

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2004-124231

(P2004-124231A)

(43) 公開日 平成16年4月22日(2004.4.22)

(51) Int.Cl.⁷

B22F 9/04

B22F 9/14

F 1

B22F 9/04

B22F 9/14

テーマコード(参考)

4K017

B

Z

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号

特願2002-293786 (P2002-293786)

(22) 出願日

平成14年10月7日 (2002.10.7)

(71) 出願人 000005083

日立金属株式会社

東京都港区芝浦一丁目2番1号

(72) 発明者 千綿 伸彦

島根県安来市安来町2107番地2 日立

金属株式会社冶金研究所内

F ターム(参考) 4K017 CA01 EA07 EF05

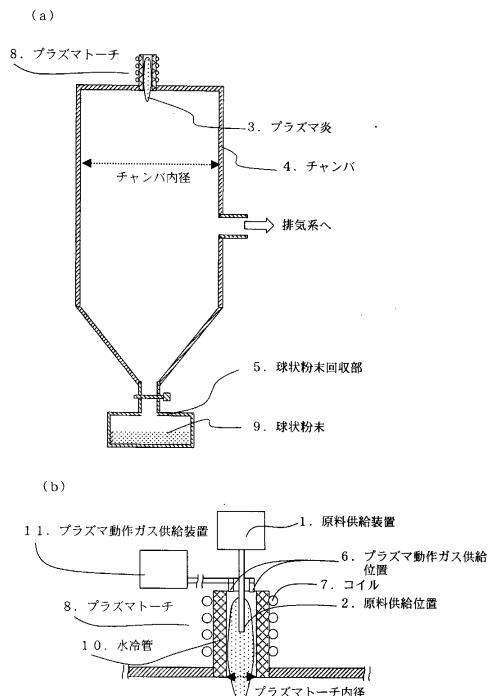
(54) 【発明の名称】球状粉末の製造方法

(57) 【要約】

【課題】本発明は、一定寸法の球状粉末を製造するためのプラズマを用いた球状粉末の製造方法に関するものである。

【解決手段】線材とした原料を、一定の間隔で切断して原料片とし、ついで、該原料片の集合物を尾部の伸長を抑制したプラズマ炎中に導入し、溶融、球状化させる球状粉末の製造方法である。この際、プラズマ炎の尾部の外周に位置するプラズマトーチまたはチャンバの内径が、プラズマ発生部のプラズマトーチ内径の4倍以上であることが好ましい。また、プラズマの雰囲気圧力は、0.04 MPa～大気圧とすることが好ましい。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

線材とした原料を、一定の間隔で切断して原料片とし、ついで、該原料片の集合物を尾部の伸長を抑制したプラズマ炎中に導入し、溶融、球状化させることを特徴とする球状粉末の製造方法。

【請求項 2】

プラズマ炎の尾部の外周に位置するプラズマトーチまたはチャンバの内径が、プラズマ発生部のプラズマトーチ内径の4倍以上であることを特徴とする請求項1に記載の球状粉末の製造方法。

【請求項 3】

プラズマの雰囲気圧力は、0.04 MPa～大気圧とすることを特徴とする請求項1または2に記載の球状粉末の製造方法。

【請求項 4】

原料片の体積は、球相当径として、20～1000 μmであることを特徴とする請求項1乃至3の何れかに記載の球状粉末の製造方法。

【請求項 5】

原料片の融点は、1600以下であることを特徴とする請求項1乃至4の何れかに記載の球状粉末の製造方法。

【発明の詳細な説明】**【0001】****【発明の属する技術分野】**

本発明は、一定寸法の球状粉末を製造するためのプラズマを用いた球状粉末の製造方法に関するものである。

【0002】**【従来の技術】**

近年、電子機器に使用される接続部材としては、パッケージの端子としてのハンダ、ロウ材、金、銀、銅等の様々な一定寸法の球状粉末が使用されている。

また、ガラス等のセラミックスにおいてもレンズやフィルター等、一定寸法の球状粉末が使用される。

球状粉末を製造する方法としては、溶融液滴が飛行中に固化するガスアトマイズ法が広く用いられてきた。しかし、ガスアトマイズ法は、形状こそ球形になるものの、液体の噴霧による製造であるため、シャープな粒径を効率よく得ることは困難である。

また、他の方法として、あらかじめ粉末原料を準備し、これをプラズマ炎中に投入して球状化させる方法が提案されている（特許文献1参照。）。

【0003】**【特許文献1】**

特開平6-287012号公報（第3頁）

【0004】**【発明が解決しようとする課題】**

上述したプラズマ炎中で球状化させる技術としては、溶融球状化のためのプラズマ炎中の滞留時間制御といったところに着目され、一定寸法の球状粉末を効率良く得る手法は提案されていないのが現状である。

本発明の目的は、効率良く且つ極めてシャープな粒度分布をもつ球状粉末を形成することができる球状粉末の製造方法を提供することである。

【0005】**【課題を解決するための手段】**

本発明者は、プラズマ炎を利用した球状化技術において、線材を一定の間隔で切断した原料片の適用と、プラズマ炎の伸長を抑制することにより、一定寸法の球状粉末を凝集することなく効率的に生産できることを見いだし、本発明に到達した。

【0006】

10

20

30

40

50

すなわち本発明は、線材とした原料を、一定の間隔で切断して原料片とし、ついで、該原料片の集合物を、尾部の伸長を抑制したプラズマ炎中に導入し、溶融、球状化させる球状粉末の製造方法である。

【0007】

本発明において好ましくは、プラズマ炎の尾部の外周に位置するプラズマトーチまたはチャンバの内径は、プラズマ発生部のプラズマトーチ内径の4倍以上とする。また、好ましくはプラズマの雰囲気圧力は、0.04 MPa～大気圧とする。

本発明において使用する、原料片の体積は、球相当径として、20～1000 μmであること好ましく、また、原料粉末の融点は、1600以下であることが好ましい。

【0008】

【発明の実施の形態】

上述したように、本発明の重要な特徴の一つは、線材とした原料を、一定の間隔で切断してなる原料片の集合体を、プラズマ炎中に導入する構成を採用したことがある。

線材を一定に切断することで、原料の個々の体積が決定され、理想的には球状化すれば、直径が一定した球状粉末ができる。実際の生産では、原料片を一個ずつプラズマ炎に投入していたのでは、極めて非効率である。そこで、本発明ではまず、集合体でかつ連続的に導入することを要件とする。

【0009】

この際問題となるのは、集合体として導入した時の粉末の接触・凝集およびプラズマという極めて高い温度域における蒸発による寸法の変化である。

本発明は、もう一つの特徴である炎の尾部の伸長を抑制したプラズマ炎を用いることで上記課題を解決した。プラズマ炎の尾部とは、高周波によって発生したプラズマが動作ガスの流れにより伸長されたプラズマ部分で、高周波コイルよりプラズマ下流部分を示す。

【0010】

本発明者の検討によれば、プラズマの温度自体は、5000K以上であるため、原料表面は、集合体で連続的に導入しても、極めて短時間に溶融温度に達する。さらに、プラズマ炎から外れても、しばらくは、原料の融点を遙かに越える雰囲気にさらされる。そのため、高温域であるプラズマ炎に長くさらされると、溶融状態での粉末同士の接触機会も多くなり、球状化は達成されるものの、溶融した粉末同士の衝突による寸法の増大、減少、蒸発による体積減少等により、粒度分布が広がり、切斷寸法通りの球状化という理想状態とはならないことが確認された。

【0011】

これに対する本発明者の検討の結果、プラズマ炎による急速加熱後は、速やかにプラズマ炎から離脱し、プラズマ炎ほど高温ではないガス中で球状化させることができることが粒度分布を広げないために有効であり、その手段としてプラズマ炎の尾部の伸長を抑制することが必要であることを知見した。

【0012】

プラズマ炎の尾部の伸長を抑制するための具体的な手法としては、たとえば、プラズマ発生部のガス流速に対して、プラズマ炎の尾部でのガス流速を下げることで達成できる。もっとも単純には、図2(a)に一例を示すようにプラズマの発生方向に対して、プラズマ炎の尾部の外周に位置するプラズマトーチまたはチャンバの内径を、プラズマ発生部11のプラズマトーチ内径より大きくすることが挙げられる。これによりそうでない場合(図2(b))と比べてプラズマ炎の尾部でのガス流速を下げ、尾部の伸長を抑制することができる。このプラズマトーチ又はチャンバの内径による尾部の伸長の抑制は、内径の比率を4倍以上とした場合にその効果が明確となり好ましい。

【0013】

また、プラズマ炎の尾部の伸長を抑制するためには、プラズマの雰囲気圧力を比較的高い圧力である、0.04 MPa～大気圧で動作させるのが好ましい。ここで、0.04 MPa未満の圧力では、プラズマは長く尾を引いてしまうため、本発明の効果を達成しにくく、大気圧を超える加圧状態のプラズマは制御しにくいという問題があるため、0.04 M

10

20

30

40

50

p a ~ 大気圧で動作させるのが好ましいのである。

【 0 0 1 4 】

これらの他に、プラズマ炎の尾部のみに H₂ や N₂ などの電離エネルギーの高いガスを混合する方法や、不活性ガス等を用い、これを冷却ガスとして尾部に対して外周から吹き付けることによってもプラズマ炎の伸びを抑制することができる。

【 0 0 1 5 】

より好ましくは、上述の条件を組み合わせて適用する。例えば、プラズマトーチ又はチャンバの内径の比率を 4 倍以上、プラズマの雰囲気圧力を 0 . 0 4 M p a ~ 大気圧とし、プラズマ炎の尾部のみに H₂ や N₂ などの電離エネルギーの高いガスを混合することでプラズマ炎の尾部の伸びを抑制することができる。10

【 0 0 1 6 】

また、本発明に適用する原料片としては、大きすぎると、球状化しにくくなり、小さ過ぎると表面積の増大から蒸発による体積変化が大きくなってしまうため、原料片の体積は、球相当径として、20 ~ 1000 μm のものに適用することが好ましい。

また、本発明は、プラズマ炎での蒸発等が起こりやすい材料の球状化に適応することが好ましく、原料粉末の融点としては、1600 以下のもの、たとえばハンダ、ロウ材、金、銀、銅、ガラスなどに適用することが有効である。

【 0 0 1 7 】

本発明は例えば図 1 (a) (b) に示す装置により実施することが出来る。図 1 (a) は装置全体の模式図、図 1 (b) はプラズマトーチを拡大した模式図である。20

図 1 において、水冷管 10 により冷却されているプラズマトーチ 8 は、プラズマ動作ガス供給装置 11 によりプラズマ動作ガス供給位置 6 から供給されるプラズマ動作ガスと、コイル 7 から発生する高周波エネルギーによりプラズマ炎 3 を発生する。

【 0 0 1 8 】

原料供給装置 1 (例えば電磁振動原料供給装置) に投入された線材が一定の間隔で切断されてなる原料片は、キャリアガスと共に原料供給位置 2 よりプラズマ炎 3 内部の高温部 (5000 ~ 10000 K) に投入される。プラズマ炎中に投入された原料片は瞬時に溶融し、表面張力により球状となる。

プラズマ炎内で処理された粉末はチャンバ 4 中を落下しながら不活性ガス雰囲気中で凝固し、球状粉末 9 として下部の球状粉末回収部 5 にを集められ、回収される。30

以上のようにして、球状粉末を効率的に製造することができる。

【 0 0 1 9 】

【 実施例 】

図 1 に記載の R F プラズマ装置を用いて、Ag - Cu 合金 (不可避的不純物を含む) の金属片を用い、目標直径が 80 . 0 μm の球状粉末を以下に示す製造条件で作製した。プラズマ炎に導入する Ag - Cu 合金 (原料片) は直径 20 μm のワイヤを回転刃により、一定寸法 (長さ 853 μm) に切断して作製した。

【 0 0 2 0 】

- 製造条件 (本発明例) -

原料片寸法 : 20 μm × L 853 μm

プラズマ動作ガス : Ar 30 L / min 、 H₂ 1 L / min 混合ガス (プラズマトーチ内の流速 0 . 26 m / sec)

プラズマトーチ : 水冷式石英管 50 mm 、高周波誘導コイル 70 mm 、図 2 (a) のプラズマトーチ

チャンバ : 内径 800 mm 、最大内高 1500

チャンバ内雰囲気 : Ar ガス雰囲気、大気圧

原料供給装置 : 電磁フィーダー

高周波誘導コイル入力条件 : 4 MHz 、 8 kW

【 0 0 2 1 】

比較の為、図 2 (b) に記載のプラズマトーチを用い、下記のチャンバ内雰囲気条件を適50

用する以外は、上記の本発明例と同条件にて球状粉末を製造した。

- 製造条件(比較例) -

チャンバ内雰囲気: Arガス雰囲気、0.03 MPa

プラズマトーチ: 水冷式石英管 50 mm、高周波誘導コイル 70 mm、図2(b)の
プラズマトーチ

【0022】

プラズマ炎に導入後、球状粉末回収部に回収された球状粉末を、孔直径が75 μmの丸孔篩と85 μmの丸孔篩を用いて異形粉末の除去を行った。この結果、プラズマ導入前の原料片の重量と比較して、本発明例の製造方法では異形粉末の除去後には約83%の金属粉末を回収することが出来た。これに対し、比較例の製造方法では回収率は約3%であった。
10

丸孔篩により除去された異形粉末を確認したところ、目標とする80 μmの球体とは体積や形状が著しく異なるものであった。これらは、プラズマ炎中で溶融した原料片同士が接觸して体積、形状が変動したものと考えられる。

【0023】

次に、異形粉末を除去した後、無作為に100球を抽出し、平均直径、平均真球度を測定した。これらの測定は、平行透過光式で映し出した投影像をCCDカメラによる画像認識しておこなった。この際、直径は投影像を真円と仮定した場合の円相当径で、真球度は円相当径を最大径で除した値として評価した。結果を表1に示す。

【0024】

【表1】

	本発明例	比較例
平均径	80.2	78.0
最大径	81.0	85.1
最小径	78.8	73.2
真球度(平均)	0.996	0.776

10

20

30

【0025】

表1に示すように、本発明例では異形粉末除去後の球状粉末の最大値、最小値は、除去に用いた丸孔篩の直径、言いかえると除去後の粉末直径の上、下限値である75、85 μmの幅より小さく、シャープな直径分布を達成している。目標直径である80 μmに近い値となっており、本発明の製造方法では、異形粉末となった球状粉末以外では、プラズマ炎導入前後での体積変化が小さいことが分かる。また、異形粉末除去後の球状粉末は、真球度において0.996を達成しており、球状化を達成している。これに対し、比較例では、最大径、最小径がほぼ丸孔篩の直径と同程度であり、ばらつきが大きい。加えて真球度も本発明例と比べて低く、十分な球状化を達成できていない。

したがって、本発明の球状粉末の製造方法によれば粒度分布が狭く、形状の揃った球状粉末を生産することが出来ることが判る。
40

【0026】

【発明の効果】

本発明によれば、効率良く且つ極めてシャープな粒度分布をもつ球状粉末を形成することができる球状粉末の製造が可能となり、電子機器に使用される各種ろう材などの接続部材や、ガラス等からなるレンズやフィルター等、一定寸法の球状粉末を用いる分野において欠くことが出来ない技術となる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の製造方法を実施する製造装置の一例を示す模式図である。

【図2】プラズマ炎の尾部を示す模式図である。

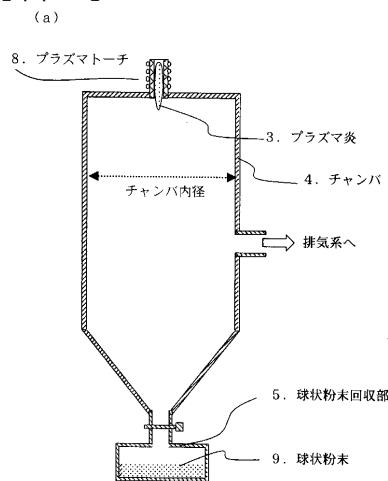
40

50

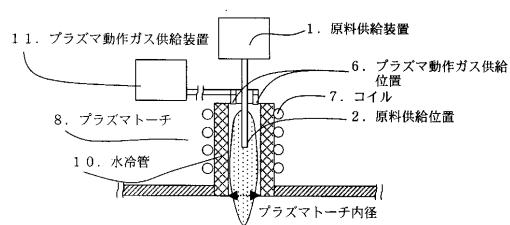
【符号の説明】

1. 原料供給装置、2. 原料供給位置、3. プラズマ炎、4. チャンバ、5. 球状粉末回収部、6. プラズマ動作ガス供給位置、7. コイル、8. プラズマトーチ、9. 球状粉末、10. 水冷管、11. プラズマ動作ガス供給装置、12. プラズマ発生部

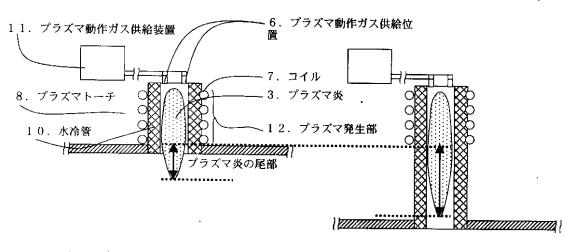
【図1】



(b)



【図2】



(b) 尾部の伸びが抑制されないプラズマ炎