



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104493186 A

(43) 申请公布日 2015. 04. 08

(21) 申请号 201410697249. 2

(22) 申请日 2014. 11. 26

(71) 申请人 大连理工大学

地址 116024 辽宁省大连市高新园区凌工路
2号

(72) 发明人 董伟 许富民 付一凡 魏宇婷

(74) 专利代理机构 大连东方专利代理有限责任
公司 21212

代理人 李洪福

(51) Int. Cl.

B22F 9/08(2006. 01)

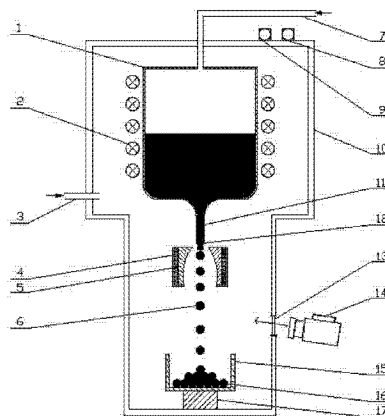
权利要求书1页 说明书4页 附图2页

(54) 发明名称

一种均一球形微粒子的制备装置及其制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种均一球形微粒子的制备装置及其制备方法,所述装置包括坩埚、感应加热器、感应线圈、集中器、机械泵、扩散泵、腔体、高速摄影机和收集器。本发明设计了一种利用电磁力切割毛细管射流高效制备均一球形微粒子的装置,坩埚中熔化的金属材料在压力的作用下,通过坩埚底部的小孔射出,形成毛细管射流,同时,感应线圈产生电磁力,将该电磁力经集中器作用于毛细管射流上,毛细管射流在表面张力和电磁力扰动作用下,逐渐形成腊肠式液滴串,最终离散成尺寸大小一致、间距相等的液滴,经过无容器凝固过程形成金属粒子,用这种方法生产的金属粒子粒径均一(粒径相对偏差小于1.8%)、圆球度高,且避免了凝固过程中坩埚对制备材料的污染。



1. 一种均一球形微粒子的制备装置,其特征在于:包括坩埚(1)、感应加热器(2)、感应线圈(4)、集中器(5)、机械泵(8)、扩散泵(9)、腔体(10)、高速摄影机(14)、收集器(15)和底座(17),所述的坩埚(1)位于腔体(10)的上部,坩埚(1)外围安装有感应加热器(2),坩埚(1)上部的坩埚进气管(7)伸出到腔体(10)之外,坩埚(1)下部安装有喷嘴(11);所述的集中器(5)位于腔体(10)的中部,集中器(5)的外围安装有感应线圈(4);所述的底座(17)位于腔体(10)的底部,底座(17)上安装有收集器(15);所述的机械泵(8)和扩散泵(9)分别安装于腔体(10)的顶部;所述的腔体(10)一侧的上部开有腔体(10)进气口(3),另一侧的下部位于集中器(5)和收集器(15)之间的位置开有观察窗(13),所述的高速摄影机(14)位于观察窗(13)外。

2. 根据权利要求1所述的一种均一球形微粒子的制备装置,其特征在于:所述的喷嘴(11)直径范围在0.02-2.0mm之间。

3. 根据权利要求1所述的一种均一球形微粒子的制备装置,其特征在于:所述的坩埚(1)内置有热电偶,坩埚(1)外有感应加热器(2)。

4. 一种均一球形微粒子的制备装置的制备方法,其特征在于:包括以下步骤:

A、装料:将带有小孔的喷嘴(11)固定于坩埚(1)底部,打开坩埚(1)上盖,在坩埚(1)中加入需要制备的金属材料,并密封;

B、抽真空:利用机械泵(8)和扩散泵(9)对坩埚(1)和腔体(10)抽真空,并充入惰性保护气体 N_2 ;

C、加热:利用感应加热器(2)熔化坩埚(1)内的金属材料,并用热电偶实时监测坩埚(1)内的温度,待金属材料完全熔化后保温15-20分钟;

D、制备粒子:将调制交流电信号施加给感应线圈(4),通过坩埚进气管(7)向坩埚(1)中通入惰性气体 N_2 ,使坩埚(1)与腔体(10)之间达到稳定差压0-200kPa,在该差压的作用下,熔化的金属从喷嘴(11)中流出并形成毛细管射流(12),毛细管射流(12)在感应线圈(4)对其施加的电磁力作用下断裂成均一液滴(6),液滴(6)在下落过程中凝固成金属粒子(16);

E、粒子收集:用收集器(15)收集均一球形金属粒子(16)。

5. 根据权利要求4所述的一种均一球形微粒子的制备装置的制备方法,其特征在于:所述的交流电信号的电流有效值为30-60A,载波频率为3-30MHz,调制频率为200-20000Hz,占空比为50%。

一种均一球形微粒子的制备装置及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于球形微粒子制备的技术领域,特别涉及一种均一球形微粒子的制备装置及其制备方法。

背景技术

[0002] 均匀球形微米级粒子的尺寸介于纳米到毫米之间,是一种特殊的球形粉末颗粒。这种微粒子下承纳米加工的上限,上承机械加工的下限,无论是在尺寸衔接和性能需求方面,还是在净成形及微加工制造领域,都有其无可替代的地位和作用。通过无容器降落凝固或通过冷却液淬火等方法凝固液滴能得到所需圆球度和粒径的微粒子,并能应用到特殊场合,如球形太阳能电池(硅粒子)、BGA 电子封装(无铅焊锡球粒子、铜-锡核壳结构粒子)、球形半导体集成电路(硅、锗粒子)、化学催化领域(活性炭粒子、镍基合金粒子)、生体材料领域(ASTM F75 粒子、 β -TCP 粒子)、圆珠笔笔珠(ZrO_2 陶瓷微球)、高温堆元件(UO_2 陶瓷粒子)等,这些微粒子不仅要求圆球度高,粒径均匀,粒径可控,进一步还要求制备过程热履历一致,进而微观结构一致,从而满足现代制造业精密化、微型化和可复制性等苛刻的要求。

[0003] 目前国内外生产球形金属球形粒子的方法有雾化法、切丝法或打孔重熔法、均一液滴成型法等。雾化法制备球形粒子的分散度较宽,必须通过多次筛分及检测才能得到能够满足使用要求的颗粒;切丝法或打孔重熔法对于塑性加工不好的材料比较困难,此外还必须将制得的球形粒子进行脱脂处理;均一液滴成型法在生产过程中金属射流容易受到环境的影响,导致产生的粒子存在一定的粒径分布,且在生产过程中无法进行实时调整和控制。

发明内容

[0004] 为解决现有技术存在的上述问题,本发明要设计一种粒子粒径均一、生产效率高、粒径可控的均一球形微粒子的制备装置及其制备方法。

[0005] 为了实现上述目的,本发明的技术方案如下:

[0006] 一种均一球形微粒子的制备装置,包括坩埚、感应加热器、感应线圈、集中器、机械泵、扩散泵、腔体、高速摄影机、收集器和底座,所述的坩埚位于腔体的上部,坩埚外围安装有感应加热器,坩埚上部的坩埚进气管伸出到腔体之外,坩埚下部安装有喷嘴;所述的集中器位于腔体的中部,集中器的外围安装有感应线圈;所述的底座位于腔体的底部,底座上安装有收集器;所述的机械泵和扩散泵分别安装于腔体的顶部;所述的腔体一侧的上部开有腔体进气口,另一侧的下部位于集中器和收集器之间的位置开有观察窗,所述的高速摄影机位于观察窗外。

[0007] 本发明所述的喷嘴直径范围在 0.02-2.0mm 之间。

[0008] 本发明所述的坩埚内置有热电偶,坩埚外有感应加热器。

[0009] 一种均一球形微粒子的制备装置的制备方法,包括以下步骤:

[0010] A、装料：将带有小孔的喷嘴固定于坩埚底部，打开坩埚上盖，在坩埚中加入需要制备的金属材料，并密封；

[0011] B、抽真空：利用机械泵和扩散泵对坩埚和腔体抽真空，并充入惰性保护气体 N_2 ；

[0012] C、加热：利用感应加热器熔化坩埚内的金属材料，并用热电偶实时监测坩埚内的温度，待金属材料完全熔化后保温 15-20 分钟；

[0013] D、制备粒子：将调制交流电信号施加给感应线圈，通过坩埚进气管向坩埚中通入惰性气体 N_2 ，使坩埚与腔体之间达到稳定差压 0-200kPa，在该差压的作用下，熔化的金属从喷嘴中流出并形成毛细管射流，毛细管射流在感应线圈对其施加的电磁力作用下断裂成均一液滴，液滴在下落过程中凝固成金属粒子；

[0014] E、粒子收集：用收集器收集均一球状金属粒子。

[0015] 本发明所述的交流电信号的电流有效值为 30-60A，载波频率为 3-30MHz，调制频率为 200-20000Hz，占空比为 50%。

[0016] 与现有技术相比，本发明具有以下有益效果：

[0017] 1. 本发明设计了一种利用电磁力切割毛细管射流高效制备均一球状微粒子的装置，坩埚中熔化的金属材料在压力的作用下，通过坩埚底部的小孔射出，形成毛细管射流，同时，感应线圈产生电磁力，将该电磁力经集中器作用于毛细管射流上，毛细管射流在表面张力和电磁力扰动作用下，逐渐形成腊肠式液滴串，最终离散成尺寸大小一致、间距相等的液滴，经过无容器凝固过程形成金属粒子，用这种方法生产的金属粒子粒径均一（粒径相对偏差小于 1.8%）、圆球度高，并且避免了凝固过程中坩埚对制备材料的污染；冷却环境一定，因此热履历一致。解决了现有制备技术粒子粒径不均一、易受坩埚材质污染的不足。

[0018] 2. 本发明的工艺可控性强，表现在如下几点：通过感应加热器可精确控制坩埚温度；通过向坩埚与腔体内通入惰性气体，可控制坩埚与腔体的压力差，从而控制射流的速度；坩埚底部小孔的尺寸可以控制射流的尺寸，进一步控制金属粒子的粒径；频率可控，可按需制备所需尺寸的粒子；工艺参数的可调节与可控制，减小了产生的金属液滴与设定液滴尺寸的误差，因此可以获得均匀尺寸的球形金属粒子，生产效率高。

[0019] 3. 通过本发明能够同时高效制备出满足要求的不同粒径的大小均一、圆球度高、热履历一致、粒径可控的球形金属粒子，且生产效率高、结构简单、成本低，适宜工业化生产。

附图说明

[0020] 本发明附图 2 张，其中：

[0021] 图 1 是本发明的结构示意图。

[0022] 图 2 是调制交流电信号的示意图。

[0023] 图中：1. 坩埚，2. 感应加热器，3. 腔体进气口，4. 感应线圈，5. 集中器，6. 液滴，7. 坩埚进气管，8. 机械泵，9. 扩散泵，10. 腔体，11. 喷嘴，12. 毛细管射流，13. 观察窗，14. 高速摄影机，15. 收集器，16. 金属粒子，17. 底座。

具体实施方式

[0024] 以下结合技术方案和附图对本发明进行进一步的描述。如图 1 所示，一种均一球

形微粒子的制备装置,包括坩埚 1、感应加热器 2、感应线圈 4、集中器 5、机械泵 8、扩散泵 9、腔体 10、高速摄影机 14、收集器 15 和底座 17,所述的坩埚 1 位于腔体 10 的上部,坩埚 1 外围安装有感应加热器 2,坩埚 1 上部的坩埚进气管 7 伸出到腔体 10 之外,坩埚 1 下部安装有喷嘴 11;所述的集中器 5 位于腔体 10 的中部,集中器 5 的外围安装有感应线圈 4;所述的底座 17 位于腔体 10 的底部,底座 17 上安装有收集器 15;所述的机械泵 8 和扩散泵 9 分别安装于腔体 10 的顶部;所述的腔体 10 一侧的上部开有腔体 10 进气口 3,另一侧的下部位于集中器 5 和收集器 15 之间的位置开有观察窗 13,所述的高速摄影机 14 位于观察窗 13 外。所述的喷嘴 11 直径范围在 0.02-2.0mm 之间。所述的坩埚 1 内置有热电偶,坩埚 1 外有感应加热器 2。

[0025] 本发明的工作原理如下:本发明的机械泵 8 和扩散泵 9 用于对腔体 10 和坩埚 1 抽取真空;坩埚 1 底部安装有与腔体 10 相连的喷嘴 11,利用感应加热器 2 对坩埚 1 中需制备的材料进行加热,并通过坩埚进气管 7 和腔体 10 进气口 3 向坩埚 1 和腔体 10 中通入惰性气体 N_2 ,使坩埚 1 和腔体 10 之间保持稳定的压力差,在该压力差作用下,喷嘴 11 中可产生毛细管射流 12;感应线圈 4 和集中器 5 安装在喷嘴 11 下方,在对感应线圈 4 施加调制交流电信号时,线圈会向毛细管射流 12 施加电磁力并使毛细管射流 12 断裂成液滴 6,液滴 6 下落过程中凝固形成金属粒子 16 并被收集器 15 收集;在腔体 10 上开有观察窗 13,并安装有高速摄影机 14,可记录液滴 6 产生和下落的过程;收集器 15 正对喷嘴 11,用于收集均一金属粒子 16。

[0026] 本发明采用的技术方案是将带有小孔的喷嘴 11 固定于坩埚 1 底部,在向坩埚 1 中通入惰性气体 N_2 的条件下,从喷嘴 11 处产生毛细管射流 12。对毛细管射流 12 周围的感应线圈 4 施加一定的调制交流电信号,该信号会使感应线圈 4 周围产生变化的磁场,并使毛细管射流 12 中产生涡电流,在磁场与涡电流的相互作用下,毛细管射流 12 受到变化的电磁力,在电磁力的作用下毛细管射流 12 断裂成为均一液滴 6,液滴在下降过程中无容器凝固成均一的球形金属粒子 16。

[0027] 如图 1-2 所示,本发明的具体实施例如下:

[0028] 批量制备 Sn-0.3Ag-0.7Cu BGA 封装球的具体实施方式:

[0029] (1) 将 Sn-0.3Ag-0.7Cu 原材料破碎成小块,进行超声振动后分别放入坩埚 1 中,根据需求选择喷嘴 11 的孔径大小;Sn-0.3Ag-0.7Cu 金属棒的放入量达到坩埚 1 的 1/2-3/4,如图 1 所示;

[0030] (2) 用机械泵 8 将腔体 10、坩埚 1 抽到低真空 5Pa 以下,再利用扩散泵 9 将腔体 10、坩埚 1 抽到高真空 0.001Pa;利用坩埚进气管 7、腔体进气口 3 通入惰性气体 N_2 ,使腔体 10、坩埚 1 内的压力达到 0.1MPa;

[0031] (3) 利用感应加热器 2 对坩埚 1 进行加热,加热温度为 260℃,融化坩埚内的金属材料,温度达到 260℃后保温 20 分钟;

[0032] (4) 通过坩埚进气管 7 向坩埚 1 内通入惰性气体 N_2 ,使得腔体 10 和坩埚 1 间产生稳定的压力差,在此压力差作用下,熔化的金属从喷嘴 11 中流出并形成毛细管射流 12。与此同时,对感应线圈 4 施加调制交流电信号,该信号会在感应线圈 4 周围产生变化的磁场,磁场经集中器 5 集中作用于毛细管射流 12,使毛细管射流 12 中产生涡电流,在涡电流与磁场的相互作用下,毛细管射流 12 断裂成均匀液滴 6。液滴 6 自由下落,最终凝固成粒子 16,

被收集器 15 收集；

[0033] (5) 透过观察窗 13, 液滴 6 的下落过程可由高速摄影机 14 记录；

[0034] (6) 待收集结束后, 停止向感应线圈 4 施加调制交流电信号、关闭感应加热器 2, 待温度降至室温, 取出收集器 15 中的金属粒子 16 ; 最后, 关闭腔体进气口 3 和坩埚进气管 7, 用机械泵 8 将坩埚 1 和腔体 10 抽到低真空 5Pa 以下, 以便使设备在停用时处于真空状态。

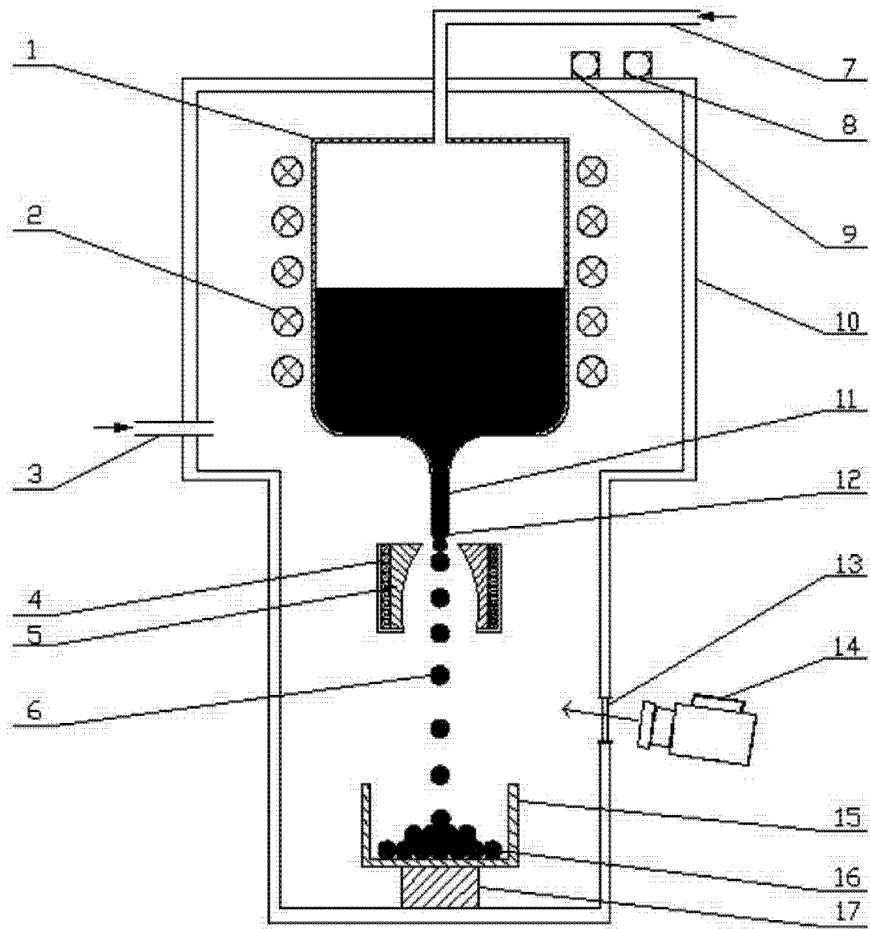


图 1

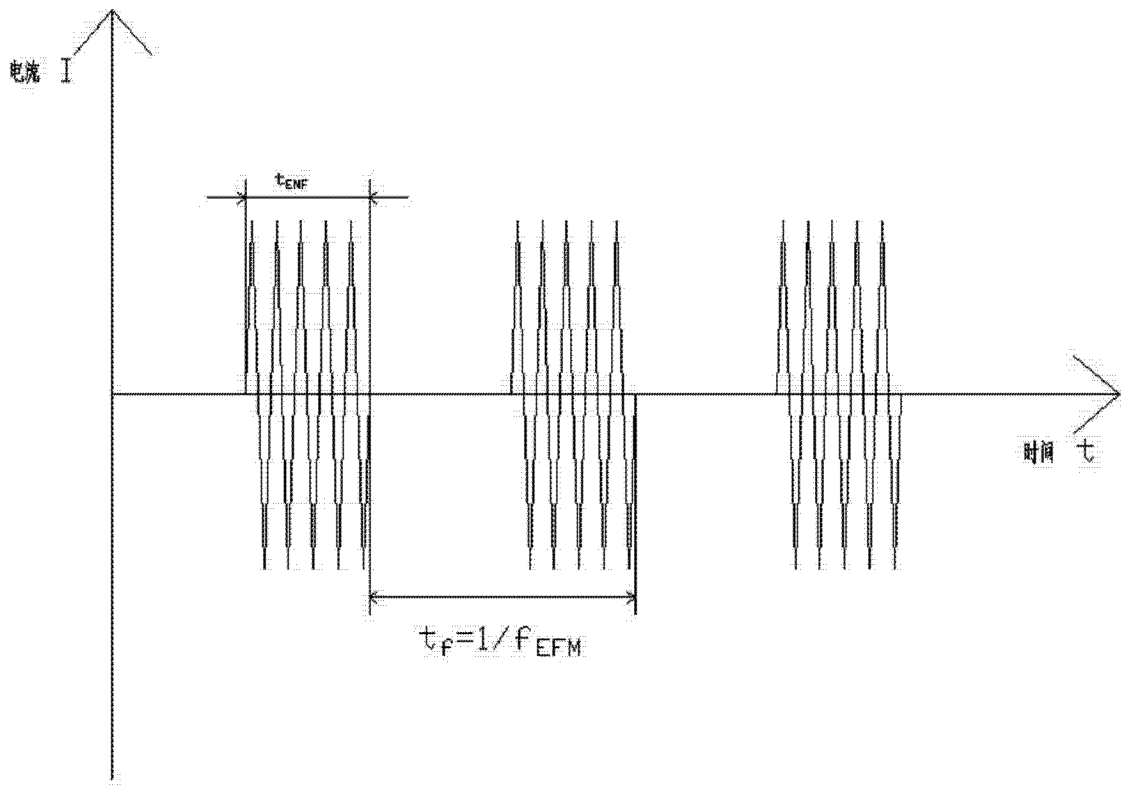


图 2