



(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2021년04월15일

(11) 등록번호 10-2240416

(24) 등록일자 2021년04월08일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

B22F 9/08 (2006.01)

(52) CPC특허분류

B22F 9/082 (2013.01)

B22F 2009/0884 (2013.01)

(21) 출원번호 10-2019-7008408

(22) 출원일자(국제) 2017년05월05일

심사청구일자 2020년05월04일

(85) 번역문제출일자 2019년03월22일

(65) 공개번호 10-2019-0049753

(43) 공개일자 2019년05월09일

(86) 국제출원번호 PCT/CA2017/050553

(87) 국제공개번호 WO 2018/035599

국제공개일자 2018년03월01일

(30) 우선권주장

62/378,734 2016년08월24일 미국(US)

(56) 선행기술조사문헌

US04780130 A*

US03988084 A*

JP2007247054 A

JP2005213617 A

*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자

5엔 플러스 아이엔씨.

캐나다 퀘벡 에이치4알 2비4 몬트리얼 4385 뤼 가
랜드

(72) 발명자

세인트-로랑 실뱅

캐나다, 퀘벡 제이5와이 4이1, 레팡티니, 1505 뤼
란슬롯

첸 시주

캐나다, 온타리오 케이2엘 2티5, 오타와, 29 고우
리 드라이브

리 후이

캐나다, 퀘벡 케이2케이 3엠피6, 카나타, 55 캐터릭
크레스.

(74) 대리인

특허법인한얼

전체 청구항 수 : 총 22 항

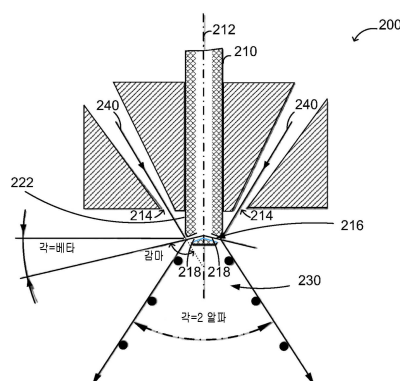
심사관 : 정현진

(54) 발명의 명칭 저융점 금속 또는 합금 분말 미립화 제조 공정

(57) 요약

공급 튜브를 통해 저융점 금속 또는 합금의 용융물(melt)을 제공하는 단계, 공급 튜브의 중심 축에 대해 전환 각(diverting angle)으로 용융물을 전환시켜 미립화 챔버의 미립화 지역 내로 전환된 용융물을 수득하는 단계; 및 적어도 하나의 미립화 기체 스트림을 300 m/s 이상의 속도로 그리고 미립화되는 금속 또는 합금의 단위 부피당 적어도 하나의 미립화 기체 스트림의 부피의 비로 제공하는 단계를 포함하는, 저융점 금속 또는 합금 분말의 미립화 제조 방법이 제공된다. 방법은 미립화 챔버 내부에서 물의 존재하에 실행될 수 있다.

대표도 - 도2



(52) CPC특허분류
B22F 2009/0892 (2013.01)

명세서

청구범위

청구항 1

50 ℃ 내지 500 ℃의 용점을 갖는 금속 분말, 셀레늄 분말, 텔루륨 분말 또는 합금 분말을 제조하기 위한 미립화(atomization) 방법으로서,

공급 튜브를 통해 50 ℃ 내지 500 ℃의 상기 용점을 갖는 금속, 셀레늄, 텔루륨 또는 합금의 용융물(melt)을 제공하는 단계;

전환기를 통해 미립화 구역으로 상기 용융물을 전달하는 단계;

미립화 구역에 적어도 하나의 미립화 기체 스트림을 제공하는 단계;

상기 미립화 방법에 사용되는 미립화 챔버에 물을 전달하는 단계를 포함하며, 여기에서, 미립화 구역으로 전달되기 전에, 용융물이 공급 튜브의 중심 축(central axis)에 대해 전환 각(diverting angle)으로 전환기 내에서 전환되는, 방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

전환 각이 30 내지 70 도인 방법.

청구항 3

제1항에 있어서,

전환 각이 10 내지 90 도인 방법.

청구항 4

제1항에 있어서,

미립화 기체 및 용융물 사이에 형성된 각도가 40 내지 90 도인 방법.

청구항 5

제1항에 있어서,

50 ℃ 내지 500 ℃의 상기 용점을 갖는 금속을 제공하는 단계를 포함하는 방법.

청구항 6

제5항에 있어서,

금속이 150 ℃ 내지 500 ℃의 용점을 갖는 것인 방법.

청구항 7

제4항에 있어서,

미립화 구역 내의 미립화 기체 대 금속의 비가 미립화할 금속 cm³ 당 기체 10 000 내지 20 000 cm³인 방법.

청구항 8

제4항에 있어서,

미립화 구역 내의 미립화 기체 대 금속의 비가 미립화할 금속 cm³ 당 기체 5 000 내지 30 000 cm³인 방법.

청구항 9

제1항에 있어서,

금속이 Zn, In, Sn, Pb, 및 Bi로 이루어진 군으로부터 선택되는 원소인 방법.

청구항 10

제1항에 있어서,

50 °C 내지 500 °C의 상기 용점을 갖는 합금을 제공하는 단계를 포함하는 방법.

청구항 11

제10항에 있어서,

합금이 100 °C 내지 300 °C의 액상선(liquidus) 온도를 갖는 것인 방법.

청구항 12

제10항에 있어서,

합금이 Cu, Sb, Zn, In, Mg, Sn, Pb, Ag, Se, Te, Ga, 및 Bi로 이루어진 군으로부터 선택되는 적어도 하나의 원소를 포함하는 방법.

청구항 13

제1항에 있어서,

미립화 기체 스트림이 300 m/s 내지 700 m/s의 속도를 갖는 방법.

청구항 14

제1항에 있어서,

미립화 기체 스트림이 초음속을 갖는 방법.

청구항 15

제1항에 있어서,

미립화 기체가 미립화 헤드에 대해 수직이 아닌 방식으로 배향된 적어도 하나의 기체 유입구(inlet)를 통해 미립화 헤드로 전달되어, 기체 유출 전에 기체 유입구가 미립화 헤드에서 소용돌이 운동(swirl movement)을 제공하는 방법.

청구항 16

제1항에 있어서,

그로써 1.5 내지 1.8의 기하 표준편차를 갖는 분말 입자 크기의 분포를 제공하는 방법.

청구항 17

제1항에 있어서,

미립화 챔버가 0 내지 20%의 산소를 포함하는 방법.

청구항 18

제1항에 있어서,

합금 용융물이 적어도 2개의 용융물 전환 채널을 통해 전환되고, 공급 튜브의 중심 축과 적어도 2개의 용융물 전환 채널 중 하나와의 사이에 전환 각이 형성되는 방법.

청구항 19

제1항에 있어서,

물의 적어도 하나의 제트(jet)가 미립화 챔버 내로 분무되는 방법.

청구항 20

제1항에 있어서,

그로써 적어도 80%의 분말이 25 μm 미만의 평균 입자 크기를 갖는 분말을 제공하는 방법.

청구항 21

제1항에 있어서,

그로써 적어도 75%의 분말이 1 μm 내지 15 μm 의 평균 입자 크기를 갖는 분말을 제공하는 방법.

청구항 22

제15항에 있어서,

적어도 하나의 기체 유입구가 미립화 헤드 내에 순환 흐름을 생성하여 미립화 구역 및 미립화 챔버 내에 기체의 동적 회전 운동을 유발하는 방법.

청구항 23

삭제

청구항 24

삭제

청구항 25

삭제

청구항 26

삭제

청구항 27

삭제

청구항 28

삭제

청구항 29

삭제

청구항 30

삭제

청구항 31

삭제

청구항 32

삭제

청구항 33

삭제

청구항 34

삭제

청구항 35

삭제

청구항 36

삭제

청구항 37

삭제

청구항 38

삭제

청구항 39

삭제

청구항 40

삭제

청구항 41

삭제

청구항 42

삭제

청구항 43

삭제

청구항 44

삭제

청구항 45

삭제

청구항 46

삭제

청구항 47

삭제

청구항 48

삭제

청구항 49

삭제

청구항 50

삭제

청구항 51

삭제

청구항 52

삭제

청구항 53

삭제

청구항 54

삭제

청구항 55

삭제

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 출원은 2016년 8월 24일자로 출원되고 동시 계류중인 미국 가출원 제62/378,734호에 대한 우선권을 주장한다. 이 문서는 그 전체 내용이 원용에 의해 본 명세서에 포함된다.

[0002] 본 개시내용의 분야는 전자 산업, 금속 사출 성형, 열 용사(thermal spraying), 열 용사 용접, 3D 인쇄에 적용하기 위한 미세 금속성 분말의 생산에 관한 것이다.

배경 기술

[0003] 지난 수십년 동안, 전자 장치(electronic device) 및 구성요소의 크기가 상당히 감소되었다. 이는 이러한 장치의 내부 구성요소의 치수 및 금속화에 직접적인 영향을 준다. 전자 장치 내부의 상이한 구성요소 또는 층들 사이의 접점에는 납땜 페이스트가 광범위하게 사용된다. 이들 페이스트는 금속성 분말과 유동체(flux)로 구성되어 적절한 용융 및 다른 구성요소와의 접착을 보장한다. 납땜 페이스트 내의 금속성 구성요소는 일반적으로 "저융점 합금" 또는 "저융점 금속" 형태이며 이러한 금속성 분말의 크기 분포는 접점의 크기에 좌우된다. 더 작은 전자 장치 및 구성요소는 더 작은 접촉을 필요로 하므로 더 작은 크기 분포를 나타내는 금속성 분말을 사용하는 납땜 페이스트에 대한 요구가 커지고 있다. 대부분 20 마이크로미터 미만 및 심지어 10 마이크로미터 미만의 입자 크기 분포를 필요로 하거나 요구하는 것이 드문 일은 아니다.

[0004] 미세 금속성 분말의 경우, 금속 사출 성형, 열 용사, 열 용사 용접, 3D 인쇄 및 더욱 많은 다수의 다른 응용분야가 있다.

[0005] 관용적 기술(미립화(atomization), 원심 분해(centrifugal disintegration), 수 미립화...)에 의해 미세 분말을 생산할 수 있지만, 입자 크기 표준 편차 및 입자의 구형 형태를 저융점 합금으로부터 달성하기는 어렵다. 이는 종종 이들 기술로부터 한정된 크기 분획으로 생산된 분말의 낮은 회수를 유발한다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0006] 본 개시내용은 저융점을 갖는 금속성 분말의 새로운 생산 방법을 기재한다. 이 방법은 입자 직경에 대해 작은 표준 편차를 나타내는 미세 구형 분말을 생산한다.

[0007] 제1 태양에서, 저융점 금속 또는 합금 분말의 미립화 제조 방법이 제공된다. 적어도 하나의 실시 형태에서, 방법은 공급 튜브를 통해 상기 저융점 금속 또는 합금의 용융물(melt)을 제공하는 단계; 공급 튜브의 중심 축(central axis)에 대해 전환 각(diverting angle)으로 상기 용융물을 전환시켜 전환된 용융물을 수득하는 단계; 전환된 용융물을 미립화 구역으로 지향시키는 단계; 및 미립화 구역에 적어도 하나의 미립화 기체 스트림을 제공하는 단계를 포함할 수 있다.

[0008] 미립화 방법은 상기 미립화 방법에 사용되는 미립화 챔버 내부에서 물의 존재하에 실행될 수 있다.

[0009] 제2 태양에서, 저융점 금속 또는 합금 분말의 미립화 제조 방법이 제공된다. 방법은 공급 튜브를 통해 상기 저융점 금속 또는 합금의 용융물을 제공하는 단계; 전환기를 통해 미립화 구역으로 상기 용융물을 전달하는 단계; 미립화 구역에 적어도 하나의 미립화 기체 스트림을 제공하는 단계; 및 상기 미립화 방법에 사용되는 미립화 챔버에 물을 전달하는 단계를 포함할 수 있다. 이러한 방법에서, 미립화 구역으로 전달되기 전에, 용융물은 공급 튜브의 중심 축에 대해 전환 각으로 전환기 내에서 전환될 수 있다.

[0010] 제3 태양에서, 저융점 금속 또는 합금 분말의 미립화 제조 방법이 제공된다. 방법은 공급 튜브를 통해 상기 저융점 금속 또는 합금의 용융물을 제공하는 단계; 미립화 구역으로 용융물을 지향시키는 단계; 및 미립화 구역으로 적어도 300 m/s의 평균 기체 속도를 갖는 적어도 하나의 미립화 기체 스트림을 제공하는 단계를 포함하며, 여기에서 미립화 구역 내의 미립화 기체 대 저융점 금속의 비가 미립화할 금속 cm^3 당 기체 약 5 000 내지 약 30 000 cm^3 이고 이에 의해 약 2.0 미만의 기하 표준편차를 갖는 20 마이크로미터 미만의 평균 입자 직경을 갖는 분말 분포를 제공할 수 있다.

[0011] 제4 태양에서, 저융점 금속 또는 합금 분말의 미립화 제조 방법이 제공된다. 방법은 공급 튜브를 통해 상기 저융점 금속 또는 합금의 용융물을 제공하는 단계; 임의로 공급 튜브의 중심 축에 대해 전환 각으로 상기 용융물을 전환시켜 임의로 전환된 용융물을 수득하는 단계; 미립화 구역으로 임의로 전환된 용융물을 지향시키는 단계; 및 미립화 구역으로 적어도 300 m/s의 속도를 갖는 적어도 하나의 미립화 기체 스트림을 제공하는 단계를 포함하며, 여기에서 미립화 구역 내의 미립화 기체 대 저융점 금속의 비가 미립화할 금속 cm^3 당 기체 약 5 000 내지 약 30 000 cm^3 이고 이에 의해 약 2.0 미만의 기하 표준편차를 갖는 분말 입자 크기 분포를 제공할 수 있다.

과제의 해결 수단

[0012] 하기 실시예는 비제한적 방식으로 제공된다.

[0013] 본 명세서에서 사용된 표현 "저융점 금속"은 약 50 °C 내지 약 500 °C의 융점 온도를 갖는 금속을 지칭한다.

[0014] 본 명세서에서 사용된 표현 "저융점 합금"은 약 50 °C 내지 약 500 °C의 액상선(liquidus) 온도를 갖는 합금을 지칭한다.

[0015] 미세 금속성 분말의 생산에는 제품의 품질에 영향을 줄 수 있는 여러 가지 파라미터들이 존재한다. 분말을 특성화하는데 사용되는 일부 파라미터로는 평균 크기 분포, 크기 분포의 표준 편차, 사전 정의된 크기의 초과/미만인 더 거친 입자 및 더 미세한 입자의 비율, 분말의 구형도, 금속성 불순물의 수준 및 산소 수준을 들 수 있다.

[0016] 적어도 하나의 실시 형태에서, 전환 각(90-베타)은 약 30 내지 약 70 도일 수 있다.

[0017] 적어도 하나의 실시 형태에서, 전환 각은 약 10 내지 약 90 도일 수 있다.

[0018] 적어도 하나의 실시 형태에서, 미립화 기체 및 용융물 사이에 형성된 각도는 약 10 내지 약 90 도일 수 있다.

[0019] 적어도 하나의 실시 형태에서, 미립화 기체 및 용융물 사이에 형성된 각도는 약 40 내지 약 90 도일 수 있다.

[0020] 적어도 하나의 실시 형태에서, 방법은 저융점 금속을 제공하는 단계를 포함할 수 있다.

[0021] 적어도 하나의 실시 형태에서, 저융점 금속은 약 150 °C 내지 약 500 °C의 융점을 가질 수 있다.

[0022] 적어도 하나의 실시 형태에서, 미립화 구역 내의 미립화 기체 대 저융점 금속의 비는 미립화할 금속 cm^3 당 기체 약 10 000 내지 약 20 000 cm^3 일 수 있다.

[0023] 적어도 하나의 실시 형태에서, 미립화 구역 내의 미립화 기체 대 저융점 금속의 비는 미립화할 금속 cm^3 당 기체 약 5 000 내지 약 30 000 cm^3 일 수 있다.

- [0024] 적어도 하나의 실시 형태에서, 저융점 금속은 Zn, In, Sn, Pb, Se, Te, 및 Bi 중에서 선택되는 원소일 수 있다.
- [0025] 적어도 하나의 실시 형태에서, 방법은 저융점 합금을 제공하는 단계를 포함할 수 있다.
- [0026] 적어도 하나의 실시 형태에서, 저융점 합금은 약 75 °C 내지 약 500 °C의 액상선을 가질 수 있다.
- [0027] 적어도 하나의 실시 형태에서, 저융점 합금은 약 100 °C 내지 약 300 °C의 액상선을 가질 수 있다.
- [0028] 적어도 하나의 실시 형태에서, 미립화 기체 대 저융점 합금의 비는 금속 cm³ 당 기체 약 10 000 내지 약 20 000 cm³일 수 있다.
- [0029] 적어도 하나의 실시 형태에서, 미립화 기체 대 저융점 합금의 비는 금속 cm³ 당 기체 약 5000 내지 약 30 000 cm³일 수 있다.
- [0030] 적어도 하나의 실시 형태에서, 저융점 합금은 Cu, Sb, Zn, In, Mg, Sn, Pb, Ag, Se, Te, Ga, 및 Bi 중에서 선택되는 적어도 하나의 원소를 포함할 수 있다.
- [0031] 적어도 하나의 실시 형태에서, 미립화 기체 스트림은 약 300 m/s 내지 약 700 m/s의 속도를 나타낼 수 있다.
- [0032] 적어도 하나의 실시 형태에서, 미립화 기체 스트림은 약 450 m/s 내지 약 600 m/s의 속도를 나타낼 수 있다.
- [0033] 적어도 하나의 실시 형태에서, 미립화 기체 스트림은 초음속을 나타낼 수 있다.
- [0034] 적어도 하나의 실시 형태에서, 미립화 기체는 미립화 헤드에 대해 수직이 아닌 방식으로 배향된 적어도 하나의 기체 유입구(inlet)를 통해 미립화 헤드로 전달되어, 기체 유출 전에 기체 유입구가 미립화 헤드에서 소용돌이 운동을 제공할 수 있다.
- [0035] 적어도 하나의 실시 형태에서, 적어도 2개의 기체 주입기가 공급 튜브의 중심 축에 대해 상쇄(offset)되어 미립화 구역 내의 중심 축 주위에 동적 회전 효과를 생성할 수 있다.
- [0036] 적어도 하나의 실시 형태에서, 방법은 약 1.8 이하의 기하 표준편차를 갖는 분말 입자 크기 분포를 제공할 수 있다.
- [0037] 적어도 하나의 실시 형태에서, 방법은 약 1.5 내지 약 1.8의 기하 표준편차를 갖는 분말 입자 크기 분포를 제공할 수 있다.
- [0038] 적어도 하나의 실시 형태에서, 미립화 챔버는 약 0 내지 약 20%의 산소를 포함할 수 있다.
- [0039] 적어도 하나의 실시 형태에서, 물의 산화 환원 전위를 감소시키기 위하여 물은 적어도 하나의 첨가제를 포함할 수 있다.
- [0040] 적어도 하나의 실시 형태에서, 물의 산화 환원 전위는 미립화 전에 감소된다.
- [0041] 적어도 하나의 실시 형태에서, 미립화 챔버에서 사용되는 물의 온도를 낮추어 미립화 방법에서의 분말 산화를 감소시킨다.
- [0042] 적어도 하나의 실시 형태에서, 방법은 직경이 약 3 마이크로미터 내지 약 20 마이크로미터인 분말 평균 입자 크기를 제공할 수 있다.
- [0043] 적어도 하나의 실시 형태에서, 상기 저융점 금속의 용융물은 적어도 하나의 용융물 전환 채널을 통해 전환될 수 있고, 공급 튜브의 중심 축과 적어도 하나의 용융물 전환 채널 사이에 전환 각이 형성될 수 있다.
- [0044] 적어도 하나의 실시 형태에서, 합금 용융물은 적어도 2개의 용융물 전환 채널을 통해 전환될 수 있고, 공급 튜브의 중심 축과 적어도 2개의 용융물 전환 채널 사이에 전환 각이 형성될 수 있다.
- [0045] 적어도 하나의 실시 형태에서, 물의 적어도 하나의 제트(jet)가 미립화 챔버 내로 분무될 수 있다.
- [0046] 적어도 하나의 실시 형태에서, 물의 적어도 하나의 제트가 미립화 챔버의 적어도 하나의 벽 위로 분무될 수 있다.
- [0047] 적어도 하나의 실시 형태에서, 방법은 약 20 마이크로미터 미만의 평균 입자 크기를 갖는 분말을 제공할 수 있다.
- [0048] 적어도 하나의 실시 형태에서, 방법은 약 10 마이크로미터 미만의 평균 입자 크기를 갖는 분말을 제공할 수 있다.

다.

- [0049] 적어도 하나의 실시 형태에서, 생산된 분말을 진공 건조시켜 분말 산화를 피할 수 있다.
- [0050] 적어도 하나의 실시 형태에서, 생산된 분말을 유기 용매로 세척하여 건조 단계 전에 대부분의 물을 제거할 수 있다.
- [0051] 제5 태양에서, 저융점 금속 또는 합금 분말을 제조하기 위한 미립화 장치가 제공된다. 장치는 상기 저융점 금속 또는 합금의 용융물을 제공하기 위한 공급 튜브; 상기 공급 튜브의 중심 축에 대해 전환 각으로 용융물을 전환시켜 전환된 용융물을 얻고 전환된 용융물을 미립화 장치의 미립화 구역으로 지향시키기 위한, 상기 공급 튜브와 유체 흐름 연통을 이루는 전환기; 미립화 챔버 내부에 위치한 미립화 구역으로 적어도 하나의 미립화 기체 스트림을 제공하기 위한 적어도 하나의 미립화 기체 주입기; 및 상기 미립화 장치의 미립화 챔버 내부에 물을 제공하기 위한 적어도 하나의 물 유입구를 포함할 수 있다.
- [0052] 적어도 하나의 실시 형태에서, 전환기는 용융물 전환 도관을 포함할 수 있으며, 전환 도관은 공급 튜브의 중심 축에 대해 전환 각으로 배향된다.
- [0053] 적어도 하나의 실시 형태에서, 전환기는 적어도 2개의 용융물 전환 도관을 포함할 수 있으며, 적어도 2개의 용융물 전환 도관 각각은 공급 튜브의 중심 축에 대해 전환 각으로 배향된다.
- [0054] 적어도 하나의 실시 형태에서, 장치는 적어도 하나의 기체 유입구를 포함할 수 있으며, 적어도 하나의 기체 유입구는 미립화 헤드에 대해 수직이 아니어서 미립화 헤드 내의 소용돌이 운동과 미립화 구역 및 미립화 챔버 내의 동적 회전 운동을 제공한다.
- [0055] 적어도 하나의 실시 형태에서, 적어도 하나의 수직이 아닌 기체 유입구는 미립화 헤드 내에 순환 흐름을 생성하여 미립화 구역 및 미립화 챔버 내에 기체의 동적 회전 운동을 유발할 수 있다.
- [0056] 적어도 하나의 실시 형태에서, 적어도 2개의 기체 유입구는 미립화 헤드에 대해 수직이 아니어서 미립화 헤드 내의 소용돌이 효과와 미립화 구역 및 미립화 챔버 내의 동적 회전 효과를 생성할 수 있다.
- [0057] 적어도 하나의 실시 형태에서, 적어도 하나의 물 유입구는 미립화 챔버 내부에 위치할 수 있다.
- [0058] 적어도 하나의 실시 형태에서, 적어도 하나의 물 유입구는 상기 분말을 냉각시키기 위한 물을 제공하기에 적합할 수 있다.
- [0059] 적어도 하나의 실시 형태에서, 적어도 하나의 물 유입구는 상기 분말을 분급(sieving)/건조 구역으로 수송하기 위한 물을 제공하기에 적합할 수 있다.
- [0060] 적어도 하나의 실시 형태에서, 적어도 하나의 물 유입구는 상기 분말의 선별(sorting)/분급을 촉진하기 위한 물을 제공하기에 적합할 수 있다.
- [0061] 기재된 방법은 공지의 개념, 미립화를 기본으로 하지만 여러 가지 특이적 개선을 동반한다. 이들 개선은 미립화 헤드 작업 파라미터, 미립화 챔버 구성(configuration), 및 최종 제품을 포장하기 전에 분말의 후 가공 수단(회수, 분급 및 건조)에 대한 변화들을 포함한다. 방법은 제품의 고 품질 및 방법의 고 성능에 도달하도록 고안된다.
- [0062] 도 1은 적어도 하나의 실시 형태에 따른 미립화 방법에 관련된 장치 및 단계들의 블록 다이어그램(100)이다. 도 1은 용융로(102), 미립화 노즐(200), 미립화 챔버(108), 분말 회수 시스템(112) 및 분급 시스템(114)을 보여준다.
- [0063] 본 방법으로 생산된 대부분의 저융점 합금 및/또는 저융점 금속은 산화에 민감하므로 미립화 기체는 유리하게 불활성 기체일 수 있다. 시스템은 일반적으로 미립화 챔버(108)에서 21% 훨씬 미만의 산소 수준을 나타내는 거의 불활성인 조건으로 유지될 수 있다. 작업 비용을 절감하기 위해서 이 기체는 방법 중에 정제/재생될 수 있다.
- [0064] 적어도 하나의 실시 형태에서, 미립화 제조 방법은 미립화 노즐(200)에 의해 실행될 수 있으며, 여기에서 미립화 기체는 본 명세서에 기재된 특이적 조건에서 금속 흐름과 만난다. 도 1은 또한 미립화 노즐(200)의 도식적 측면도를 보여주며, 여기에서 용융된 금속은 미립화 지역(zone) 내의 미립화 기체와 접촉할 수 있다.
- [0065] 일단 금속이 미세 분말로 고형화되면, 이는 분급되고 포장된다.

- [0066] 도 1을 참조하면, 분말의 회수를 돕고 분말과 물의 액체 혼합물을 분급 구역(114)으로 가져가기 위해 측면 노즐(120 및 122)을 통해 미립화 챔버(108) 내로 일부의 물이 첨가될 수 있다. 이들 물 첨가 측면 노즐(120 및 122)은 분말의 냉각을 돕고 미립화 챔버 벽 상에서 입자가 정착되거나 변형되는 것을 피하기 위해 미립화 챔버의 벽 쪽으로 배향되거나, 미립화 구역 내에 위치할 수 있다. 물은 분말 회수 및 분급을 용이하게 하기 위해 첨가될 수도 있다. 이어서 생산된 분말이 분급되고 건조될 수 있다. 액체 스트림으로부터 분말 벌크를 회수한 후, 분말 벌크를 필터 프레스(116) 내로 통과시켜 물 재생/처분 전에 현탁액 내의 모든 잔여 분말을 회수한다.
- [0067] 최적화된 제조 방법 중에 생산된 분말의 크기 분포는 미립화 기체가 금속을 치는 속도에 의해 영향을 받을 수 있다. 이와 관련하여, 미립화 기체의 속도가 높아지면 분말의 크기 분포가 더 낮아진다. 미립화 노즐(200)이 적절하게 고안되지 않으면, 소정의 조건(미립화 기체 속도 및 부피)에서 더 적은 분량의 금속이 미립화 기체와 만나며 생산된 분말의 크기 및 형태에 있어서 더 큰 다양성이 관찰될 수 있다. 저융점 금속/합금 및 미립화 기체의 긴밀한 접촉도 중요하다.
- [0068] 도 2는 미립화 노즐(200)의 도식적 측면도를 예시한다. 미립화 노즐(200)은 미립화 구역(230) 내에 용융물을 제공하기 위해 전환 채널(216)과 함께 공급 튜브(210)를 가진다.
- [0069] 도 2에 나타낸 바와 같이, 본 명세서에 기재된 미립화 노즐은 전환기(216)(본 명세서에서 전환 채널(216)로도 불림)가 장착된 미립화 구역(230)과 용융로(102) 사이에 위치하는 공급 튜브(210)를 포함한다. 본 전환기(216)의 역할은 미립화 지역(230)에서 금속과 기체 사이의 더 양호한 접촉을 제공하기 위한 것이다.
- [0070] 감마 = 90-베타+알파로 정의되는 감마 전단각(shear angle)으로 미립화 기체 스트림이 금속을 친다. 이러한 접근은 미립화 방법의 개선에 대해 부가적인 파라미터를 제공한다: 베타 각, 및 전환기 채널(216)의 직경 및 수.
- [0071] 적어도 하나의 실시 형태에서, 금속은 약 20 내지 약 60 도의 베타 각으로 미립화 구역(230)에서 전환될 수 있다. 예를 들어, 미립화 기체는 약 20 내지 약 35 도의 알파 각으로 미립화 구역(230)으로 제공될 수 있다.
- [0072] 예를 들어, 감마 전단각이 약 90 도인 경우, 또는 적어도 약 60 내지 약 120° 인 경우, 기체 대 금속 접촉의 증진 및 고 전단 에너지에 의해 미립화가 개선될 수 있다.
- [0073] 용융물 전환 각은 또한 본 명세서에서 90-베타로 정의된다.
- [0074] 미립화 기체가 공급 튜브(210)에 대해 제공될 수 있는 알파 각도 다른 제약을 나타낼 수 있다. 예를 들어, 알파 각이 60 도를 초과하면, 미립화 챔버의 벽 위로 미립화 기체의 근거리 직접 투사(close to direct projection)는 더 넓은 미립화 챔버 직경을 필요로 할 수 있다.
- [0075] 예를 들어, 알파 각은 약 20 내지 약 45° 만큼 낮을 수 있다.
- [0076] 예를 들어, 알파 각은 약 20 내지 약 45° 미만일 수 있다.
- [0077] 적어도 하나의 실시 형태에서, 알파 각은 약 0 내지 약 90° ; 약 10 내지 약 50; 약 15 내지 약 50; 약 20 내지 약 50 사이일 수 있다.
- [0078] 적어도 하나의 실시 형태에서, 알파 각은 약 20 내지 약 45° 일 수 있으며, 여기에서 2 알파는 약 40° 내지 약 90° 일 수 있다. 적어도 하나의 실시 형태에서, 알파 각은 약 20 내지 약 40; 약 30 내지 약 45일 수 있다.
- [0079] 일단 미립화 기체가 금속/합금을 치면, 작은 입자들이 형성된다. 이들 입자 사이의 충돌에 의해 위성들(서로 연결된 많은 입자들)이 생산될 수 있으며, 또한 비-구형 금속성 입자들이 생산될 수 있고, 양자 모두 피하고/피하거나 감소시키거나 방지할 필요가 있다. 이는 알파 및 베타 각 뿐 아니라 평균 미립화 기체 속도 및 확산 인자를 조정함에 의해 부분적으로 달성될 수 있다.
- [0080] 고형화 전의 충돌을 피하기 위해서는 미립화 기체 내의 입자 밀도를 적절한 범위로 제어할 필요가 있다. 예를 들어, 금속 1 입방 센티미터(cc)가 1 M³의 미립화 기체 내에서 10 마이크로미터 직경의 구형 입자로 미립화되면, 기둥 내 입자 밀도는 1,9 밀리온/M³이다. 금속 입방 센티미터당 5 M³의 기체를 사용하면 이 밀도를 5배 만큼 감소시킬 수 있을 것이다. 따라서 금속 부피 당 최적 범위의 기체 부피는 충돌을 피하고 금속을 작은 액적으로 분쇄하기 위한 전단 에너지를 제공하며 또한 액적을 신속하게 고형화하기 위한 적당한 열 교환 메커니즘을 제공하는데 임계적이다. 금속/합금 입방 센티미터당 5000 내지 30000 cm³의 미립화 기체를 사용하면 저융점 금속/합금의 미세 분말(20 마이크로미터 미만)을 생산하는데 적절한 것으로 발견되었다.
- [0081] 본 명세서에 기재된 바와 같이, 속도 및 확산은 미립화 결과(미세정도 및 위성과 미립화되지 않은 금속/합금의

방지)에 영향을 미치는 입계적 인자들이다.

- [0082] 적어도 하나의 실시 형태에서, 미립화 장치(150)는 기체 공급 튜브 축(212)에 대해 수직이 아닌 적어도 하나의 미립화 기체 유입구(214)를 포함하여 미립화 헤드(222) 내에 미립화 기체 스트림(240)의 회전 운동을 유발할 수 있다. 하기 기재된 극단적 실시 형태에서, 기체 유입구(214)는 접선으로 미립화 헤드 내로 들어간다.
- [0083] 도 3은 적어도 하나의 실시 형태에 따라, 접선의 기체 유입구(311 및 314)를 보여주는 미립화 챔버(300)의 투시도를 예시한다. 이 디자인에 의해 비대칭 미립화 기둥이 중심 축(312) 주위에서 동적 회전을 할 수 있다. 이러한 미립화 기체 유입구 구성은 공급 튜브 중심 축(312)에 대해 수직의 기체 입구(entry)를 갖는 미립화기와 비교하여 개선된 입자 크기 분포를 제공할 수 있다.
- [0084] 전형적으로, 많은 저융점 금속/합금이 고형화하기 어렵다. 이는 방사(radiation) 및 더 높은 대류적 냉각이 중요한 역할을 할 수 있는 고온 합금/금속의 미립화와 비교하여 저온에서는 대류에 의한 열 전달이 더 열등하기 때문일 것이다. 만약 일부 입자들이 미립화 챔버(108)의 벽에 접촉하면서 여전히 부분적으로 용융되거나 이들의 융점에 근접해진다면, 이들은 상당히 변형되어 플레이크-유형의 형태(morphology)에 도달하고 응집하며 비구형 입자 또는 위성(여러 입자들이 서로 연결됨)을 형성할 수 있다. 이러한 현상을 감소시키기 위하여, 기재된 미립화 기술은 냉각 매체로서 물을 사용할 수 있다. 물은 미립화 챔버 벽의 방향으로 주입되어 생산된 분말을 운반하는 물의 필름을 제공할 수 있다. 물의 필름은 금속성 분말 또는 금속 액적이 충분한 온도에서 냉각되어 점착성 입자, 위성 및/또는 변형된 입자를 감소시키거나 피할 수 있도록 한다. 일부 경우에, 물은 제어된 수준의 표면 산화를 제공할 수 있으며, 이는 또한 최종 제품 내에 허용가능한 수준의 산소를 동반하는 자유 흐름 분말을 갖도록 기여할 수 있다.
- [0085] 예를 들어, 미립화 챔버(벽, 미립화 챔버의 상부 또는 미립화 챔버의 하단)에 물을 첨가하면 재료 분류를 개선할 수 있다. 미세 입자들 사이 정전기력의 증가로 인하여, 건조 분급이 사용되는 경우에는 때때로 입자를 분리하기가 어렵다. 일부 저융점 합금/금속 분말은 많은 이유, 예를 들어, 입자의 소결 또는 점착 및 또한 상기 언급한 정전기적 이유로 인하여 서로 응집하는 경향이 있다. 생산되는 모든 저융점/합금에 대하여 응집의 정확한 이유가 완전히 알려져 있지는 않지만, 여러 합금의 경우 습윤 분급 시스템이 유리하다.
- [0086] 일부 합금 원소/금속들이 이론적으로는 물을 존재하에 산화될 수 있으므로 이 방법에서 물의 사용은 직관에 어긋날 수 있다. 예를 들어 주석과 같은 일부 원소는 물 내의 용존 산소 부재하에 물을 감소시킬 수도 있다. 예를 들어, 미립화 챔버 내에서 산소 수준이 낮게 유지되는 경우, 생산된 분말의 산화는 허용가능한 수준 이내일 수 있다. 미립화 챔버의 대기 내 산소를 제어하는 것에 부가하여, 방법에 사용된 물(미립화 챔버에 대해 및 분급에 대해)의 산화 환원 전위 및 온도를 제어하여 산화 속도의 감소를 유발할 수 있다.
- [0087] 저융점 금속/합금으로 만든 일부 금속성 분말은 최종 제품 내에서 자유 흐름을 유지하기 위해 제어된 산화를 필요로 할 수 있다. 예를 들어, 순수 주석이 매우 낮은 수준의 산소(100 ppm 이하)를 동반하는 미세 분말로 생산되는 경우, 제품은 분급 및 건조 후 서로 점착될 수 있다. 방법 중에 합리적으로 낮은 온도 및 제어된 산화 환원 전위로 물이 존재하면 동 수준의 산화를 제공하는 경향이 있다. 임의로, 제어된 수준의 산화를 허용하기 위해 산소 과산화물 또는 다른 습식제련(hydrometallurgical) 산화제를 첨가할 수 있다. 대안적으로, 소정의 기간 동안 제어된 온도에서 분말이 물에 남아(스티어링(steering)을 동반하거나 동반하지 않고) 분말의 제어된 산화를 허용할 수 있다.
- [0088] 일부 제품에 대해서는 제어된 산화가 유리할 수 있지만, 일반적으로 너무 높은 수준은 해로울 수 있다. 임의로, 도입되는 물의 산화 환원을 저하시켜 산화를 제한할 수 있다. 이는 미립화 방법 중에 사용된 물(챔버 내 또는 분급 시스템 내)에 첨가제를 첨가함으로써 이루어져 최종 제품 중의 산소 수준을 감소시킬 수 있다. 첨가제는 유기 첨가제와 같은 환원제, 예컨대 에탄올, 메탄올, 포름산, 아세트산, 메탄설폰산 또는 무기 환원제일 수 있다. 물의 산화 환원 전위는 도입되는 물을 처리하기 위한 전기화학적 시스템, 온도 저하, 반응성 금속 분말을 가진 필터를 포함하지만 이로 제한되지는 않는 다양한 다른 수단들에 의해서도 감소될 수 있다.
- [0089] 적어도 하나의 실시 형태에서, 도입되는 물의 용존 산소를 제어하여 제품 내의 산화를 제한할 수 있다. 적어도 하나의 실시 형태에서, 약산(HCl, 유기산 등)으로 용해시킴으로써 분말 상의 금속 필름을 감소시킬 수 있다. 이들을 물에 첨가하여 분말 표면에 형성된 산화물 필름을 감소시킬 수 있다.
- [0090] 방법의 최종 생산 단계 중 하나는 분말을 건조시키는 것이다. 이 단계는 대기하에, 진공 하에 또는 불활성 기체 중에서 수행될 수 있다. 진공은 건조 방법이 더 낮은 온도에서 작동되도록 하므로 물에 의한 잠재적 산화를 감소시킨다. 임의로, 건조 단계 전에, 물이 용해되는 유기 용매, 예를 들어, 에탄올 및 메탄올을 사용하여 분말로

부터 물을 제거할 수 있다. 물이 제거된 후, 일부 잔류 유기 액체를 함유하는 분말을 건조시켜 낮은 수준의 산소를 동반하는 최종 제품을 생산할 수 있다.

[0091] 적어도 하나의 실시 형태에서, 저융점 금속 또는 합금 분말의 미립화 제조 방법은 상기 저융점 금속 또는 합금의 용융물을 공급 튜브를 통하여 제공하는 단계; 공급 튜브의 중심 축에 대해 전환 각으로 상기 용융물을 전환시켜 전환된 용융물을 수득하는 단계; 전환된 용융물을 미립화 구역으로 지향시키는 단계; 및 미립화 구역에 적어도 하나의 미립화 기체 스트림을 제공하는 단계를 포함할 수 있다. 상기 미립화 방법은 상기 미립화 방법에 사용되는 미립화 챔버 내부에서 물의 존재하에 실행된다.

[0092] 적어도 하나의 실시 형태에서, 저융점 금속 또는 합금 분말의 미립화 제조 방법은 공급 튜브를 통해 상기 저융점 금속 또는 합금의 용융물을 제공하는 단계; 전환기를 통해 미립화 구역으로 상기 용융물을 전달하는 단계; 미립화 구역에 적어도 하나의 미립화 기체 스트림을 제공하는 단계; 상기 미립화 방법에 사용되는 미립화 챔버에 물을 전달하는 단계를 포함할 수 있으며, 여기에서, 미립화 구역으로 전달되기 전에, 용융물은 공급 튜브의 중심 축에 대해 전환 각으로 전환기 내에서 전환된다.

[0093] 적어도 하나의 실시 형태에서, 저융점 금속 또는 합금 분말의 미립화 제조 방법은 공급 튜브를 통해 상기 저융점 금속 또는 합금의 용융물을 제공하는 단계; 미립화 구역으로 용융물을 지향시키는 단계; 및 미립화 구역으로 적어도 300 m/s의 평균 기체 속도를 갖는 적어도 하나의 미립화 기체 스트림을 제공하며, 여기에서 미립화 구역 내의 미립화 기체 대 저융점 금속의 비가 미립화할 금속 cm^3 당 기체 약 5 000 내지 약 30 000 cm^3 이고 이에 의해 약 1.8 미만의 기하 표준편차를 갖는 20 마이크로미터 미만의 평균 입자 직경을 갖는 분말 분포를 제공하는 단계를 포함할 수 있다. 적어도 하나의 실시 형태에서, 저융점 금속 또는 합금 분말의 미립화 제조 방법은 공급 튜브를 통해 상기 저융점 금속 또는 합금의 용융물을 제공하는 단계; 미립화 구역으로 용융물을 지향시키는 단계; 및 미립화 구역으로 적어도 300 m/s의 평균 기체 속도를 갖는 적어도 하나의 미립화 기체 스트림을 제공하며, 여기에서 미립화 구역 내의 미립화 기체 대 저융점 금속의 비가 미립화할 금속 cm^3 당 기체 약 5 000 내지 약 30 000 cm^3 이고 이에 의해 약 2.0 미만의 기하 표준편차를 갖는 20 마이크로미터 미만의 평균 입자 직경을 갖는 분말 분포를 제공하는 단계를 포함할 수 있다.

[0094] 적어도 하나의 실시 형태에서, 저융점 금속 또는 합금 분말의 미립화 제조 방법은 공급 튜브를 통해 상기 저융점 금속 또는 합금의 용융물을 제공하는 단계; 미립화 구역으로 용융물을 지향시키는 단계; 및 미립화 구역으로 적어도 300 m/s의 평균 기체 속도를 갖는 적어도 하나의 미립화 기체 스트림을 제공하며, 여기에서 미립화 구역 내의 미립화 기체 대 저융점 금속의 비가 미립화할 금속 cm^3 당 기체 약 5 000 내지 약 30 000 cm^3 이고 이에 의해 약 1.8 미만의 기하 표준편차를 갖는 20 마이크로미터 미만의 평균 입자 직경을 갖는 분말 분포를 제공하는 단계를 포함할 수 있다. 적어도 하나의 실시 형태에서, 저융점 금속 또는 합금 분말의 미립화 제조 방법은 공급 튜브를 통해 상기 저융점 금속 또는 합금의 용융물을 제공하는 단계; 미립화 구역으로 용융물을 지향시키는 단계; 및 미립화 구역으로 적어도 300 m/s의 평균 기체 속도를 갖는 적어도 하나의 미립화 기체 스트림을 제공하며, 여기에서 미립화 구역 내의 미립화 기체 대 저융점 금속의 비가 미립화할 금속 cm^3 당 기체 약 5 000 내지 약 30 000 cm^3 이고 이에 의해 약 2.0 미만의 기하 표준편차를 갖는 20 마이크로미터 미만의 평균 입자 직경을 갖는 분말 분포를 제공하는 단계를 포함할 수 있다.

[0095] 저융점 금속 또는 합금 분말의 미립화 제조 방법은 공급 튜브를 통해 상기 저융점 금속 또는 합금의 용융물을 제공하는 단계; 임의로 공급 튜브의 중심 축에 대해 전환 각으로 상기 용융물을 전환시켜 임의로 전환된 용융물을 수득하는 단계; 미립화 구역으로 임의로 전환된 용융물을 지향시키는 단계; 및 미립화 구역으로 적어도 300 m/s의 속도를 갖는 적어도 하나의 미립화 기체 스트림을 제공하며, 여기에서 미립화 구역 내의 미립화 기체 대 저융점 금속의 비가 미립화할 금속 cm^3 당 기체 약 5 000 내지 약 30 000 cm^3 이고 이에 의해 약 1.8 미만의 기하 표준편차를 갖는 분말 입자 크기 분포를 제공하는 단계를 포함할 수 있다. 저융점 금속 또는 합금 분말의 미립화 제조 방법은 공급 튜브를 통해 상기 저융점 금속 또는 합금의 용융물을 제공하는 단계; 임의로 공급 튜브의 중심 축에 대해 전환 각으로 상기 용융물을 전환시켜 임의로 전환된 용융물을 수득하는 단계; 미립화 구역으로 임의로 전환된 용융물을 지향시키는 단계; 및 미립화 구역으로 적어도 300 m/s의 속도를 갖는 적어도 하나의 미립화 기체 스트림을 제공하며, 여기에서 미립화 구역 내의 미립화 기체 대 저융점 금속의 비가 미립화할 금속 cm^3 당 기체 약 5 000 내지 약 30 000 cm^3 이고 이에 의해 약 2.0 미만의 기하 표준편차를 갖는 분말 입자 크기 분포를 제공하는 단계를 포함할 수 있다.

[0096] 예를 들어, 전환 각(90-베타)은 약 30 내지 약 70 도일 수 있다.

[0097] 예를 들어, 전환 각은 약 10 내지 약 90 도일 수 있다.

- [0098] 예를 들어, 미립화 기체와 용융물 사이에 형성된 각도는 약 10 내지 약 90 도일 수 있다. 예를 들어, 미립화 기체와 용융물 사이에 형성된 각도는 약 40 내지 약 90 도일 수 있다.
- [0099] 적어도 하나의 실시 형태에서, 방법은 저융점 금속을 제공하는 단계를 포함할 수도 있다.
- [0100] 적어도 하나의 실시 형태에서, 저융점 금속은 약 150 °C 내지 약 500 °C의 융점을 나타낼 수 있다.
- [0101] 적어도 하나의 실시 형태에서, 미립화 구역에서 미립화 기체 대 저융점 금속의 비는 미립화할 금속 cm³ 당 기체 약 10 000 내지 약 20 000 cm³ 일 수 있다. 적어도 하나의 실시 형태에서, 미립화 구역에서 미립화 기체 대 저융점 금속의 비는 미립화할 금속 cm³ 당 기체 약 5 000 내지 약 30 000 cm³ 일 수 있다.
- [0102] 적어도 하나의 실시 형태에서, 저융점 금속은 Zn, In, Sn, Pb, Se, Te, 및 Bi 중에서 선택되는 원소일 수 있다.
- [0103] 적어도 하나의 실시 형태에서, 방법은 저융점 합금을 제공하는 단계를 포함할 수 있다.
- [0104] 적어도 하나의 실시 형태에서, 저융점 합금은 약 75 °C 내지 약 500 °C의 액상선을 가질 수 있다.
- [0105] 적어도 하나의 실시 형태에서, 저융점 합금은 약 100 °C 내지 약 300 °C의 액상선을 가질 수 있다.
- [0106] 적어도 하나의 실시 형태에서, 미립화 기체 대 저융점 합금의 비는 금속 cm³ 당 기체 약 10 000 내지 약 20 000 cm³일 수 있다.
- [0107] 적어도 하나의 실시 형태에서, 미립화 기체 대 저융점 합금의 비는 금속 cm³ 당 기체 약 5000 내지 약 30 000 cm³ 일 수 있다.
- [0108] 적어도 하나의 실시 형태에서, 저융점 합금은 Cu, Sb, Zn, In, Mg, Sn, Pb, Ag, Se, Te, Ga, 및 Bi 중에서 선택되는 적어도 하나의 원소를 포함할 수 있다.
- [0109] 적어도 하나의 실시 형태에서, 미립화 기체 스트림은 약 300 m/s 내지 약 700 m/s의 속도를 나타낼 수 있다. 적어도 하나의 실시 형태에서, 미립화 기체 스트림은 약 450 m/s 내지 약 600 m/s의 속도를 나타낼 수 있다. 적어도 하나의 실시 형태에서, 미립화 기체 스트림은 초음속을 나타낼 수 있다.
- [0110] 적어도 하나의 실시 형태에서, 미립화 기체는 금속 공급 튜브 축(312)에 대해 수직이 아닌 방식으로 배향된 적어도 하나의 기체 유입구(314, 311)를 통해 미립화 헤드로 전달되어, 기체 유출 전에 미립화 헤드(222) 내에서 미립화 기체 스트림(240)의 소용돌이 운동을 제공할 수 있다.
- [0111] 적어도 하나의 실시 형태에서, 적어도 2개의 기체 유입구(311, 314)가 공급 튜브(310)의 중심 축(312)에 대해 접선일 수 있다. 이 구성은 미립화 챔버(108) 내 미립화 기체의 중심 축(312) 주위에 동적 회전 효과를 생성할 수 있다.
- [0112] 적어도 하나의 실시 형태에서, 기하 표준편차를 갖는 분말 입자 크기의 분포는 약 2.0 이하일 수 있다. 적어도 하나의 실시 형태에서, 기하 표준편차를 갖는 분말 입자 크기의 분포는 약 1.5 내지 약 2.0일 수 있다.
- [0113] 적어도 하나의 실시 형태에서, 기하 표준편차를 갖는 분말 입자 크기의 분포는 약 1.8 이하일 수 있다. 적어도 하나의 실시 형태에서, 기하 표준편차를 갖는 분말 입자 크기의 분포는 약 1.5 내지 약 1.8일 수 있다.
- [0114] 적어도 하나의 실시 형태에서, 미립화 챔버(108)는 약 0 내지 약 20%의 산소를 포함할 수 있다.
- [0115] 적어도 하나의 실시 형태에서, 물의 산화 환원 전위를 제어하기 위하여 물은 적어도 하나의 첨가제를 포함할 수 있다. 첨가제의 예로는 에탄올, 메탄올, 아세트산, HCl, H₂O₂를 들 수 있으나 이로 제한되지는 않는다.
- [0116] 적어도 하나의 실시 형태에서, 분말 평균 입자 크기는 직경이 약 3 마이크로미터 내지 약 20 마이크로미터일 수 있다.
- [0117] 적어도 하나의 실시 형태에서, 저융점 금속의 용융물은 적어도 하나의 용융물 전환 채널을 통해 전환될 수 있고, 공급 튜브의 중심 축과 적어도 하나의 용융물 전환 채널 사이에 전환 각이 형성된다.
- [0118] 적어도 하나의 실시 형태에서, 합금 용융물은 적어도 2개의 용융물 전환 채널(전환기; 216)을 통해 전환될 수 있고, 공급 튜브(210)의 중심 축(212)과 적어도 2개의 용융물 전환 채널(216) 사이에 전환 각(90° -베타)이 형성될 수 있다.
- [0119] 적어도 하나의 실시 형태에서, 물의 적어도 하나의 제트가 미립화 챔버(108) 내로 분무된다.

- [0120] 적어도 하나의 실시 형태에서, 물의 적어도 하나의 제트가 미립화 챔버(108)의 적어도 하나의 벽 위로 분무된다.
- [0121] 적어도 하나의 실시 형태에서, 분말은 약 20 마이크로미터 미만의 평균 입자 크기를 가질 수 있다. 적어도 하나의 실시 형태에서, 분말은 약 10 마이크로미터 미만의 평균 입자 크기를 가질 수 있다.
- [0122] 적어도 하나의 실시 형태에서, 생산된 분말을 진공 건조시켜 분말 산화를 피할 수 있다.
- [0123] 적어도 하나의 실시 형태에서, 생산된 분말을 유기 용매로 세척하여 건조 단계 전에 대부분의 물을 제거할 수 있다. 예를 들어, 유기 용매는 에탄올 또는 메탄올일 수 있다.
- [0124] 적어도 하나의 실시 형태에서, 저융점 금속 또는 합금 분말을 제조하기 위한 미립화 장치(150)는 상기 저융점 금속 또는 합금의 용융물을 제공하기 위한 공급 튜브(210); 공급 튜브(210)의 중심 축에 대해 전환 각으로 용융물을 전환시켜 전환된 용융물을 얻고 전환된 용융물을 미립화 장치(150)의 미립화 구역(230)으로 지향시키기 위한, 상기 공급 튜브(210)와 유체 흐름 연통을 이루는 전환기(216); 미립화 챔버(108) 내부에 위치한 미립화 구역으로 적어도 하나의 미립화 기체 스트림(240)을 제공하기 위한 적어도 하나의 미립화 기체 주입기(214); 및 상기 미립화 장치(150)의 미립화 챔버(108) 내부에 물을 제공하기 위한 적어도 하나의 물 유입구(122)를 포함한다.
- [0125] 적어도 하나의 실시 형태에서, 전환기(216)는 용융물 전환 도관(218)을 가질 수 있으며, 전환 도관(218)은 공급 튜브(210)의 중심 축(212)에 대해 전환 각으로 배향된다.
- [0126] 적어도 하나의 실시 형태에서, 전환기(216)는 적어도 2개의 용융물 전환 도관(218)을 가질 수 있으며, 적어도 2개의 용융물 전환 도관(218) 각각은 공급 튜브(210)의 중심 축(212)에 대해 전환 각으로 배향된다.
- [0127] 적어도 하나의 실시 형태에서, 미립화 장치(150)는 적어도 하나의 기체 유입구(214)(또는 311, 314)를 가질 수 있다. 미립화 장치(300)의 예시적인 실시 형태의 적어도 하나의 기체 유입구(311, 314)는 미립화 헤드(310)에 대해 접선이거나 적어도 수직이 아니어서 미립화 헤드(222) 내의 미립화 기체 스트림(240)의 소용돌이 운동과 미립화 챔버(108) 내의 미립화 기체의 동적 회전 운동을 제공할 수 있다.
- [0128] 적어도 하나의 실시 형태에서, 미립화 매니폴드(manifold)(310)에 대해 수직이 아닌 적어도 하나의 기체 유입구(예: 311, 314)는 미립화 헤드(222) 내에 미립화 기체 스트림(240)의 소용돌이 운동을 생성하여 미립화 챔버(108) 내 미립화 기체의 동적 회전 운동을 유발할 수 있다.
- [0129] 적어도 하나의 실시 형태에서, 적어도 2개의 기체 유입구(214)는 미립화 헤드(222)에 대해 수직이 아니어서 미립화 헤드(222) 내의 소용돌이 효과와 미립화 구역(230) 및 미립화 챔버(108) 내의 동적 회전 효과를 생성할 수 있다.
- [0130] 적어도 하나의 실시 형태에서, 적어도 하나의 물 유입구(예: 도 1의 122 또는 120)는 미립화 챔버(108) 내부에 위치할 수 있다.
- [0131] 적어도 하나의 실시 형태에서, 적어도 하나의 물 유입구(예: 도 1의 122 또는 120)는 상기 분말을 냉각시키기 위한 물을 제공하기에 적합할 수 있다.
- [0132] 예를 들어, 적어도 하나의 물 유입구(예: 도 1의 122 또는 120)는 상기 분말을 분급/건조 구역으로 수송하기 위한 물을 제공하기에 적합할 수 있다.
- [0133] 적어도 하나의 실시 형태에서, 적어도 하나의 물 유입구는 분말의 선별/분급을 촉진하기 위한 물을 제공하기에 적합할 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0134] 본 명세서에 기재된 다양한 실시 형태를 더욱 잘 이해하기 위하여, 그리고 이들 다양한 실시 형태가 어떻게 실행되어 효과를 나타낼 수 있는지 더욱 명확하게 보여주기 위하여, 예시적으로 적어도 하나의 실시 형태를 보여주는 첨부 도면을 참조할 수 있다.

도 1은 적어도 하나의 실시 형태에 따라, 미립화 방법에 관련된 단계들을 예시하는 블록 다이어그램이다.

도 2는 적어도 하나의 실시 형태에 따라, 미립화 구역 내에 용융물을 제공하기 위해 전환 채널과 함께 공급 튜브를 갖는 미립화 노즐의 도식적 측면도를 예시한다.

도 3은 적어도 하나의 실시 형태에 따라, 기체 유입구 상의 접선 기체 입구를 나타내는 미립화 챔버의 투시도를 예시한다.

도 4a 및 4b는 실시예 1에서 얻어진 분말의 주사 전자 현미경(SEM) 사진을 예시하며, 여기에서 도 4a는 유형 5 분말(15-25 μm)을 지칭하고, 도 4b는 유형 7 분말(1-11 μm)을 지칭한다.

도 5a 및 5b는 실시예 3에서 얻어진 분말의 SEM 사진을 예시하며, 여기에서 도 6a는 유형 5 분말(15-25 μm)을 지칭하고, 도 6b는 유형 6 분말(5-15 μm)을 지칭한다.

도 6은 실시예 4에서 얻어진 분말(7-25 μm)의 SEM 사진을 예시한다.

도 7a 및 7b는 실시예 5에서 얻어진 분말의 SEM 사진을 예시하며, 여기에서 도 7a는 +25 μm 분말을 지칭하고, 도 7b는 -25 $\mu\text{m}/+10 \mu\text{m}$ 분말을 지칭한다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

실시예

실시예 1: Sn-3%Ag-0.5%Cu(SAC305)

본 예시적 시험에서는, 본 명세서에 기재된 미립화 제조 방법 및 미립화 장치를 사용하여 20 kg의 배치 크기로 큰 미립화기에서 Sn-3%Ag-0.5%Cu(SAC305)의 미립화를 실행하였다

표 1a는 실시예 1의 시험의 미립화 조건을 나타낸다.

[표 1a]

실시예 1의 시험에 적용된 미립화 조건

기체 공급률, g/sec	기체 속도, m/s	금속 공급률, kg/min	기체 대 금속의 부피비
132	560	4	11:700

생성된 입자 크기 분포를 표 1b에 나타내었다. 1 내지 25 μm 범위의 입자 수준이 상당히 높은 것(80%)이 주목된다.

[표 1b]

생성된 입자 분포(1 - As-미립화된 분말; 2 - 분류 후 측정된 수율)

D50, μm	Sigma	<25 μm 수율	>25 μm 수율
11.9	1.8	80	20

도 4a 및 4b는 실시예 1에서 얻은 분말의 SEM 사진을 보여준다.

말변 모폴로지 장비(Malvern Morphology equipment)에 의해 결정되는 형태도 측정하였다. 분말 입자의 원형도(circularity)는 약 0.983이었다(원형도는 완벽한 구의 경우에 1임).

실시예 2: Sn-58%Bi(SnBi)

실시예 2의 시험에서는, 본 명세서에 기재된 미립화 제조 방법 및 미립화 장치를 사용하여 ~20 kg의 배치 크기로 규모가 더 큰 미립화기에서 Sn-58%Bi(SnBi)의 미립화를 실행하였다.

[표 2a]

실시예 2의 시험에 적용된 미립화 조건

기체 공급률, g/sec	기체 속도, m/sec	금속 공급률, kg/min	기체 대 금속의 부피비
132	560	4.5	12:100

[표 2b]

[0154] 관찰된 입자 크기 분포

D50, μm	Sigma	<25 μm 수율, %	>25 μm 수율, %
12	1.8	90	10

[0155]

[0156] 표 2b는 관찰된 입자 크기 분포를 보여준다. 1 내지 25 μm 범위의 입자 수준이 상당히 높은 것(90%)에 주목해야 한다.

[0157] 도 5a 및 5b는 실시예 2에서 얻은 분말의 SEM 사진을 보여준다.

[0158] 말번 모폴로지 장비에 의해 결정되는 형태도 측정하였다. 분말 입자의 원형도는 약 0.98이었다.

[0159] **실시예 3: InSn(Sn-50%In)**

[0160] 실시예 3의 시험에서는, 본 명세서에 기재된 미립화 제조 방법 및 미립화 장치를 사용하여 ~24 kg의 배치 크기로 규모가 더 큰 미립화기에서 InSn(Sn-50%In)의 미립화를 실행하였다

[0161] [표 3a]

[0162] 실시예 3의 시험에 적용된 미립화 조건

기체 공급률, g/sec	기체 속도, m/sec	금속 공급률, kg/min	기체 대 금속의 부피비
100	535 m/s	4.0	8 800

[0163]

[0164] 도 6은 실시예 3에서 얻은 분말의 SEM 사진을 보여준다.

[0165] 말번 모폴로지 장비에 의해 결정되는 형태도 측정하였다. 분말 입자의 원형도는 약 0.936이었다.

[0166] **실시예 4: 순수 Bi**

[0167] 실시예 4의 시험에서는, 본 명세서에 기재된 미립화 제조 방법 및 미립화 장치를 사용하여 ~16 kg의 배치 크기로 규모가 더 큰 미립화기에서 Bi의 미립화를 실행하였다.

[0168] [표 4a]

[0169] 실시예 4의 시험에 적용된 미립화 조건

기체 공급률, g/sec	산정된 평균 기체 속도, m/sec	금속 공급률, kg/min	기체 대 금속의 부피비
85	525	2.6	15 400

[0170]

[0171] [표 4b]

[0172] 관찰된 입자 크기 분포

D50, μm	Sigma	<25 μm 수율, %	>25 μm 수율, %
12.5	1.9	86	14

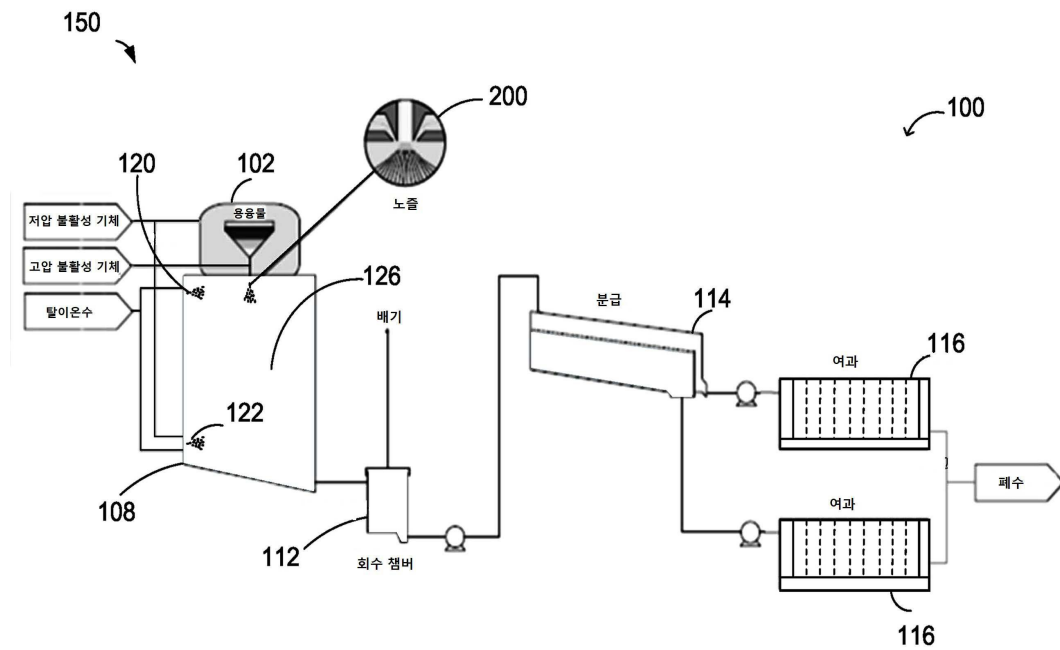
[0173]

[0174] 표 5b는 관찰된 입자 크기 분포를 보여준다. 86%의 분말이 25 μm 미만입에 주목해야 한다.

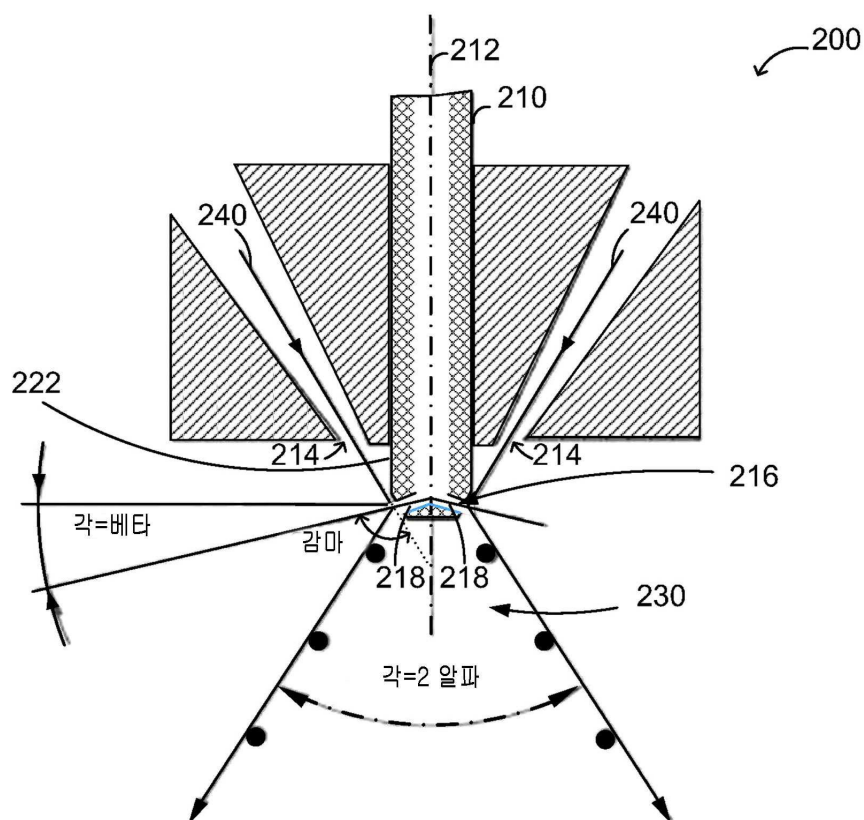
[0175] 도 7a 및 7b는 실시예 4에서 얻은 분말의 SEM 사진을 보여준다.

도면

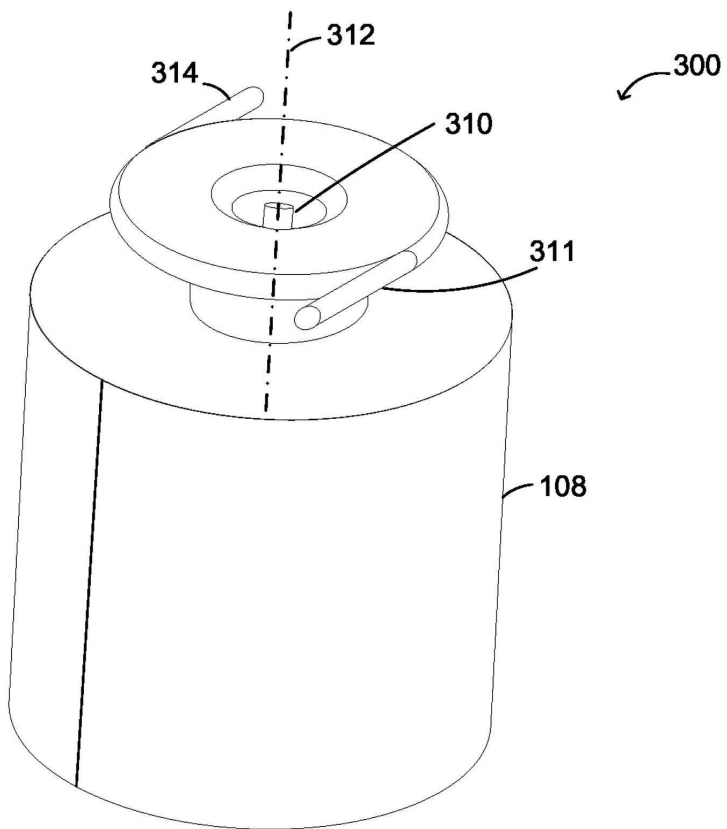
도면1



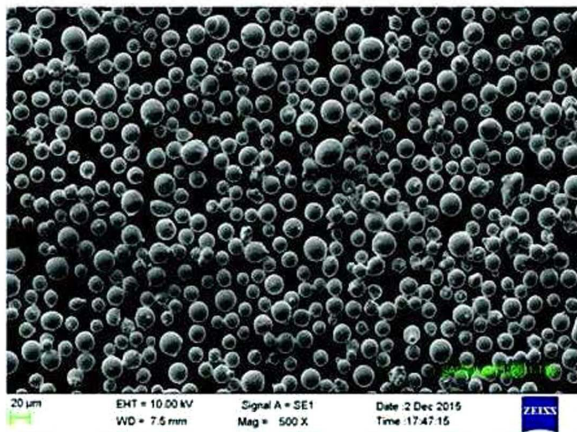
도면2



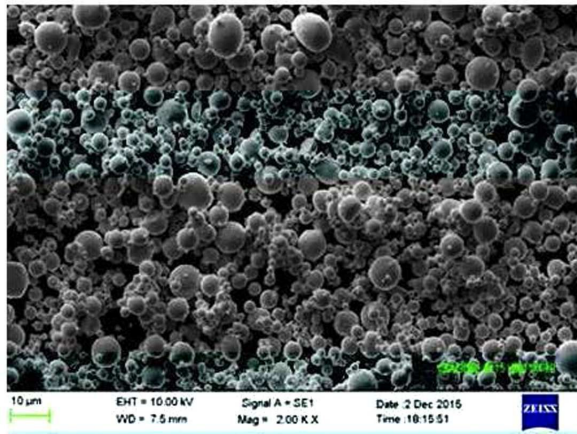
도면3



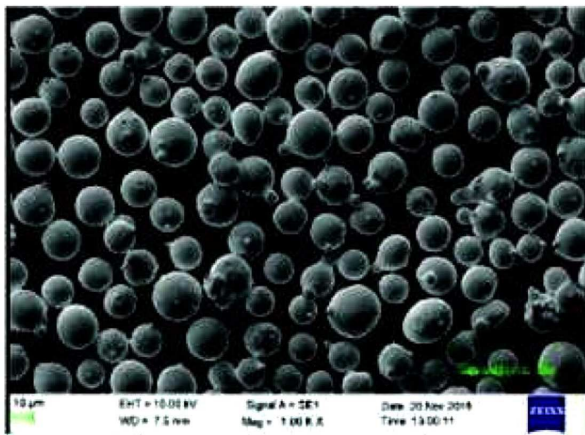
도면4a



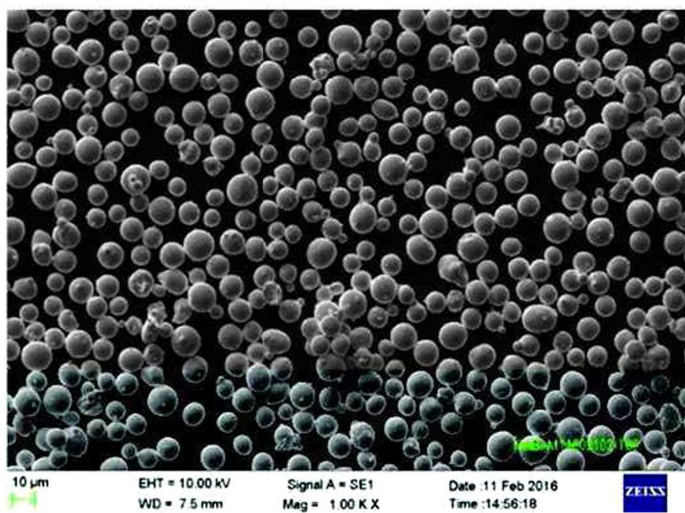
도면4b



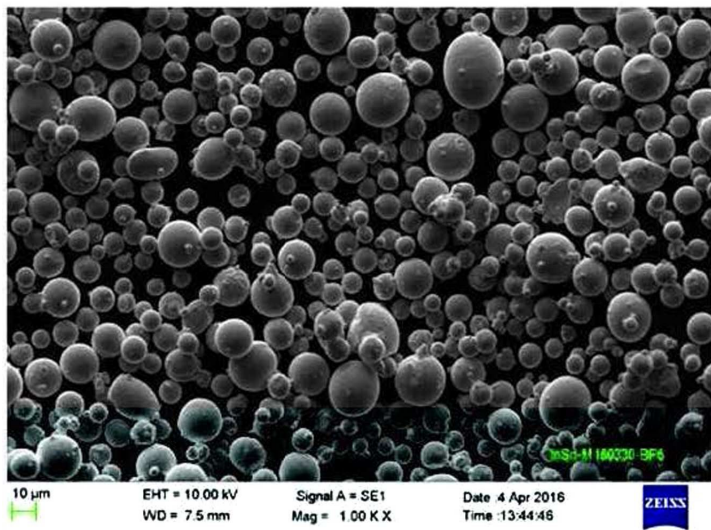
도면5a



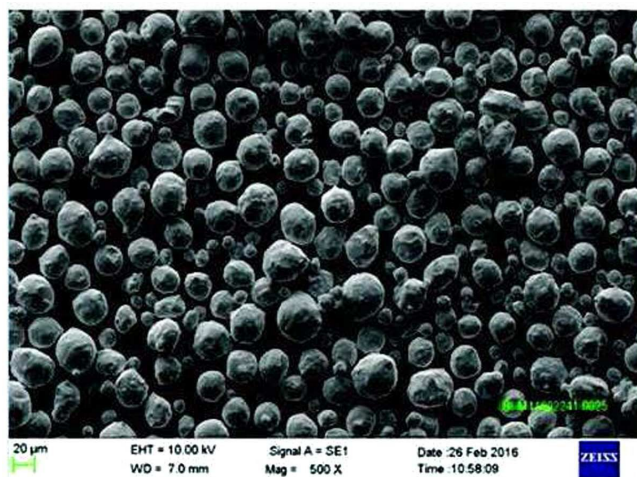
도면5b



도면6



도면7a



도면7b

