に示されるタイプのリアクターであるがこれに限定されない）を含み、リアクター 11 は液体金属を通して流すノズル 12 を含み、およびノズルを取り囲むハウジング 14 を有する。ガス入口 15 はガスを供給源 16 から液体金属に導入するよう機能し、これによりアームストロングの特許に記載されるような発熱反応を起こさせる。発熱反応による生成物は、液状還元剤金属（ナトリウムなど）のスラリーであって、生成した元素または合金（チタンまたはその合金など）の粒子がその内部に分散したもの、およびガスからの反応生成物（ナトリウムおよび四塩化チタンの場合には、塩化ナトリウムまたは塩化物塩の組み合わせであり得る）であり得る。スラリーはリアクターハウジング 14 から出口 18 を通って離れて受取容器 20 に導入される。受取容器 20 はその頂部付近のドーム部 21 および円筒部 22 を有し、円筒部 22 は円錐台部 23 にて終端し、円錐台部 23 はその底部に排出口 25 を有し、環状フランジ 26 にて終端する。モーター 30 が後述する目的で、図示するように円筒部 22 の底部または円錐台部 23 に攪拌機 32 を有する出力シャフト 31 に連結された状態で容器 20 の頂部に取り付けられ得る。

30

40

【0028】

特に図 3 に示すように、割出し（indexing：または位置決め）フィルター（または濾過）システム 35 が容器 20 と連通しており、より詳細にはハウジング 36 を含み、ハウジング 36 は頂部 37、対向する上部アパーチャ 39 および対向する下部アパーチャ 41 を備える円筒状側壁 38 を有する。ハウジング 36 は後述する目的で出口 43 も備え、出口 43 はそこから延在する導管 44 を有する。

【0029】

割出しドライブ 45 はモーター 46 を含み、モーター 46 は出力シャフト 47 を有し、シャフト 47 は心棒 49 に接続されたクラッチ機構 48 と連結し、心棒 49 の端部はベア

50

リング 5 1 で支えられている。軸アパーチャ 4 9 A が心棒 4 9 を収容するために円筒状壁 3 8 に設けられる。

【 0 0 3 0 】

割出しディスク 5 5 が心棒 4 9 に回転可能に取り付けられ、該ディスクは長手方向に離間した複数のチャンバ 5 6 をその内部に有し、例示の目的でそのような 6 つのチャンバを示している。

【 0 0 3 1 】

フィルター 6 0 (好ましくは金属製ウェッジワイヤであるが、必須ではない) が出口導管 6 5 に位置し、スプリングおよびピンのアレンジメント 6 2 を介してディスク 5 5 とシール (または封止) 接触して維持されるカラー (または環状部材) 6 1 を有する。ディスク 5 5 にあるチャンバ 5 6 も入口導管 6 3 に連通するカラーならびにスプリングおよびピンのアレンジメントと接触し、各チャンバ 5 6 が心棒 4 9 の廻りで回転する際に各チャンバに対してシールアレンジメントを提供するようになっている。図 3 に示すように、容器 2 0 の出口 2 5 を割出しディスク 5 5 に接続するフランジおよびシール 6 7 を有する T 字形導管 6 6 が存在し、シールフランジ 2 6 A (図 2) が備えられて常套のシール (図示せず) により容器 2 0 と割出しフィルターシステム 3 5 との適当な接続を提供するようになっている。

10

【 0 0 3 2 】

圧密ラムアセンブリ 7 0 が割出しフィルターシステム 3 5 のハウジング 3 6 に取り付けられ、およびピストン 7 2 が取り付けられたピストンロッド 7 1 を含む。ピストンロッド 7 1 はペローズシール 7 3 により取り囲まれ、後述するようにチャンバ 5 6 に近づきおよびこれから離れて長手方向に動くために、その一端にて適当なドライブまたはモーターアセンブリ 7 4 に接続される。

20

【 0 0 3 3 】

圧密ラムアセンブリ 7 0 と同様の排出ラムアセンブリ 8 0 が、同様のピストンロッド 8 2、ペローズシール 8 3 および駆動モーター 8 4 を含むハウジング 3 6 に取り付けられる。図 3 において、排出ラムアセンブリ 8 0 を明瞭さのために回転させて示しているが、有能な技術者にはよく理解されるように、ディスク 5 5 を割出しする間にチャンバ 5 6 が内部に配置されるハウジング 3 6 の周りのいずれの場所に配置してもよい。更に、本発明のシステム 1 0 A は 2 つ以上の圧密ラムアセンブリおよび 2 つ以上の排出ラムアセンブリを含んでいてもよく、それぞれの種類 (version) については設計上の選択事項であり、当該技術に関する知識の範囲内である。排出ラムアセンブリ 8 0 は、圧密ラムアセンブリ 7 0 と同様にカラー 8 6 ならびにスプリングおよび保持ピン 8 7 を更に含み、後述する目的で排出ラムアセンブリ 8 0 と、割出しディスク 5 5 と、外側格納 (containment) チューブまたは導管 9 1 により囲まれる出口導管 9 0 との間のシールを確実にする。

30

【 0 0 3 4 】

静止グリッドまたは可撓性部材の形態であり得るケーキ破砕機 9 3 が蒸留システム 9 5 の端部に後述する目的で配置される。

【 0 0 3 5 】

蒸留システム 9 5 が割出しフィルターシステム 3 5 の出口導管 9 0 と連結しており、および熱交換器 9 7 を有するコンテナ 9 8 において熱交換器 9 7 と熱交換する関係にある長手方向に延びるコンベヤ 9 6 を含んで成る。蒸留システム 9 5 は凝縮器アセンブリ 1 0 0 と、コンテナ 9 8 から凝縮器コンテナ 1 0 3 へと延在する 1 つ以上のチューブ 1 0 1 によって連通しており、凝縮器コンテナ 1 0 3 は図示する目的で細長いコンテナとして示しているが、所定の任意の寸法または形状であってよいことが理解されよう。凝縮器コンテナ 1 0 3 も導管 4 4 によりハウジング 3 6 の出口 4 3 に接続されている。導管 1 0 2 は凝縮器アセンブリ 1 0 0 と液体金属供給源 1 0 5 との間を連通させ、液体金属供給源 1 0 5 は蒸留真空ポンプ 1 0 6 および出口配管 1 0 7 が接続された容器の形態である。ポンプ 1 0 8 は液体金属を供給源容器 1 0 5 から導管 1 0 9 に通じて液体金属蓄積タンク 1 1 5 へポンプ輸送する。またタンク 1 1 5 は、割出しフィルターシステム 3 5 からの出口導管 6 5

40

50

と連通するヘッドタンク 110 からの液体金属も入れられる（ヘッドタンク 110 は導管 113 によって蓄積タンク 115 と連通している）。後述するように、割出しフィルターシステム 35 を出た液体金属に熱を供給し、またはこれから熱を除去することが必要であれば、熱交換器 112 が出口導管 65 と熱交換する関係にあってよい。

【0036】

容器 120 が蒸留システム 95 と連通して配置され、およびバルブ 121 を含んで成り、容器 120 はポンプ 122 と連通し、そしてポンプ 122 は底部にバルブ 126 を備える容器 125 またはロックホッパーと連通している。容器またはロックホッパー 125 はバルブ 126 を介して不動態化システム 130 と連通し、該システムは格納容器 131 と、ガス入口導管 133 およびポンプ 135 と連通するガス出口導管 134 と連通するコンベヤ 132 とを含む。不動態化システム 130 は出口 136 を有し、これら全ての目的は後述する。

10

【0037】

システム 10A の操作は次の通りである。ガスの供給源 16 をボイラー（これは容器 16 に含まれるものとする）の温度とし、導管またはガス入口パイプ 15 を経て、ナトリウムなどの還元剤金属を流すノズル 12 へ移送する。ヘッドタンク 110 または供給源容器 105 からナトリウムを供給する。これらの容器は 1 つになっていても、いくつかに分かれていてもよいことが理解され、このことはシステムにおけるパーツ（または部分）の実際の組合せを設計する際の当該技術に関する知識の範囲内である。液体金属ポンプ 105 は、液体金属の連続フロー（または流れ）をノズル 12 に供給し、液体金属およびガスの量を調節してリアクター 11 を所定の、通常は約 400 の低い温度に維持する。操作温度として様々な温度を選択し得るが、現在のところ約 400 が好ましい。参照することによって本明細書に組み込まれたアームストロングらの特許に既に説明されており、そこに示された例と同様、リアクター 11 内の反応生成物は過剰のナトリウム、塩化ナトリウム粒子およびチタン粒子のスラリーを含んで成る。このスラリーは出口導管 18 を通って受取容器 20 へと流れる。このときの物質温度はリアクター 11 からの出口温度（例えば約 400 あり得る）に依然として近い。容器 20 において、モーター 30 により攪拌機 32 を操作するとスラリーが容器内で攪拌される。スラリーは容器 20 をその排出口 25 から出て割出しフィルターシステム 35 に入る。

20

【0038】

重力によって、割出しフィルターシステム 35 に入ったスラリーは T 字形コネクタ 66 へ、次いで入口導管 63 へ入り、フィルター 60 を通って出口導管 65 へ流れる。液体ナトリウムがフィルター 60（例えば 125 ミクロンのウェッジワイヤフィルターであり得る）を通って流れると、液体ナトリウムが抜き出されるにつれて固体（または固形分）濃度が上昇する。圧密ラムアセンブリ 70 を作動させ、ピストン 72 をチャンバ 56 内へ前進させて、導管 66 内の物質を圧縮し、これにより、液体金属をフィルター 60 から絞り出し、最終的に、液体金属のほとんどが絞り出され、ウェットケーキ粒子状塩および粒子状チタンとして分類され得るものが残って成るケーキを形成する。このケーキはその形状を保つのに十分な一体性（integrity）を有するが、同時に、幾分かの（または少量の）液体金属を依然として含んでいる。図示するように、出口導管 65 を通じて割出しフィルターシステム 35 から出た液体金属を、その後、ヘッドタンク 110 にリサイクルして、ポンプ 108 によりリアクター 11 のノズル 12 に戻すよう移送する。圧密ラム 70 による圧縮を終えた後、モーター 74 はピストン 72 を引き戻し、割出しドライブ機構 45 により割出しディスク 55 を回転させて新たな動作のために次のチャンバ 56 を所定の位置に進める。図面からわかるように、入口導管 66 は重力により容器 20 と接続されているため、圧密ラム 70 を引き戻すと直ちにより多くのスラリーがシステム内に入ってくる。ラムを引き戻すと直ちにディスク 55 を回転させているので、圧密後、次のチャンバが圧密ラム 70 と一直線上に位置するまでチャンバ 56 にスラリー物質が入らず、次のチャンバが圧密ラム 70 と一直線上に位置するとチャンバ 56 はスラリーで充たされ、そしてその後、圧密または圧縮される。

30

40

50

【 0 0 3 9 】

排出ラムアセンブリ 8 0 は割出しディスク 5 5 の別のチャンバ 5 6 と一直線上に位置し、または位置合わせされ、圧密または圧縮された物質を内部に有するチャンバ 5 6 が排出ラム 8 0 と一直線上に位置すると、ピストン 8 2 がチャンバ 5 6 のケーキを蒸留システム 9 5 へと移動させる。

【 0 0 4 0 】

図 3 に示すように、適当な導管内およびその制限された経路内に液体金属を含む複数のシール 6 1 および 8 6 が設けられる。しかしながら、シールは実際には必ずしも完璧でなく、導管でのシール機構は液体金属に対するシールを提供することを意図したものであるが、幾分か洩出し得ることは避けられず、後述するように更なるリサイクルのためにハウジング 3 6 内に回収され、出口 4 3 および導管 4 4 を出て凝縮器アセンブリ 1 0 0 へと流れる。1 つの圧密ラムアセンブリ 7 0 および 1 つの排出ラムアセンブリ 8 0 を示しているが、2 つ以上の圧密および / または排出ラムアセンブリ 7 0 、 8 0 を含ませることは当該技術に関する知識の範囲内に十分属する。

【 0 0 4 1 】

蒸留システム 9 5 においてケーキからの粒子を熱交換器 9 7 により加熱する。熱交換器 9 7 は伝導、対流、誘導加熱、あるいはコンベヤ 9 6 によりケーキ破砕機 9 3 を経て容器 1 2 0 に運ばれる粉末または粒子を加熱する任意の他の適当な工業的方法によるものであってよい。ケーキ破砕機 9 3 は模式的に示し、これは圧密した粒子状物質を破砕してほぐれた脆い物質にする据え付け式の (fixed) 一連のワイヤまたは様々な他の機械的機構であってよい。蒸留システム 9 5 にて蒸発させた液体金属を集め、導管 1 0 1 に通じて凝縮器アセンブリ 1 0 0 およびコンテナ 1 0 3 に送る。コンテナ 1 0 3 は液体金属蒸気を液体に凝縮するのに十分に低い温度に維持されており、この液体はヘッドタンク 1 1 0 などにおけるような貯蔵部に移送する。上述のように、タンク 1 0 5 および 1 1 0 内の液体金属はやがてはポンプ 1 0 8 によりリアクター 1 1 へ、より詳細にはノズル 1 2 へと再循環される。バルブ 1 2 1 が容器 1 2 0 と容器またはロックホッパー 1 2 5 との間に存在する。加えて、ポンプ 1 2 2 が容器またはロックホッパー 1 2 5 と連通して、システム 1 0 に蒸気が逆流しないことを確実にし、また、バルブ 1 2 1 および 1 2 6 の作動によりロックホッパー 1 2 5 を隔離する必要がある場合にシステムを空にすることができる。ロックホッパー 1 2 5 から粒状物質を、不動態化装置 1 3 0 に移し、より詳細には格納容器 1 3 1 内で動くコンベヤ 1 3 2 に移す。図示するように、粒子は不動態化物質に対して向流方向に動くが、そのようにしなくてもよい。好ましくは不動態化流体は、低い割合 (例えば 0 . 2 体積 %) の酸素およびアルゴンなどの不活性ガスを含むガスである。次いで、不動態化した物質を出口 1 3 6 より洗浄および乾燥システム 1 4 0 に移送する。所望により、ポンプ 1 3 5 および導管 1 3 4 により不動態化流体を排出し、これをリサイクルする。

【 0 0 4 2 】

図 5 を参照して、本発明の別の態様を示し、同様の数字は同様の部材に適用するものとした。図 5 の態様における主な相違点は、割出しディスク 5 5 については割出しフィルターシステム 3 5 が鉛直でなく水平に配置され、よって、容器 2 0 の底部からスラリーが抜き出されると、液体の還元性金属がフィルター 6 0 を通じて抜き出され、そして割出しディスク 5 5 を回転させた後に圧密を実施するようになっていることである。更に回転させた後、排出ラムアセンブリ 8 0 を作動させてケーキを蒸留システム 9 5 へと移す。割出しディスク 5 5 の配置を除いて (これはスラリーの回収および圧密の間の割出しを必要とするが) 、 2 つのシステムの操作は同じである。

【 0 0 4 3 】

単一のアームストロングリアクターにより生成物、例えばチタンまたはチタン合金 (例えばチタン、 6 % アルミニウムおよび 4 % バナジウム) を 2 , 0 0 0 , 0 0 0 ポンド / 年で製造可能であるとすると、チャンバ 5 6 は直径 1 0 インチおよび長さ 6 インチとなり得る。アームストロング法によって製造されるスラリーおよび / またはゲルが約 2 2 ~ 2 3

10

20

30

40

50

固体重量%であるという計算に基づくと、各ディスク55にはそのようなチャンバが6個存在することが好ましい。上記チャンバに基づけば、割出しディスク55は約11秒毎に割出しされることになる。チャンバ体積またはチャンバの数が異なれば、異なる割出し時間が必要となるが、このことは当該技術に関する知識の範囲内である。本具体例において、圧密ラムアセンブリ80により取り出されたケーキが厚さ約1.5インチで約64~65重量%の間の固体組成を有するようにするには、チャンバ56内の物質を1/4に圧縮する。

【0044】

次に図6を参照して、本発明による様々な方法および得られる生成物（または製品）の概略的に示す図を開示する。「還元」枠は上述のおよび本明細書に組み込まれたアームストロングらの特許に教示される構成を用いて制御下にて発熱反応が起こるアームストロング法である。分離は本明細書にて上述したように不動態化を伴う。次いで、不動態化された物質を洗浄および乾燥システム140に送り、そこで塩生成物（本具体例では塩化ナトリウム）を生成物粒子（本具体例ではチタンまたはチタン合金粉末）から除去する。図6を参照して、この概略図は粉末を溶融して鑄造などの様々な方法によりインゴットまたは他の固体生成物（product：または製品）を形成することができ、または、例えば圧力を利用する冷間静水圧成形、熱間静水圧成形など（但しこれに限定されない）を含む粉末冶金プロセスに送られて、金属粉末を所定の形状および密度に緻密化する（densify）ことができる。金属粉末をガス噴射として冷間噴霧すること、または、金属粉末をレーザー処理すること、または、プラズマにより金属粉末を球形化する（spheridizing）ことにより、生成物を製造することもできる。当該技術分野において周知であるように、金属粉末をフォーム（または発泡体）の形態とし、その後、プレスおよび焼結して安定な金属フォームを形成することができる。粉末をマンドレルに対してプレスし、その後、ロールで延ばして薄肉管とすることができる。更に、金属粉末を引抜または押出することにより粉末生成物を形成することができる。例えばパッキングフラクション（または充填率）、平均寸法または寸法分布などの生成物のモルホロジー（または形態）を変える必要がある場合、摩耗機構を用いて、パッキングフラクションを含む粉末のモルホロジーを変更すること、または粉末の全体的な寸法分布を小さくすることができる。

【0045】

これら全ての生成物製造方法およびこれにより形成される生成物は本発明の分離方法と組み合わせられる場合に本発明に包含されるものである。

【0046】

Pトラップは運転を進行させたときのフィルター上方の圧力である（下流の圧力が一定に保たれると仮定する）。フロー2はナトリウム（Na）の流量であり、Vリアクターはいつ生成物が形成されたかを示す。t = 8420にて、トラップへのナトリウムフローを開始した。トラップの圧力はリアクターのバルブを開けてケーキを生じ始めるまで比較的一定であり、Naが清浄なフィルター（125ミクロン）を流れるときと同様のままであった。ケーキDPは、ノズルの垂音速作動によりノズルが塞がれるために反応速度が落ち始めるt = 8520まで直線的に上昇した。蒸留後のケーキの厚さを測定したところ平均で5~6インチであった。ケーキ底部はケーキ頂部より低密度であるように観察され、ケーキ密度の測定値はケーキ頂部にて1.1 g/cc、ケーキ底部にて0.73 g/ccの密度を示した。底部はより低い圧力で形成されるため、より密度が低いものと考えられる。例えばDPは流量により決まり、この運転では流量を30 kg/minとした。また、生成物の製造を終了し、Naフローを続けた後、ケーキは更に圧密されているように観察された（t = 8550の後、フローは減少するのに対し、圧力は増加することを見よ）。Naフローを停止する前、DPは、十分な生成物の製造が終了する際の18 psigに対し、最大で22 psigであった（図1および2を参照、図7および8を参照）。

【0047】

ケーキ領域に熱を供給し、蒸気を除去して、トラップの頂部側から外部の第1凝縮器へ、また、蒸留によりウェッジワイヤフィルターを通じて第2凝縮器へ送った。蒸留の間に

全部で5.9kgのNaがケーキから除去され、蒸留後、ケーキは3.4kgの重量であった。5.9kgのうち3.8kgは第2凝縮器において凝縮されたことがわかった(図9を参照のこと)。

【0048】

別のヌッチェによる運転では、蒸気を移動させるのにトラップ直径を最大限に利用するため、フィルターを通りトラップ底部へ通じる蒸留を可能にするようにトラップを設計した。このトラップも標準的な1インチ配管(line)を第1凝縮器に通じて有するものとした(図10を参照のこと)。Naの凝縮物を支持するようにトラップの底部を冷たいままに維持しつつ、熱をケーキに集中させた。蒸留後、1.6kgのNaが第1凝縮器に移り、1.3kgのNaがトラップの底部へと留出し、チタンおよびNaClで構成される3.1kgのケーキが残った。

【0049】

しかしながら、フィルターケーキを破碎することにより、ナトリウムなどの液体金属の蒸留時間および速度を大幅に減少させることがわかった。破碎バーまたは任意の他の機械的手段(可動フィンガーまたはミキサーなど)を用いると、真空蒸留の第1部を40,000~50,000秒(11~14時間)から20,000~30,000秒(約6~8時間)に顕著に減少させる。蒸留の第2部(温度および圧力が低下する部分であり、テールと呼ばれる)はフィルターケーキの破碎による影響は受けなかった。

【0050】

第2蒸留またはテール部の間に好ましくは約500~約800の範囲に加熱されたアルゴンなどの不活性なスイープガスを用いることにより、還元剤金属(ナトリウム)の蒸留に必要な時間を約40,000~50,000秒から約10,000秒(約3時間)に短縮できることもわかった。これは従来の方法に対して大幅な進歩である。上記方法の1つまたはフィルターケーキの破碎との組合せのいずれかを不活性ガスによるスイープと組み合わせて用いることにより、蒸留時間を約(22または28)時間から約(9~11)時間に短縮することができる。このことは設計を簡素化し、回収タンク、バルブ、配管および他の関連機器を減らすことにより、プラント設計において極めて重要である。

【0051】

真空(または減圧)蒸留が明らかに完了した後、トラップされ残っている全ての還元剤金属(ナトリウム)を除去するのは実際上困難なものとなる。フィルターケーキを水に入れて残りの塩(NaCl)をチタン粉末から洗い流すことは自明であるように思われるものの、フィルターケーキにトラップされている還元剤金属(ナトリウム)が問題であり、これは水と結合するときに著しい爆発を生じる。事実、ナトリウム液体と水との混合物は当量のTNTより大きなエネルギーを有する爆発を起こすものである。

【0052】

NaによるTiCl₄の液面下での還元によってTiを生成することに関して、ナトリウムを蒸留する間またはその後フィルターケーキを小さく(例えば直径約5センチメートル未満、好ましくは直径約2~約5センチメートルの範囲に)粉碎することによって、装置設計につき適切な配慮がなされ適切な安全対策が施されていれば、著しく装置を損傷したり人を傷つけることなく、トラップされた全てのNaを処理するのに十分な程度に粒子または塊を明らかに小さくできることがわかった。蒸留後、フィルターケーキは脆く、容易に粉碎される。大量の粉碎したフィルターケーキを爆発の恐れ無しに水洗し得る程、上述の特許(特にナトリウムまたはその他のアルカリ金属が還元剤として使用される)に記載される様々な元素金属および合金を製造するのに要する蒸留時間が大幅に短縮される。

【0053】

別法では、蒸留全体を陽圧(例えばpsigであるが、これに限定されない)にて、加熱したまたは熱い不活性ガス(例えば約500~約800であるが、これに限定されない)により行い、その後、冷却することにより、蒸発した液体金属(例えばNaであるが、これに限定されない)を凝縮できることがわかった。その後、冷却した液体金属は更

に使用するために戻す。

【0054】

要するに、本発明は上述の特許に記載される方法により得られるフィルターケーキの蒸留時間を短縮するための機構および方法に関する。フィルターケーキ領域での振動もしくは可動機構により、またはフィルターケーキ領域での静止した機械的なバーもしくは部材または他の適当な機構により、フィルターケーキを破砕することができる。フィルターケーキ中の液体金属の蒸留時間を大幅に短縮するために、真空または真空でない不活性スイープガスを単独で、または蒸留の間にフィルターケーキを破砕する上述の方法と組み合わせる用いることができる。

【0055】

図面の図11を参照して、移送機構10Eを示し、この機構は液体出口12を有する外側導管壁11を含む二重壁導管および端部壁13を含んで成り、壁11は好ましくは円筒形であるが必須ではない。円筒壁11の内部は隙間のない(solid)部分16と、アパーチャが設けられ、任意の適当な寸法のメッシュであってよい部分17とを有する内側チューブまたは導管15である。内側チューブまたは導管15は図1に示すように円筒形であっても、後述するように円錐形であってもよく、内側導管15は真空チャンバ25に対して開口している排出端部18を有し、また、上記で参照して本明細書に組み込まれたアームストロング特許に説明されるようなリアクターと連通するコンテナまたは容器20に対して開口している入口端部19を有する。

【0056】

フィードスクリー30が内側導管15内に配置され、当該技術分野において周知であるように円錐形のネジ山32が配置されている回転可能なシャंक31を有する。ネジ山32は一定または可変のピッチを有し得る。ピッチは隣接するネジ山間の距離であり、可変ピッチは後述する目的で容器20からコンテナまたは容器25に向かってピッチが減少する、段階的な(または徐々に変化する)ピッチであることが好ましい。

【0057】

本発明の好ましいが、これに限定されない態様において、移送機構10Eはアームストロング法により製造される物質と共に用いられる。より詳細には、単に例示するだけの目的で、本明細書にて述べるスラリーは液体ナトリウム、塩化ナトリウム粒子、ならびにチタンおよび/またはチタン合金の粒子の組合せである。アームストロング特許に述べられているように、これにより様々な金属および非金属生成物を製造することができ、そして本発明はアームストロング法によって製造されるいずれかの特定の生成物に限定されず、また当然ながら本明細書に記載した好ましい生成物に限定されないよう意図するものである。

【0058】

いずれにせよ、好ましくは不活性雰囲気下または真空下で操作される容器またはコンテナ20は上述の粒子のスラリーをその内部に有し、スラリーが内側導管またはチューブ15の部分19に入り、フィードスクリー30がシャंक31の回転により図示するように回転すると、スラリーは図11に示すように左から右へフィードスクリーに沿って移動する。図11のフィードスクリー30は段階的なピッチになっている(即ち、左から右にピッチが減少するようにネジ山32が互いに近くなっていく)ため、該物質はコンテナまたは容器20からコンテナまたは容器25へと移動するにつれて濃縮される。更に、導管またはチューブ15の部分17はアパーチャが設けられ、または多孔質であるため、液体ナトリウムが更なる処理のためにそこから抜き出され、出口12から外へ出る。従って、スラリーがコンテナまたは容器20からコンテナまたは容器25へと移送されるにつれて、液体が抜き出されるので、スラリーはより濃縮された状態になり、隣接するネジ山間のピッチが減少するに従い密度が上昇する。

【0059】

現象を別の方法で表現すると次のようになる。隣接するネジ山とシリンダーまたはチューブの壁16との間の容積は、物質がフィードスクリー30によりコンテナまたは容器

10

20

30

40

50

20からコンテナまたは容器25へと移動するにつれて減少する。スラリーが濃縮されて部分16(内側チューブまたは導管15の隙間のない部分16)に達するまでに、容器25と、リアクターからのスラリーを収容する容器20との間のシールが確立される。移送機構10によるシールの形成は本発明の重要な局面である。なぜなら、アームストロング特許に記載されるように、セラミックまたは金属合金の所望の粒子から液体金属および塩を分離することは真空チャンバまたは容器25における蒸留を含み得、また、アームストロングリアクターそれ自体がアルゴンなどにより不活性化した容器であり得るからである。従って、移送する間に容器の1つをシャットダウンすることを要したり、容器20内の保護雰囲気または容器25内の真空を損なったりすることなく、2つの容器間での連続操作を可能にするために、2つのコンテナまたは容器の間にシールを形成することが重要である。 10

【0060】

図12および13を参照して、本発明の別の態様を示す。隣接するスクリーネジ山と、フィードスクリーが配置されるコンテナまたはハウジングとの間の容積が容器20Aから容器25Aにかけて減少するという本質的な特徴を同様に有する。図12からわかるように、移送機構10Fは円錐形の形状になったハウジング15Aを有し、その内部のスクリー30は段階的なピッチのスクリーであっても、そうでなくてもよい。図12に示す態様のスクリーネジ山は互いに近くなっていくことを要しなくてよく、即ち、物質が左から右へ、また容器20Aから容器25Aへと移動するにつれて、隣接するネジ山とハウジングの壁との間にある物質の体積を減らすためにピッチが小さくなっていることを要しない。しかしながら、エンジニアリング上の理由によっては、段階的なピッチのスクリー30Aを有する、または有しない円錐形状の内部ハウジング15Aの双方を用いることが好都合であり得る。 20

【0061】

図13を参照して、本発明のもう一つの態様10Gを示し、この態様ではスクリー30Bのシャンク31Bは円錐形の形状になっており、コーン(または円錐形部材)の大きい方の端部が容器25Bと隣接し、また隣接するネジ山32B間のピッチは一定であるが、小さくなっていく。いずれの場合においても、隣接するネジ山と内側コンテナ15Bとの間の領域の容積は物質が容器20Bから容器25Bへと移動するにつれて減少する。

【0062】

本発明を不活性化容器および真空容器に関して説明したが、本発明は物質を1つのコンテナからもう1つのコンテナへと、いずれのコンテナの環境も損なうことなく移動させ、および濃縮することを含むものである。これらコンテナは接続されたパイプまたは容器であってよく、この環境は真空、不活性雰囲気またはその他のものであってよい。本発明の中心は、1つおよびもう1つの環境を互いに隔離するようにそれらの間にシールを形成しながら、1つの環境からもう1つの環境へと固体(または固形分)を移送してスラリーにて固体を濃縮することである。 30

【0063】

図14を参照して、上述の適用を組み合わせた分離の概略図であって、上述のアームストロング法(但しこれに限定されない)に関するもう1つの分離プロセス、システムおよび方法を説明する図を示す。先に記載したシステム、装置および方法と同様、ハロゲン化合物および還元剤金属の供給源が存在し、これらは上記と同様にリアクターに導入されて、発熱反応により、一例として金属粉末、塩粒子および過剰の還元剤金属で構成されるスラリーを生じる。アームストロング特許に教示されるように、リアクターを不活性雰囲気下にて操作し、生じたスラリーを第1容器に移送する。後述するように分離プロセスは陽圧または陰圧のいずれかまたは双方である部分を含み得るので、第1容器は同じく不活性雰囲気および/または真空下にて操作され、即ち、第1容器は不活性化されている。第1容器をシャットダウンしたり、液体金属を添加(seasoning)したりすることなく連続製造を可能にするためには、スラリーを処理する間中、第1容器が酸素により汚染されるのを防止することが非常に重要であり、そうでなければ酸素汚染物を除去することを要する。 40 50

【 0 0 6 4 】

塩粒子および過剰の還元剤金属などの不要な成分を除去するようにスラリーを処理する様々な手段がある。しかしそのいずれもが、過剰の還元剤金属を液体もしくは蒸気またはその双方として第1容器から移動させ、金属粉末または金属粉末と塩粒子との組合せのいずれから構成されていてもよく、ウェット（または湿った状態）またはドライ（または乾燥した状態）のいずれでもよいケーキを残すことを含むものである。第1容器の健全性（integrity：または完全性）を保持するために第2容器が存在し、これは不活性雰囲気および/または真空下にて操作されるタンクもしくはパイプまたは任意のコンテナであってよく、そこへ処理したスラリー（ウェットでもドライでも、金属粉末でも金属粉末と塩粒子との組合せでもよい）が更なる処理のために移送され、またこれは不活性化された容器またはコンテナから不活性化されていない環境へ生成物を移送することができるようにロックまたはバルブまたはシールまたはプラグ機構を有する。本明細書にて上述したように図面、特に図1からわかるように、スラリーを第1容器にて加熱して、過剰の液体金属を液体および蒸気の双方として除去する装置が示される。乾燥したケーキを交換のため第2不活性化容器に移送する。機械的手段または別的手段による第1容器での攪拌は蒸留プロセスを迅速化し、同時に、フィルターケーキが形成されるとこれを破碎し、このことは更なる利点でもある。しかしながら、図14に示すように大きく変更することなく、ケーキを破碎することができ、また、過剰の液状還元剤金属を不活性な熱いスイープガスにより除去することができ、このスイープガスは十分に熱いときは過剰の液状還元剤金属だけでなく塩粒子も蒸発させ、金属粉末を残して、これを第2コンテナ（パイプであってよい）へと移動させ、ロック機構を経てオプションの不動態化ステーションに送り、または不動態化せずに、輸送のために不活性環境にパッケージング（または袋詰め）する。従って、理解されるように、第1容器を用いて、金属粉末を単独で、または塩粒子と組み合わせるためにスラリーを加熱により処理することができる。

10

20

【 0 0 6 5 】

図2～6に示すように、システム10Aにおける第1容器は順次（またはシーケンス）割出し分離システム35を含み得、このシステムでは図14の第1容器が受取容器20と割出しフィルターシステム35（これは上述のように、絞り出した（または圧搾）ケーキを順次に製造し、第2容器または蒸留システム95に送る）との組合せにあたる。図14の第2容器またはコンテナは、図2～6に示すシステム10Aにおける蒸留システム95として水平に配置され得、内部にコンベヤを有しても、有しなくてもよく、全ては当該技術に関する知識範囲内でエンジニアリング上の理由に応じて決まるものである。図14に示すように、第2コンテナの物質（このとき乾燥しており、金属粉末単独または金属粉末と塩との組合せのいずれでもよい）は、必要に応じて更なる処理のために何らの方法で、図示するようにロックを経て、またはシールもしくはバルブまたは任意の同等の機構を経て第2コンテナの不活性化状態から他の環境へと移動させ、該処理には不動態化およびその後の水洗または不活性化された輸送コンテナへ単にパッケージングすることが含まれ得る。ロック機構は図11の可変ピッチスクリュウまたは図12および13に示すその改変体、あるいは他の任意の適切なロック機構、例えばゲートバルブ（但しこれに限定されない）などであってよい。

30

40

【 0 0 6 6 】

従って、理解されるように、第1容器にて不活性雰囲気もしくは真空またはその組合せの下でスラリーを処理することにより、選択した分離条件に応じて、金属粉末または金属粉末と塩との組合せのウェットまたはドライケーキを生じ得る。第1容器から物質（過剰の還元剤金属単独または還元剤金属と塩との組合せのいずれでもよい）を出すために、ヒーター（内部もしくは外部または双方のいずれでもよい）および/または熱い不活性スイープガスを陽圧もしくは陰圧、またはヒーターもしくはスイープガスまたは双方により陽圧と陰圧との組合せのいずれでもよい圧力で用い得る。第1容器から何を移送するかにより、不要な構成成分から金属粉末を単離するために第2コンテナに熱い不活性スイープガスまたは他の機構を適用させ得る。その後、更なる処理または取扱いのためにコンベヤま

50

たは別の機構への移送を行う。上述のように、冷却後に少量の酸素を有する不活性ガスによる不動態化を適用してよく、その後、パッケージの前に水洗および乾燥を適用してよい。あるいは、還元剤金属および塩の双方を第1容器および/または第2コンテナにて除去する場合、水洗および/または不動態化を必要としなくてよく、この結果、酸素汚染および/または費用をより低くする。

【0067】

本発明の好ましい態様として考えられるものについて説明したが、本発明の概念を逸脱することなく、また、いずれの利点をも犠牲にすることなく、細部における種々の変更がなされ得ることが理解される。

【図面の簡単な説明】

10

【0068】

【図1】本発明の分離システムの概略図である。

【図2】本発明の方法を実施するシステムの概略図である。

【図3】長手方向の断面図で示した、図2に示すシステムの生成物濾過ディスク部の拡大概略図である。

【図4】図3に示す容器の水平断面図である。

【図5】図2に示すシステムの別の実施態様である。

【図6】本発明による様々な方法およびスラリーから分離される粉末によりまたはそれから製造される生成物を概略的に示す図である。

【図7】フラットなプレートフィルターのヌッチェにて運転した場合の時間に対する圧力上昇のグラフである。 20

【図8】時間および圧力に関する様々な温度のデータを示す。

【図9】上記の例のためのフィルタートラップの概略を示す。

【図10】図3のフィルタートラップのもう1つの実施態様の概略を示す。

【図11】2つの容器およびそれらの間の移送機構の実施態様を示す概略図である。

【図12】本発明の別の実施態様の概略である。

【図13】本発明のまた別の実施態様の概略図である。

【図14】図1～13の特徴を組み込んだ分離システムの概略図である。

【 図 1 】

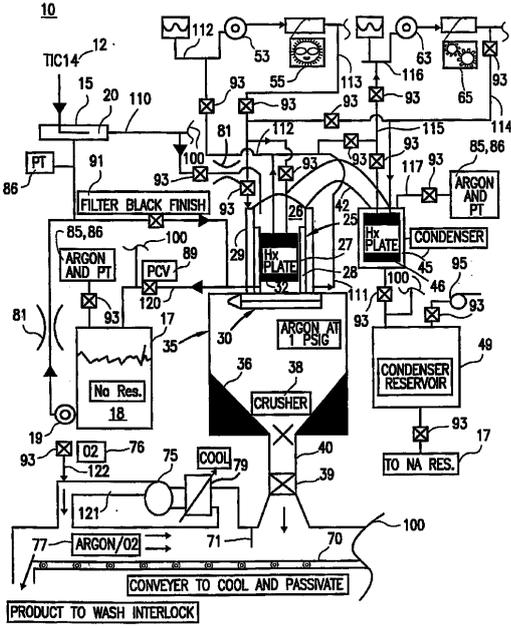


FIG. 1

【 図 2 】

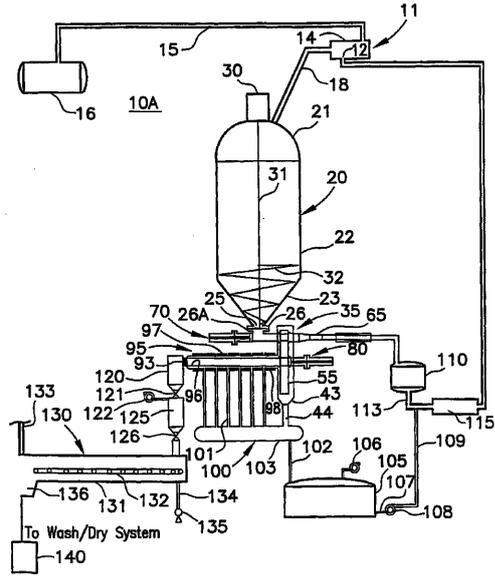


FIG. 2

【 図 3 】

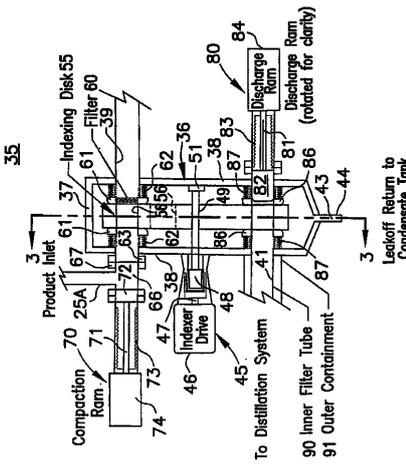


FIG. 3

【 図 4 】

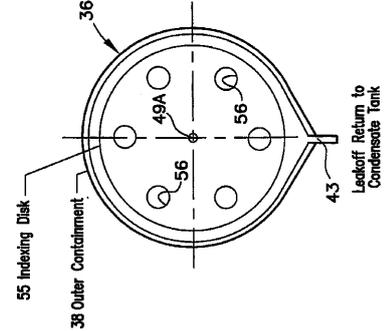


FIG. 4

【 図 5 】

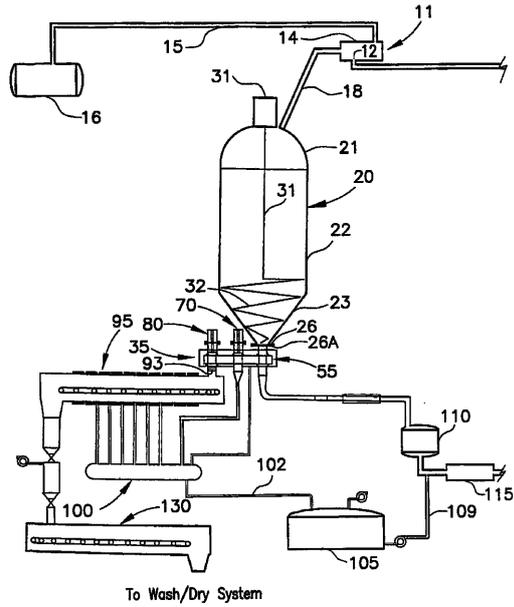


FIG. 5

【 6 】

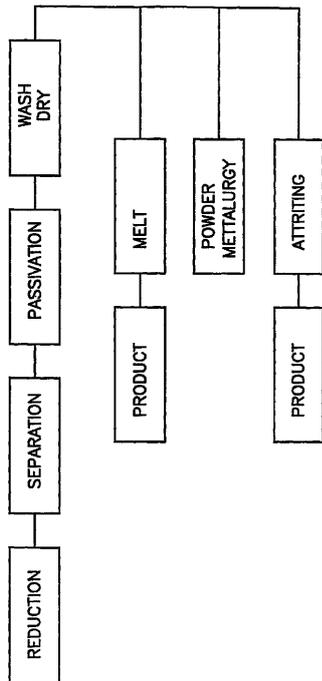


FIG. 6

【 7 】

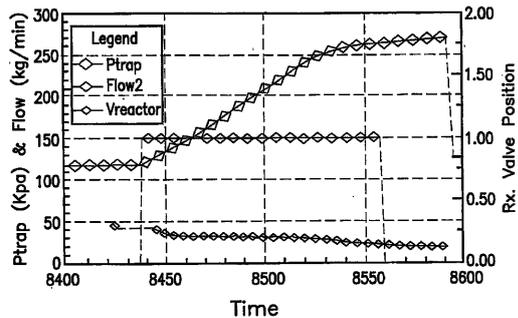


FIG. 7

【 8 】

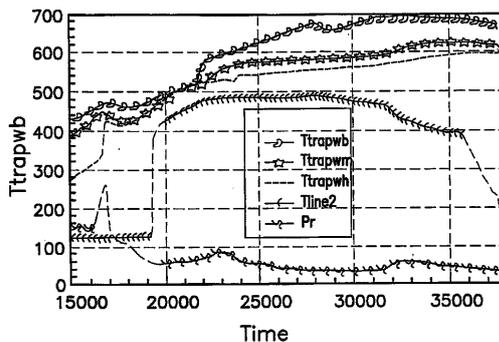


FIG. 8

【 9 】

The distillation setup for this trap was as follows:

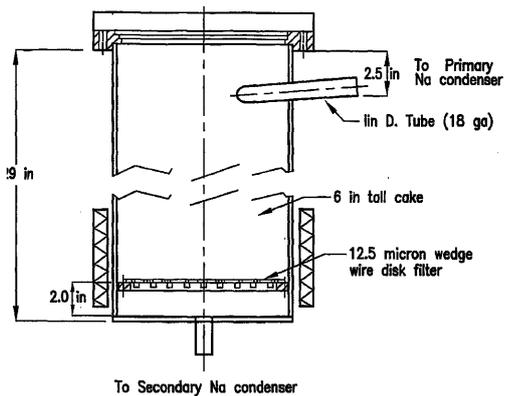


FIG. 9

【 10 】

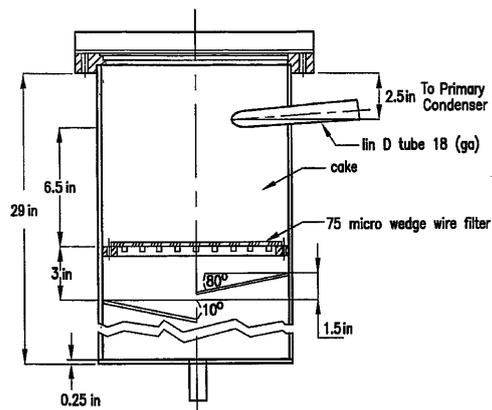


FIG. 10

【 図 1 1 】

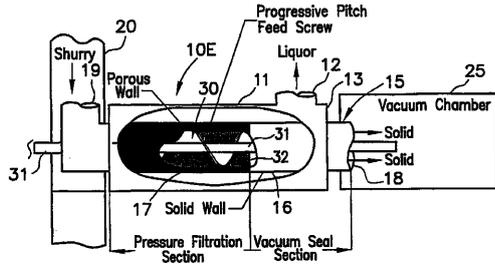


FIG.11

【 図 1 3 】

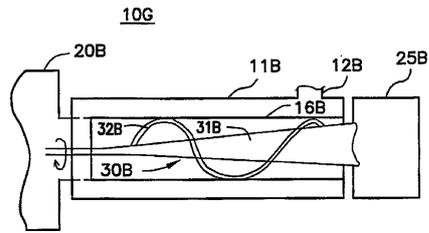


FIG.13

【 図 1 2 】

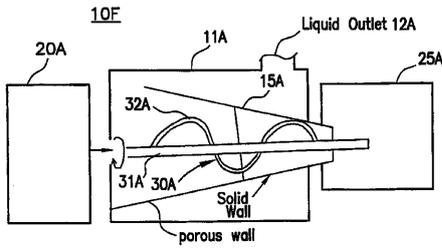


FIG. 12

【 図 1 4 】

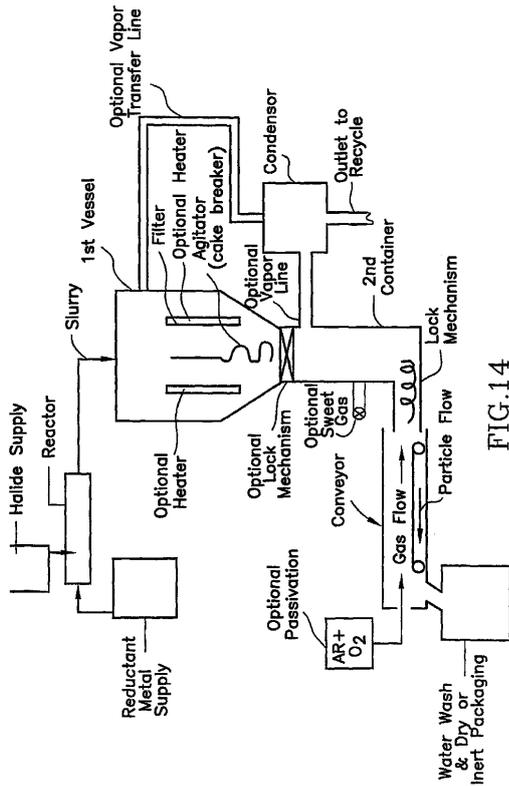


FIG.14

【手続補正書】

【提出日】平成18年5月17日(2006.5.17)

【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】

液体金属ならびに金属粉末および塩のスラリーから金属粉末を分離する方法であって、不活性および/または真空環境にて操作される第1容器へスラリーを導入し、金属粉末および塩から液体金属を分離して、液体金属の実質上存在しない塩および金属粉末を主に残すこと、液体金属の実質上存在しない塩および金属粉末を不導体化の前に約5センチメートル以下の直径を有する塊として移送すること、およびその後、塩および金属粉末を処理して、塩および液体金属の実質上存在しない不動態化した金属粉末を製造することを含む方法。

【請求項2】

金属粉末がチタンまたはチタン合金である、請求項1に記載の方法。

【請求項3】

所要の化学量論量を超える液体金属を用いて、液体金属の液面下に金属ハロゲン化物の蒸気を導入し、塩および金属粉末を生成する発熱反応を起こすことによって形成される、液体金属ならびに金属粉末および塩のスラリーから、金属粉末を分離する方法であって、不活性および/または真空環境にて操作される第1容器へスラリーを導入し、金属粉末および塩から液体金属を濾別および蒸発させて、液体金属の実質上存在しない塩および金属粉末を約5センチメートル以下の直径を有する粒子の塊として主に残すこと、液体金属の蒸気を不活性環境にて操作される凝縮器へと移送して、更なる金属粉末を製造すべくリサイクルするために液体金属の蒸気を液体に変えること、およびその後、塩および金属粉末を処理して、塩および液体金属の実質上存在しない不動態化した金属粉末を製造することを含む方法。

【請求項4】

第1容器の内部にあり、熱交換流体がポンプ移送により通される熱交換器と接触させることにより、第1容器にてスラリーを加熱する、請求項3に記載の方法。

【請求項5】

凝縮器の内部にあり、熱交換流体がポンプ移送により通される熱交換器と接触させることにより、第1容器からの液体金属の蒸気を冷却する、請求項3に記載の方法。

【請求項6】

所要の化学量論量を超える液体金属を用いて、液体金属の液面下に金属ハロゲン化物の蒸気を導入し、塩および金属粉末を生成する発熱反応を起こすことによって形成される、液体金属ならびに金属粉末および塩のスラリーから、金属粉末を分離するシステムであって、ヒーターおよびスラリーから液体金属を濾別するためのフィルターと連通する不活性化容器と、液体金属が塩および金属粉末から蒸発して、塩および金属粉末のフィルターケーキを形成する容器と、第1容器と連通し、金属蒸気を受け取り、およびこれを液体金属に変えるための不活性化凝縮器と、フィルターケーキが形成される該容器とバルブで連通する不活性化容器と、フィルターケーキを塊へと粉碎するためのフィルターケーキ粉碎機と、フィルターケーキを受け取るための冷却および不動態化ステーションと、フィルターケーキを冷却および不動態化ステーションに移送する前に、エアによりフィルターケーキが汚染されるのを防止するための、該不活性化容器と液体金属が蒸発する該容器との中間にあるバルブ機構とを含んで成るシステム。

【請求項7】

第1不活性化容器と連通するフィルターが該容器の内部にある、請求項6に記載のシス

テム。

【請求項 8】

液体金属ならびに金属粒子および塩粒子のスラリーから金属粒子を分離する方法であって、スラリーを濾過して、金属および塩粒子のケーキを幾分かの液体金属を有した状態で形成すること、ケーキを破碎し、および破碎したケーキから液体金属を除去すること、ならびにその後、水で洗浄することにより金属と塩粒子とを分離することを含む方法。

【請求項 9】

破碎したケーキから液体金属を真空蒸留により除去し、そして液体金属がフィルターケーキ中に金属粒子の重量の約 10 倍以下で存在する、請求項 8 に記載の方法。

【請求項 10】

金属粒子が Ti または Ti 合金であり、および塩が Na または Mg の塩化物である、請求項 9 に記載の方法。

【請求項 11】

水で洗浄する前にケーキを約 2 センチメートル以下の直径を有するピースに破碎する、請求項 10 に記載の方法。

【請求項 12】

液体金属ならびに金属粒子および塩粒子のスラリーから金属粒子を分離する方法であって、スラリーを濾過して、金属および塩粒子のケーキを幾分かの液体金属を有した状態で形成すること、ケーキを破碎し、および破碎したケーキから液体金属を除去すること、金属と塩粒子とを分離すること、ならびに水と接触する際に許容できない爆発が起こるのを防ぐため、水で洗浄する前に金属粒子を寸法化することを含む方法。

【請求項 13】

液体および固体のスラリーを収容する第 1 容器と第 2 容器との間の真空下での移送機構であって、第 1 および第 2 容器と連通するハウジングと、第 1 容器から第 2 容器へ物質を移送するためにハウジング内にて複数の螺旋状ネジ山を長手方向シャंकに沿って有するスクリーとを含んで成り、隣接するスクリーネジ山とハウジングとの間の容積が第 1 および第 2 容器の間で小さくなっていき、これにより、第 1 容器からハウジングに入ったスラリーは、スラリーがスクリーにより第 2 容器に向かって送られるにつれてその中の固体が濃縮され、他方、濃縮された固体が第 1 容器に対して第 2 容器をシールするプラグを形成するまで、固体が濃縮されるにつれてスラリーから液体が絞り出されるようになっている移送機構。

【請求項 14】

液体アルカリもしくはアルカリ土類金属またはそれらの混合物ならびに金属もしくは合金またはセラミック粒子およびハロゲン化物塩粒子のスラリーを収容する第 1 容器と第 2 容器との間の真空下での移送機構であって、第 1 および第 2 容器と連通するハウジングと、第 1 容器から第 2 容器へ物質を移送するためにハウジング内にて複数の螺旋状ネジ山を長手方向シャंकに沿って有するスクリーとを含んで成り、隣接するスクリーネジ山とハウジングとの間の容積が第 1 および第 2 容器の間で小さくなっていき、これにより、第 1 容器からハウジングに入ったスラリーは、スラリーがスクリーにより第 2 容器に向かって送られるにつれてその中の粒子が濃縮され、他方、濃縮された粒子が第 1 容器に対して第 2 容器をシールするプラグを形成するまで、粒子が濃縮されるにつれてスラリーから液体金属が絞り出されるようになっている移送機構。

【請求項 15】

一方およびもう一方のコンテナをシールしながら一方のコンテナからもう一方へスラリーを濃縮および移送する方法であって、コンテナ間を連通させること、スラリーから液体を絞り出しながら一方のコンテナからもう一方のコンテナへスラリーを送り、これにより、2 つのコンテナ間にてプラグが形成されるまでスラリーの固体濃度を上昇させ、他方、プラグからの固体をもう一方のコンテナに移送することを含む方法。

【請求項 16】

金属粉末を連続的に製造する方法であって、還元剤金属の液相中に金属ハロゲン化物の

ガスを導入して金属粉末ならびに過剰の還元剤金属および還元剤金属のハロゲン化物塩のスラリーを得ること、液体還元剤金属を徐々に絞り出してケーキを形成すること、徐々に形成されるケーキを蒸留して還元剤金属を蒸発させ、還元剤金属の実質上存在しない金属粉末および塩を残すこと、金属粉末を不動体化すること、不動体化した金属粉末から塩を洗浄除去すること、および金属粉末を乾燥させることを含む方法。

【請求項 17】

金属粉末を連続的に製造するシステムであって、金属粉末ならびに液体金属および金属ハロゲン化物塩のスラリーを収容し、およびスラリーが通過して流れる開口部を有する容器と、液体金属をスラリーから徐々に絞り出してケーキを幾分か液体金属を有した状態で形成するための圧縮装置と、徐々に形成されるケーキを加熱して液体金属を蒸発させ、液体金属の実質上存在しない金属粉末および塩を残すための蒸留装置と、金属粉末から塩を洗浄除去する装置と、金属粉末を乾燥させるための装置とを含んで成るシステム。

【手続補正書】

【提出日】平成18年10月26日(2006.10.26)

【手続補正 1】

【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】

反応温度を制御する種々の金属がアームストロング法に開示されているが、現時点において工業(または商業)的に最も進んだ方法は、チタンを得る四塩化チタンまたは合金を得る塩化物混合物などのハロゲン化物ガスの発熱反応の間に反応熱を吸収させるためにナトリウムなどの還元剤金属を過剰に用いるものである。過剰の液体還元剤金属を用いると、反応生成物として、生成すべき元素または合金の粉末、粒子状の塩、および過剰の還元剤金属が生じる。本発明の範囲はアームストロング法の生成物を超えて、液体金属および粒子状物質で構成されるスラリーであって、粒子状物質を液体金属から分離し、その後処理しなければならないあらゆるスラリーに及ぶことが理解されるべきである。簡潔にするためだけの目的で、チタン粒子、塩化ナトリウム粒子および過剰ナトリウムを生じるナトリウムによる四塩化チタンの発熱還元について説明するものとするが、これに限定されるものではない。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0019

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0019】

凝縮器45に熱交換プレート46が配置されており、そこに導入された還元剤金属蒸気を冷却するためのものである。後述するように、冷却システム60は閉ループで操作され、凝縮器45に導入された還元剤金属蒸気が凝縮して凝縮器から流れ出るのに十分に低い温度に維持される。冷却システム60は上述のようにクーラー65とポンプ63とを含む。冷却剤はクーラー65から出てライン114を通り、これは熱交換プレート46に入ってライン115を通過して離れ、ヘッドタンク62をクーラー65に相互接続するライン116に通じている。図1の概略図からわかるように、加熱システム50および冷却システム60は別個に維持しても、混じり合ってもよいので、システム50および60で用いられる熱交換流体は同じであっても、異なってもよい。

【手続補正 3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0025

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0025】

1つの具体例において、チタン粉末または合金粉末を1年あたり200万ポンド製造するリアクター15は、概略的にそれぞれ高さ14フィートおよび直径7フィートであって適当なバルブを備える2つの容器25を必要とし、これにより、リアクター15を連続操作でき、1つの容器25が満たされると、リアクターからのスラリー生成物を第2の容器25へ自動的に切替えることができる。各容器25の充填時間は容器25の脱液、蒸留および排出時間と同じか、幾分長い。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0033

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0033】

圧密ラムアセンブリ70と同様の排出ラムアセンブリ80が、同様のピストンロッド81、ピストン82、ペローズシール83および駆動モーター84を含むハウジング36に取り付けられる。図3において、排出ラムアセンブリ80を明瞭さのために回転させて示しているが、有能な技術者にはよく理解されるように、ディスク55を割出しする間にチャンバ56が内部に配置されるハウジング36の周りのいずれの場所に配置してもよい。更に、本発明のシステム10Aは2つ以上の圧密ラムアセンブリおよび2つ以上の排出ラムアセンブリを含んでいてもよく、それぞれの種類(version)については設計上の選択事項であり、当該技術に関する知識の範囲内である。排出ラムアセンブリ80は、圧密ラムアセンブリ70と同様にカラー86ならびにスプリングおよび保持ピン87を更に含み、後述する目的で排出ラムアセンブリ80と、割出しディスク55と、外側格納(containment)チューブまたは導管91により囲まれる出口導管90との間のシールを確実にする。

【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0043

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0043】

単一のアームストロングリアクターにより生成物、例えばチタンまたはチタン合金(例えばチタン、6%アルミニウムおよび4%バナジウム)を2,000,000,000ポンド/年で製造可能であるとすると、チャンバ56は直径10インチおよび長さ6インチとなり得る。アームストロング法によって製造されるスラリーおよび/またはゲルが約22~23固体重量%であるという計算に基づくと、各ディスク55にはそのようなチャンバが6個存在することが好ましい。上記チャンバに基づけば、割出しディスク55は約11秒毎に割出しされることになる。チャンバ体積またはチャンバの数が異なれば、異なる割出し時間が必要となるが、このことは当該技術に関する知識の範囲内である。本具体例において、圧密ラムアセンブリ80により取り出されたケーキが厚さ約1.5インチで約64~65重量%の間の固体組成を有するようにするには、チャンバ56内の物質を1/4に圧縮する。

【手続補正6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0060

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0060】

図12および13を参照して、本発明の別の態様を示す。隣接するスクリーネジ山と

、フィードスクリーが配置されるコンテナまたはハウジングとの間の容積が容器 20 A から容器 25 A にかけて減少するという本質的な特徴を同様に有する。図 12 からわかるように、移送機構 10 F は円錐形の形状になったハウジング 15 A を有し、その内部のスクリー 30 A は段階的なピッチのスクリーであっても、そうでなくてもよい。図 12 に示す態様のスクリーネジ山は互いに近くなっていくことを要しなくてよく、即ち、物質が左から右へ、また容器 20 A から容器 25 A へと移動するにつれて、隣接するネジ山とハウジングの壁との間にある物質の体積を減らすためにピッチが小さくなっていることを要しない。しかしながら、エンジニアリング上の理由によっては、段階的なピッチのスクリー 30 A を有する、または有しない円錐形状の内部ハウジング 15 A の双方を用いることが好都合であり得る。

【手続補正 7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0068

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0068】

【図 1】本発明の分離システムの概略図である。

【図 2】本発明の方法を実施するシステムの概略図である。

【図 3】長手方向の断面図で示した、図 2 に示すシステムの生成物濾過ディスク部の拡大概略図である。

【図 4】図 3 に示す容器の横断面図である。

【図 5】図 2 に示すシステムの別の実施態様である。

【図 6】本発明による様々な方法およびスラリーから分離される粉末によりまたはそれから製造される生成物を概略的に示す図である。

【図 7】フラットなプレートフィルターのヌッチェにて運転した場合の時間に対する圧力上昇のグラフである。

【図 8】時間および圧力に関する様々な温度のデータを示す。

【図 9】上記の例のためのフィルタートラップの概略を示す。

【図 10】図 3 のフィルタートラップのもう 1 つの実施態様の概略を示す。

【図 11】2 つの容器およびそれらの間の移送機構の実施態様を示す概略図である。

【図 12】本発明の別の実施態様の概略である。

【図 13】本発明のまた別の実施態様の概略図である。

【図 14】図 1 ~ 13 の特徴を組み込んだ分離システムの概略図である。

【手続補正 8】

【補正対象書類名】図面

【補正対象項目名】図 7

【補正方法】変更

【補正の内容】

【 図 7 】

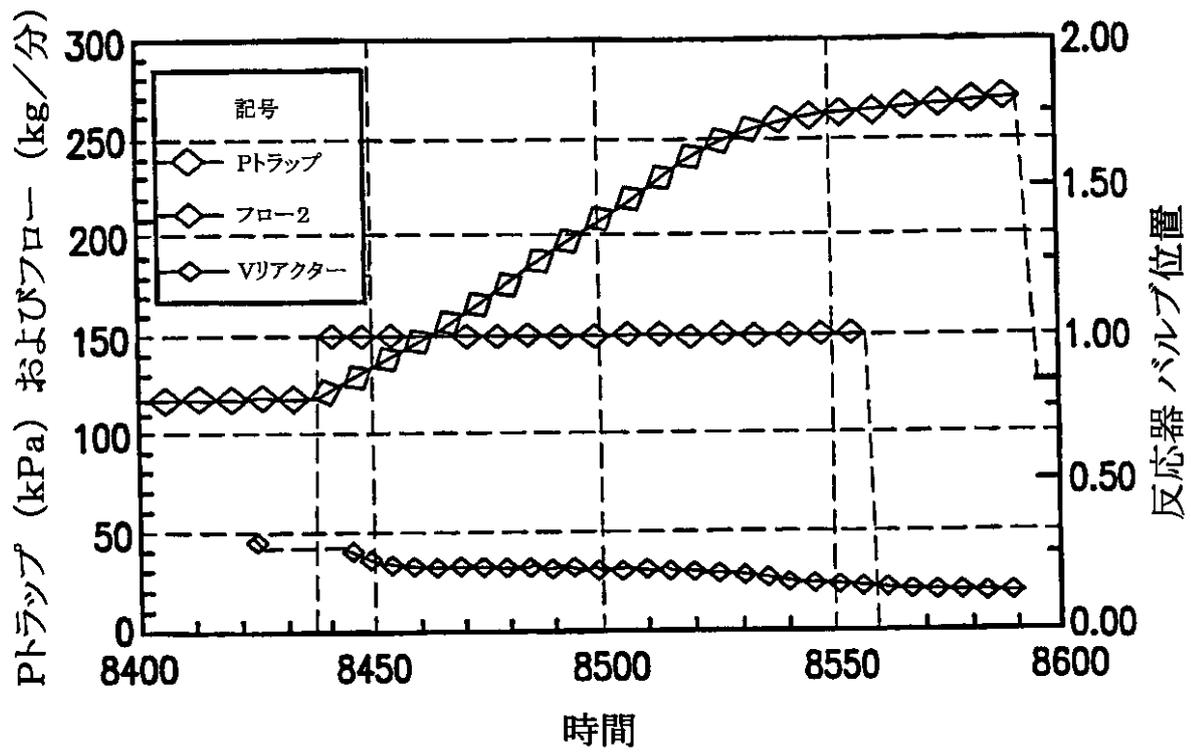


FIG. 7

【 手続補正 9 】

【 補正対象書類名 】 図面

【 補正対象項目名 】 図 1 3

【 補正方法 】 変更

【 補正の内容 】

【 図 1 3 】

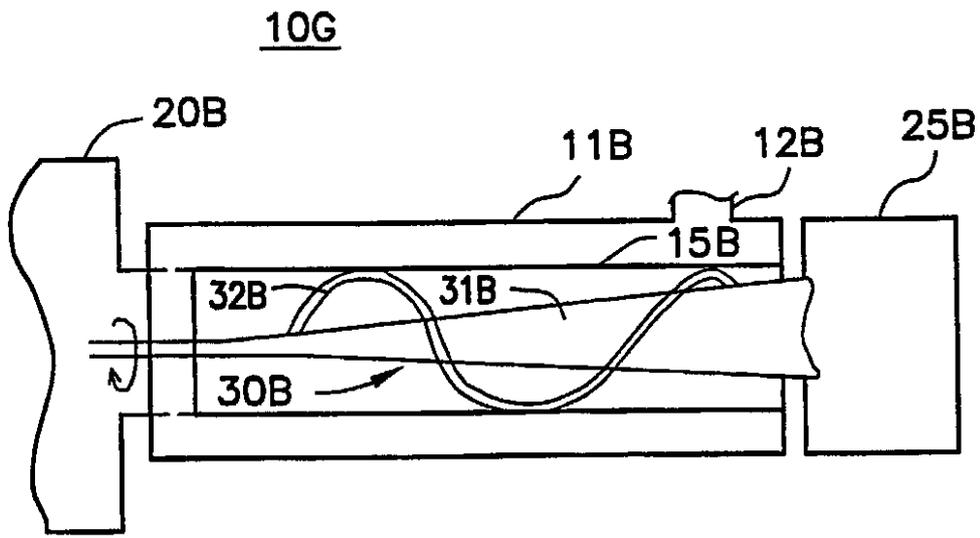


FIG.13

【 国際調査報告 】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

		International Application No. PC 2004/028553
A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER IPC 7 C22B9/02 C22B9/04 C22B34/12		
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 7 C22B		
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 practical, search terms used) EPO-Internal; COMPENDEX		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 6 409 797 B2 (ARMSTRONG DOWN REYNOLDS ET AL) 25 June 2002 (2002-06-25) cited in the application column 4, lines 24-29 and lines 49-55; column 7, lines 32-45	1,2, 4-10,14, 19,20 11,12
Y	----- US 4 379 718 A (GRANTHAM LEROY F ET AL) 12 April 1983 (1983-04-12) abstract; column 6, lines 32-46	11,12
A	----- US 3 867 515 A (BOHL LESTER E ET AL) 18 February 1975 (1975-02-18)	
A	----- US 5 437 854 A (WALKER ROY G ET AL) 1 August 1995 (1995-08-01)	
	-/--	
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of box C.		<input checked="" type="checkbox"/> Patent family members are listed in 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 document 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 10 December 2004		Date of mailing of the international search report 10 Dec 05
Name and mailing address of the ISA European Patent Office, P.B. 6818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. S1 851 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016		Authorized officer Bjoerk, P

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No PC, 2004/028553

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category ^a	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X, P	WO 2004/048622 A (JACOBSEN LANCE ; ANDERSON RICHARD (US); INTERNAT TITANIUM POWDER LLC () 10 June 2004 (2004-06-10) the whole document -----	1-32

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PC, JP2004/028553

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date	
US 6409797	B2	17-01-2002	US 5958106 A	28-09-1999
			US 5779761 A	14-07-1998
			US 2002005090 A1	17-01-2002
			US 2002148327 A1	17-10-2002
			US 2002152844 A1	24-10-2002
			US 2004166045 A1	26-08-2004
			US 2003145682 A1	07-08-2003
			US 2003061907 A1	03-04-2003
			AU 686444 B2	05-02-1998
			AU 3320195 A	04-03-1996
			BR 9508497 A	23-12-1997
			CA 2196534 A1	15-02-1996
			CN 1161064 A, C	01-10-1997
			DE 69521432 D1	26-07-2001
			DE 69521432 T2	29-05-2002
			EP 0777753 A1	11-06-1997
			ES 2161297 T3	01-12-2001
			JP 10502418 T	03-03-1998
			JP 3391461 B2	31-03-2003
			KR 241134 B1	02-03-2000
			NO 970444 A	26-03-1997
RU 2152449 C1	10-07-2000			
WO 9604407 A1	15-02-1996			
US 4379718	A	12-04-1983	AU 543753 B2	02-05-1985
			AU 8346582 A	25-11-1982
			CA 1193447 A1	17-09-1985
			JP 1716294 C	27-11-1992
			JP 3080854 B	26-12-1991
			JP 57194220 A	29-11-1982
US 3867515	A	18-02-1975	NONE	
US 5437854	A	01-08-1995	NONE	
WO 2004048622	A	10-06-2004	WO 2004048622 A1	10-06-2004

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/US2004/028553**Box II Observations where certain claims were found unsearchable (Continuation of item 2 of first sheet)**

This International Search Report has not been established in respect of certain claims under Article 17(2)(a) for the following reasons:

1. Claims Nos.:
because they relate to subject matter not required to be searched by this Authority, namely:
2. Claims Nos.:
because they relate to parts of the International Application that do not comply with the prescribed requirements to such an extent that no meaningful International Search can be carried out, specifically:
3. Claims Nos.:
because they are dependent claims and are not drafted in accordance with the second and third sentences of Rule 6.4(a).

Box III Observations where unity of invention is lacking (Continuation of item 3 of first sheet)

This International Searching Authority found multiple inventions in this International application, as follows:

see additional sheet

1. As all required additional search fees were timely paid by the applicant, this International Search Report covers all searchable claims.
2. As all searchable claims could be searched without effort justifying an additional fee, this Authority did not invite payment of any additional fee.
3. As only some of the required additional search fees were timely paid by the applicant, this International Search Report covers only those claims for which fees were paid, specifically claims Nos.:
4. No required additional search fees were timely paid by the applicant. Consequently, this International Search Report is restricted to the invention first mentioned in the claims; it is covered by claims Nos.:

1 - 32

Remark on Protest

- The additional search fees were accompanied by the applicant's protest.
- No protest accompanied the payment of additional search fees.

International Application No. PCT/ US2004/ 028553

FURTHER INFORMATION CONTINUED FROM PCT/ISA/ 210

This International Searching Authority found multiple (groups of) inventions in this international application, as follows:

1. claims: 1-32

Claims 1 to 32 relate to a method of separating metal powder from a slurry of liquid metal and metal powder and salt, whereby in a first vessel operated in an inert and/or vacuum atmosphere a separation of liquid metal is performed and the metal powder and salt is then transferred to a second vessel, also operated in an inert atmosphere, before further passivating treatment of the metal powder. The method applies in particular to a slurry obtained by exothermic reaction from introducing a metal halide vapor subsurface of a liquid metal, referred to in the application as the Armstrong method. A corresponding separation system is also claimed.

2. claims: 33-59

Claims 33 to 59 relate to a method of separating metal particulates from a slurry of liquid metal, metal particulates and salt particulates. The slurry is filtered, to form a cake of metal and salt particulates which contains also some liquid metal. This residual liquid metal is removed after breaking the cake. The method also comprises the step of separating the metal and salt particulates. A related method (claim 51) features the further step of sizing the metal particulates before water washing to prevent unacceptable explosions upon contact with water.

3. claims: 60-91

Claims 60 to 91 relate to a transfer mechanism of a slurry from one vessel to another, said transfer mechanism comprising in particular a screw.

フロントページの続き

(51) Int.Cl.		F I		テーマコード(参考)
C 2 2 B	9/04		(2006.01)	
		C 2 2 B	9/02	
		C 2 2 B	9/04	

(31) 優先権主張番号 PCT/US03/27647
 (32) 優先日 平成15年9月3日(2003.9.3)
 (33) 優先権主張国 米国(US)

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

(72) 発明者 ドン・レイノルズ・アームストロング
 アメリカ合衆国 6 0 5 3 2 イリノイ州 ライル、リッジ・コート 6 0 0 5 番
 (72) 発明者 リチャード・ピー・アンダーソン
 アメリカ合衆国 6 0 5 1 4 イリノイ州 クラレンドン・ヒルズ、サンライズ・アベニュー 5 8 3 6 番
 (72) 発明者 スタンリー・エス・ポリース
 アメリカ合衆国 イリノイ州 エルムハースト、ウォールナット 3 7 2 番
 (72) 発明者 ランス・ジェイコブセン
 アメリカ合衆国 6 0 4 4 7 イリノイ州 ミヌーカ、サン・カルロス・ロード 1 2 3 番
 (72) 発明者 ダリウス・コガット
 アメリカ合衆国 6 0 4 7 7 イリノイ州 ティンリー・パーク、グリーンウッド・ドライブ 1 7 8 2 5 番

Fターム(参考) 4K001 AA27 AA35 AA38 BA08 BA22 CA01 CA49 DA14 EA01 EA02