

气化法制备超细锡粉的研究

竺培显, 孙勇, 段永华

(昆明理工大学 材料与冶金工程学院, 云南 昆明 650093)

摘要: 利用电弧气化技术, 在惰性气体保护的密闭反应室内, 制备了平均粒径为 $0.1\ \mu\text{m}$, 最大粒径为 $0.4\ \mu\text{m}$ 的纯金属锡粉. 采用 X 衍射、电镜等手段, 分析和观察了锡粉的物相和形貌, 由 XDR 图表明该方法制备的锡粉为单相锡粉, 没有氧化锡的衍射峰. 从锡粉的 SEM 照片能清楚看到粉体的形貌主要为规则球形, 粉体纯度为 99.9% 以上. 该方法有着工艺流程短、产品粒径细、含氧低、纯度高、易产业化等优点, 为制备低熔点纯金属粉末开辟了一条新途径.

关键词: 电弧气化; 超细锡粉; 惰性气体

中图分类号: TF123.72 **文献标识码:** A **文章编号:** 1007-855X(2006)03-0024-02

Study on Preparing Ultrafine Tin by Electric-Arc Gasification

ZHU Pei-xian, SUN Yong, DUAN Yong-hua

(Faculty of Materials and Metallurgical Engineering, Kunming University of Science and Technology, Kunming 650093, China)

Abstract The pure tin powders with average particle diameter of $0.1\ \mu\text{m}$ and the maximum particle diameter of $0.4\ \mu\text{m}$, are prepared by electric-arc gasification in the sealed reaction chamber with inert gas blanketing. The phases and forms of the tin powders are analyzed and observed by means of X-ray diffraction and electron microscope. The XDR reveals that tin powders prepared by this method contains only single phase and no tin oxide diffraction peaks appear. The forms of the powders which are mostly regular ball could be shown in SEM, and its purity is over 99.9%. The method has advantages of short process flow, low oxygen content, high purity and easy industrialized. A new way for preparing low melting-point pure metal powders is put forward.

Key words electric-arc gasification; ultrafine tin powder; inert gas

0 引言

超细锡粉广泛用于金属浆料, 免清洗型软钎焊料^[1], 多孔自动润滑青铜轴承、粉末冶金、等离子喷镀的原料、化工原料、橡胶、塑料的添加剂^[2]和有机锡的原料等, 随着电子电气工业的迅猛发展, 一些新型焊料、触点材料、电子浆料为超细锡粉提供了广泛的应用市场. 焊锡是广泛应用于电子、家电等产品的钎焊材料. 目前我国每年需要焊锡产品(丝、锭、焊剂)共约 16 万吨, 随着我国电子工业、家电及汽车工业的发展, 对焊锡的需求将日益增多^[3].

由于锡是一种低熔点、高沸点的金属, 传统方法一般采用气体雾化法、化学沉淀法和电沉积之类的其它生产方法. 但是这些方法制备出来的粉体存在着粒度粗(一般为 $30\sim 70\ \mu\text{m}$)、形状不规则等缺点. 因此在某些领域制约了它的应用范围, 随着电子电气技术的不断进步和更新, 对新型焊料、电子级浆料的要求将越来越高, 为此, 研究粒度更细、形貌规则、纯度更高的锡粉, 有着广阔的应用前景.

作者所在课题组通过多年来对超细粉末制备技术的研究^[4], 进一步提出了一种电弧气相法制备超细锡粉的方法, 已制备出平均粒径 $0.1\ \mu\text{m}$, 最大粒径 $0.4\ \mu\text{m}$, 纯度 99.9%, 形状为球型的超细锡粉. 该方法是一种很有前途的生产超细金属锡粉的新方法, 为制备多种超细金属、合金及其氧化物和氮化物粉末的制

收稿日期: 2005-05-20 基金项目: 云南省自然科学基金资助(项目编号: 1999E0025M)

第一作者简介: 竺培显(1955~), 男, 高级工程师. 主要研究方向: 粉体材料制备.

备提供了有效途径及新思路.

1 制备方法特点

首先用真空机组将反应系统内的真空度抽到 10 Pa 左右, 充入适量的保护气体, 反应器内的金属锡, 通过专用电源提供的电能, 在金属锡上产生的电弧热, 锡的温度被加热到 2 000℃ 以上, 并迅速气化, 在反应室内产生大量的锡蒸汽, 然后经快速冷凝, 沉降于收粉器中, 最终得到超细锡粉.

2 超细锡粉的分析

2.1 形貌和粒径分析

利用电子显微镜 (XL30 ESEM) 分析了锡粉颗粒的形貌和粒径, 由于该粉末的颗粒很细, 颗粒的表面能和表面化学能很高, 并且颗粒呈团聚状, 由于 SEM 试样仅用无水乙醇作分散剂, 故电镜中表现出粉末的团聚现象, 但即使这样, 还能清楚地看到锡粉颗粒的典型形貌, 其颗粒外形主要为规则的球形, 最大颗粒为 0.4 μm, 平均粒径为 0.1 μm, 如图 1 所示.

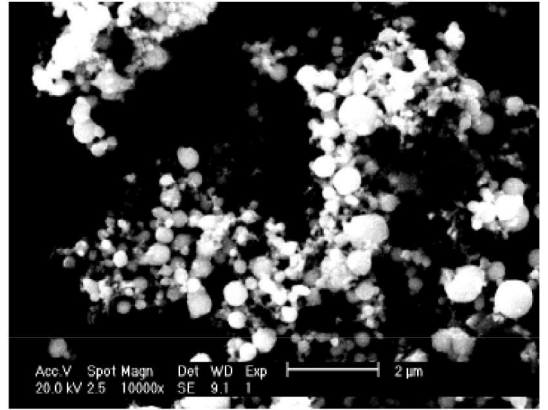


图1 Sn粉末的SEM图

Fig.1 SEM of ultrafine-Sn powders

2.2 物相结构分析

产品的衍射谱研究表明, 在 20~ 60° 的范围内出现了 5 个衍射峰的峰位, 相对强度和晶面间距与锡标准卡片完全吻合, 据此结果证明: 该方法生产的锡粉为单相锡粉, 氧化锡的衍射峰不够明显, 如图 2 所示.

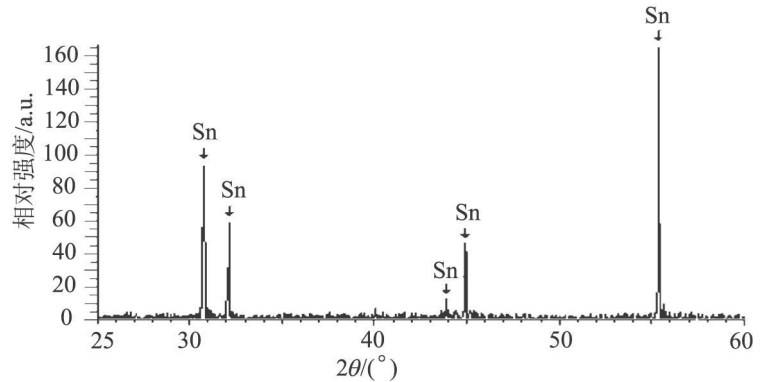


图2 Sn粉末的XDR图

Fig.2 XDR of ultrafine-Sn powders

2.3 产品纯度及松装密度分析

采用发射光谱对制备前的原料和制备出的产品进行对比分析, 由分析结果可以看出来本方法所制备的产品的纯度达到了 99.951 以上, 这为制备高纯金属粉末创造了条件. 产品中 Cu、Fe 元素的微量增加, 是锡粉制备过程中锡粉于反应壁接触所致, 但增量极少, 见表 1.

表 1 原料锡和锡粉的杂质分析对比

Tab 1 Contrast of and analysis of in purity in Sn material and Sn powders

	Sn	As	Fe	Cu	Pb	Bi	Sb	S
原料 Sn/%	99.95	0.003	0.004	0.004	0.03	0.003	0.005	0.001
锡粉 %	99.951	0.002	0.006	0.005	0.03	0.002	0.003	0.001

对锡粉产品引用国家标准 GB1479 金属粉末松装密度的测定 (漏斗法), 测试了锡粉的松装密度, 由测试结果得出本方法生产的锡粉松装密度为 0.46 g/cm³.

2.4 制备方法特点归纳

1) 直接利用金属锡作为电的导体和发热体, 它既是导电电极又是被气化的对象, 从而提高了供热强度和热利用率, 强化了金属的气化效果;

(下转第 45 页)

- 7) 工作频率范围: 0.5 ~ 10MHz
- 8) 重复频率范围: 200 ~ 2500Hz
- 9) 工作方式: 单晶片探头发射接收、双晶片探头 (或双探头) 分别发射接收

4 结束语

由测试结果可知:

- 1) 信号采集与放大电路模块的灵敏度、信噪比及抗干扰能力明显优于传统超声波探伤仪, 主要技术指标均优于国家计量检定规程规定的技术指标。尤其是 0.5% 的水平线性误差 (检定规程规定为 2%) 和 4.7% 的垂直线性误差 (检定规程规定为 8%) 都大大低于检定规程规定的指标, 处于国内同类设备的先进水平。
- 2) 该模块较好地解决了钢轨在线自动超声波探伤系统中对弱信号的接收、放大及降噪等技术问题。解决了用传统的超声波探头满足高标准探伤要求的技术问题, 降低了超声波探伤检测设备的成本。
- 3) 通过改变放大电路的同步脉冲频率, 配合相应的计算机软件, 该模块可适用于多种生产工艺的在线自动超声波检测, 如: 钢管、轧辊等生产线的在线超声波检测。具有良好的经济效益和社会效益。

参考文献:

- [1] 陈文革, 魏劲松. 超声无损检测的应用研究与进展 [J]. 无损检测, 2001, 25(4): 1-3
- [2] 刘镇清, 刘饶. 超声无损检测的若干新进展 [J]. 无损检测, 2000(9): 403-405
- [3] 蒋伟平. 超声波探伤仪及数字化超声波探伤仪 [J]. 无损检测, 1997, 19(2): 55-59
- [4] 陈积懋. 超声检测新技术 [M]. 北京: 科学出版社, 1991: 438-463
- [5] 江晓安, 杨有瑾, 陈生潭. 计算机电子电路技术——电路与模拟电子部分 [M]. 西安: 西安电子科技大学出版社, 2002: 107-269
- [6] 董诗白, 华成英. 模拟电子技术基础 [M]. 北京: 人民教育出版社, 1981: 427-441
- [7] 超声探伤仪检定规程. JJG 746-91. 中华人民共和国国家计量检定规程 [Z]. 国家技术监督局 1992 年发布. 1992

(上接第 25 页)

- 2) 产生的锡粉质量高, 主要包括: 纯度高, 粒度细, 特别适合某些电子浆料和焊料。
- 3) 工艺流程短, 一步即可制备出产品, 操作简单。
- 4) 熔化的锡可以随时补充到反应室, 可实现连续给料、连续反应、连续制粉的全过程, 为工业应用提供了一条切实可行的途径。
- 5) 为具有沸点高、熔点低, 较低蒸汽压等性质的金属、合金及其氧化物、氮化物等超细粉末的制备合成提供了新途径。

3 结论

- 1) 采用电弧气化法制备了纳米级锡粉, 该方法有着工艺流程简单, 无污染, 工艺条件易控制, 产品质量高, 性能好, 是制备超微粉末的好方法, 也为连续制备其它高纯金属粉末奠定了理论依据和实验基础。
- 2) 制备的锡粉平均粒径为 0.1 μm , 颗粒形貌为球形, 颗粒较均匀, 纯度大于 99.95% 以上, 粉体的松装密度为 0.46 g/cm^3 。

参考文献:

- [1] 徐柱天, 张少明. 免清洗型软钎膏用锡基合金焊粉 [J]. 粉末冶金技术, 1997, 15(2): 130-134
- [2] WILLAM J.V. [J]. 有色冶炼, 1990(2): 56-57
- [3] 周甘宁, 王长振, 谭雄, 等. 无铅焊锡的研究进展 [J]. 材料导报, 2003, 8(8): 25-27
- [4] 竺培显, 孙勇, 白海龙, 等. 高活性超细铅粉的研制 [J]. 昆明理工大学学报, 2001, 26(1): 15-16