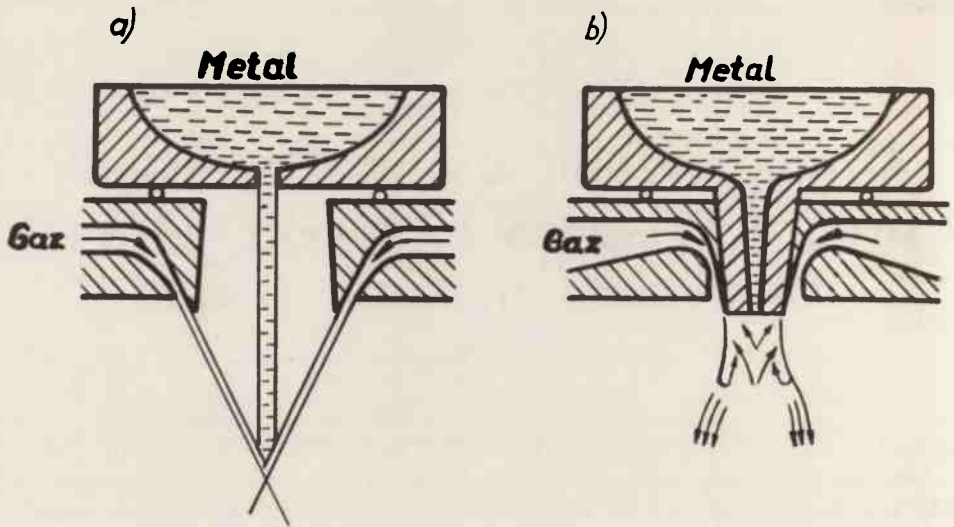


## Otrzymywanie drobnoziarnistych proszków spoiw miękkich metodą rozpylania ciekłego metalu

Spoiva w postaci past lutowniczych znajdują coraz szersze zastosowanie w przemyśle, zwłaszcza elektronicznym, w rozwiniętych technicznie krajach [1,2,3]. W Polsce stosuje się obecnie pasty lutownicze importowane z KK. Nie były one produkowane w kraju przede wszystkim z powodu braku drobnoziarnistego proszku spoiwa o odpowiednich parametrach. Wytwarzane w kraju proszki, zarówno pod względem granulometrycznym i składu, jak i własności fizykochemicznych nie odpowiadały stawianym wymaganiom. Wielkość ziarn proszków przeznaczonych do wytwarzania past lutowniczych nie powinna przekraczać 30-50  $\mu\text{m}$ , a przeważająca większość frakcji powinna mieścić się w granicach 10-15  $\mu\text{m}$ . Poza tym proszek nie powinien być utleniony - zawartość tlenu nie powinna przekraczać  $5 \times 10^{-2}$  wag.

Celem przeprowadzonych badań było opracowanie technologicznej, wysokowydajnej metody bezpośredniego otrzymywania drobnoziarnistych proszków spoiw miękkich, nie wymagającej stosowania uciążliwych operacji przesiewania, a także zbudowanie urządzenia laboratoryjnego do otrzymywania tych proszków i dobranie optymalnych parametrów technologicznych procesu. W niniejszym artykule przedstawiono zastosowaną metodę, laboratoryjne urządzenie do rozpylania oraz wybrane wyniki badań. Jedną z najbardziej wydajnych, uniwersalnych oraz ekonomicznych metod wytwarzania proszków metalicznych jest metoda polegająca na rozpylaniu ciekłych metali lub stopów przy pomocy sprężonych gazów /powietrze, azot, argon/. Podstawowe schematy metod rozpylania ciekłych metali stosowanych w produkcji proszków metalicznych przedstawiono na rys. 1 [4].

Matematyczny opis procesu rozpylania ciekłych metali jest związany z wieloma trudnościami, ze względu na jego zależność od dużej liczby parametrów. Ogólne zależności ziarnistości proszku od parametrów technologicznych rozpylania podaje Nicziporenko [5].



Rys. 1. Schematy metod rozpylania ciekłych metali

$$\frac{d_{pr}}{d} = f/Re; \quad \xi \frac{d_{pr}}{d_s} = f/We; \quad /1/$$

gdzie:  $d_{pr}$  - średnica cząstek przeważającej frakcji proszku,  $d$  - średnica wielkość średnicy cząstek,  $d_s$  - średnica strumienia metalu,

$\xi$  - współczynnik uzysku przeważającej frakcji proszku

$$Re = \frac{v_g d \rho_g}{\mu} - \text{kryterium Reynoldsa,}$$

$v_g$  - szybkość gazu [m/s],  $\rho_g$  - gęstość gazu [kg·s<sup>2</sup>/m<sup>4</sup>],  $\mu$  - lepkość dynamiczna gazu [kg·s/m<sup>2</sup>].

$$We = \frac{v_m^2 d \rho_m}{\sigma} - \text{kryterium Webera,}$$

$v_m$  - szybkość wypływu metalu z dyszy [m/s],  $\rho_m$  - gęstość metalu [kg·s<sup>2</sup>/m<sup>4</sup>],  $\sigma$  - napięcie powierzchniowe metalu [kgm/m<sup>2</sup>].

Kryterium Reynoldsa określa charakter wypływu strumienia gazu z dyszy pierścieniowej, natomiast kryterium Webera charakteryzuje stosunek sił bezwładności do sił napięcia powierzchniowego metalu.

Lubanska przedstawia następujący wzór empiryczny dla średniej średnicy cząstek  $d_m$  przeważającej frakcji proszku [6]:

$$\frac{d_m}{D} = K \left[ \frac{v_m}{v_g We} \left/ 1 + \frac{M}{A} \right/ \right]^{1/2}; \quad /2/$$

gdzie:  $d_m$  - średnia średnica przeważającej frakcji proszku,  $D$  - średnica strumienia metalu,  $\nu_m$ ,  $\nu_g$  - lepkość kinematyczna ciekłego metalu i gazu,  $We$  - kryterium Webera,  $M/A$  - stosunek przepływu masowego metalu do gazu,  $K$  - stała w zakresie 40-50.

Natomiast Kim i Marshall [7] podają poniższe wzory:

$$d_{vs} = \frac{585}{\nu_g - \nu_m} \cdot \sqrt{\frac{\sigma}{\rho}} + 597 \left( \frac{\mu}{\sqrt{\rho \sigma}} \right)^{0,45} (1000 v_{ma})^{1,5} \quad /3/$$

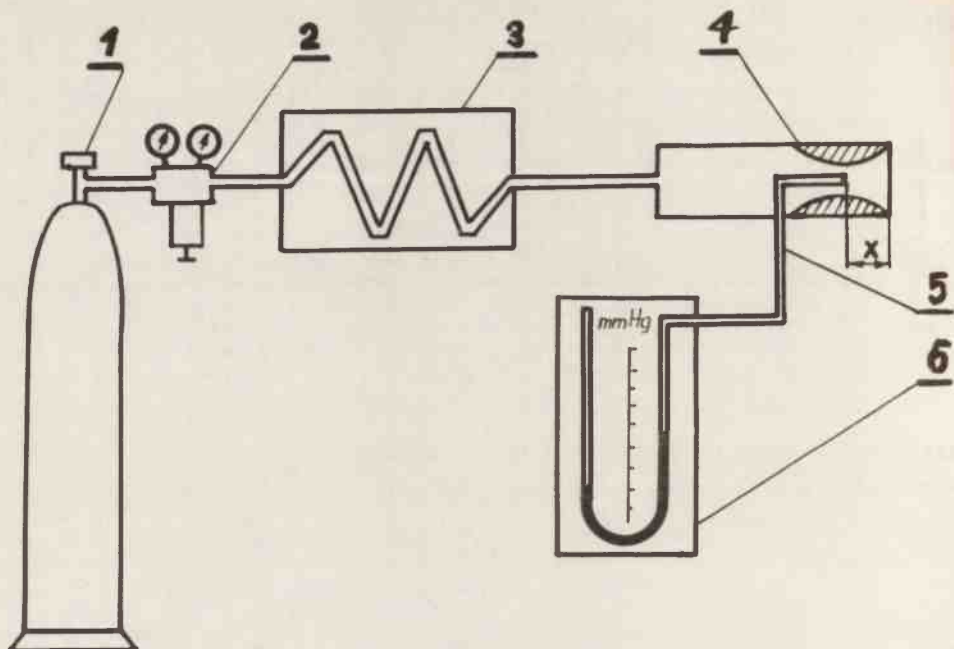
gdzie:  $d_{vs}$  - średnia średnica cząstek metalu,  $\nu_g - \nu_m$  - względna prędkość gazu do cieczy,  $\sigma$  - napięcie powierzchniowe ciekłego metalu,  $\rho$  - gęstość ciekłego metalu,  $v_{ma}$  - wartościowy stosunek prędkości przepływu cieczy do gazu.

Najda wyprowadził wzór empiryczny dla określenia krytycznej szybkości strumienia gazu zapewniającego rozdrobnienie cząsteczki ciekłego metalu określonej wielkości [8]:

$$v_{kr} = \sqrt{\frac{8\sigma}{C_x \rho d}} \quad ; \quad /4/$$

gdzie:  $\sigma$  - napięcie powierzchniowe ciekłego metalu,  $C_x = f/Re$  - współczynnik oporu czołowego,  $\rho$  - gęstość ciekłego metalu,  $d$  - średnica cząsteczki ciekłego metalu.

Jak widać z przedstawionych wzorów, nie ma ścisłego opisu matematycznego procesu rozpylania metali. Można jedynie wnioskować z nich, że ziarnistość otrzymywanego w rezultacie rozpylania proszku jest uzależniona głównie od takich parametrów procesu jak: średnica strumienia metalu, szybkość wypływu metalu i gazu, napięcie powierzchniowe ciekłego metalu, geometria dyszy. W związku z tym przy projektowaniu i budowie urządzenia autorzy byli zmuszeni dostosowywać się do konkretnych założeń, a rozwiązania konstrukcyjne i technologiczne osiągać na drodze doświadczalnej. Dla przeprowadzenia badań w celu ustalenia technologicznych parametrów rozpylania zaprojektowano i zbudowano laboratoryjne urządzenie z zastosowaniem dyszy zwężkowej. Schemat zastosowanej dyszy wraz z układem pomiarowym do badania podciśnienia w rurce doprowadzającej metal przedstawiono na rys. 2. Oddziaływanie gazu na strumień metalu w tej dyszy ma charakter podobny do schematu b/ na rys. 1. Istnieje jednak różnica polegająca na tym, że w proponowanej dyszy można osiągnąć znacznie wyższe szybkości przepływu gazu. Poza tym, jak wynika z konstrukcji, transport metalu z kąpielii do dyszy jest realizowany na zasadzie eżekcji i w związku z tym wydajność jest uzależniona od podciśnienia wytwarzanego w miejscu wypływu metalu z rurki. Ponieważ wielkość podciśnienia jest uzależniona od szybkości przepływu gazu rozprężającego /będnęcej

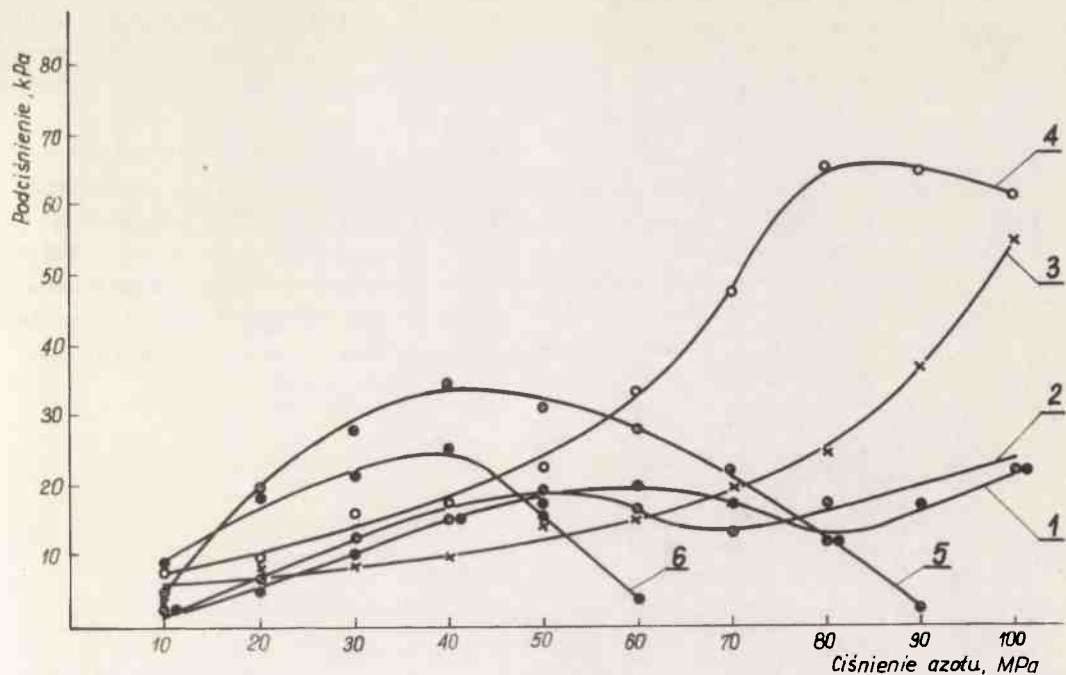


Rys. 2. Schemat dyszy zwięzkowej wraz z układem pomiarowym do badania podciśnienia w rurce doprowadzającej metal: 1 - butla z azotem, 2 - reduktor, 3 - nagrzewnica gazu rozpylającego, 4 - dysza zwięzkowa, 5 - rurka doprowadzająca metal, 6 - manometr rtęciowy

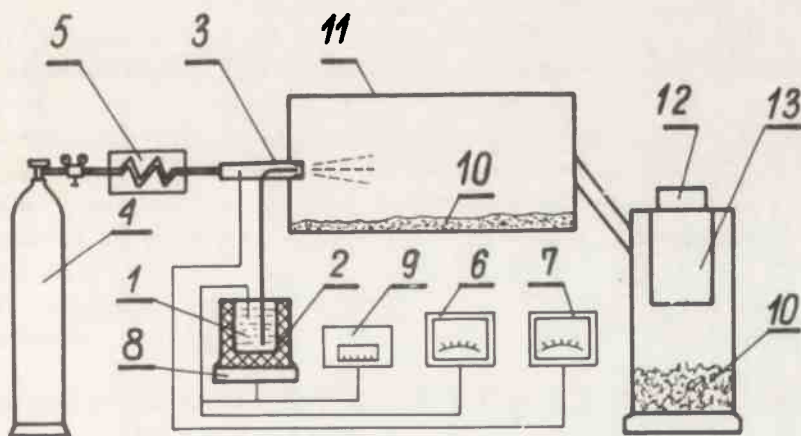
funkcją ciśnienia gazu/ oraz usytuowania rurki doprowadzającej metal względem zwięzki /"x" rys. 2/, przeprowadzono badanie wpływu ciśnienia gazu rozpylającego, mierzonego na wyjściu z butli, na podciśnieniu w rurce. Wyniki pomiarów przedstawiono na rys. 3. Jak widać, w miarę podwyższania ciśnienia gazu do 100 MPa /10 atm/ znaczny wzrost podciśnienia 59,95 - 66,5 kPa /450-500 mmHg/ obserwuje się przy takim usytuowaniu rurki, kiedy odległość "x" waha się w granicach 9,8-10,6 mm /krzywe 3,4/. Przy większych lub mniejszych wartościach "x" zwiększenie ciśnienia gazu nie powoduje zwiększenia podciśnienia powyżej 33,35 kPa /250 mmHg/ /krzywa 5,6/. W pewnych przypadkach wartość podciśnienia maleje do zera /przy wartościach "x" ok. 12 mm i więcej/.

Z powyższych danych wynika, że efektywność i wydajność rozpylania w dużej mierze zależy od ustawienia w zwięzce rurki doprowadzającej metal. Ma to znaczenie praktyczne przy produkcji proszku.

Schemat urządzenia laboratoryjnego do rozpylania przedstawiono na rys. 4. Ciekły metal /1/ z tygla /2/ jest zasysany do dyszy /3/ i rozpylany przy pomocy gazu obojętnego z butli /4/, nagrzanego do odpowiedniej temperatury w nagrzewnicy /5/. Temperatura gazu i metalu mierzona jest przy pomocy termopar i rejestrowana miernikami /6,7/. Grzejnik me-



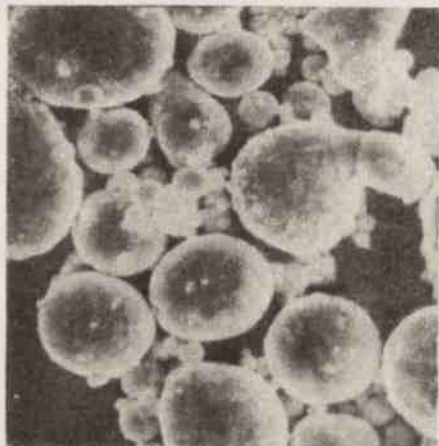
Rys. 3. Zależność podciśnienia w rurce doprowadzającej metal od ciśnienia gazu rozpylającego mierzonego na wyjściu z reduktora przy różnych wartościach "x": 1-8,00 mm, 2-8,35 mm, 3-9,80 mm, 4-10,60 mm, 5-12,10 mm, 6-12,50 mm



Rys. 4. Schemat laboratoryjnego urządzenia do rozpylania metali niskotopliwych: 1 - metal, 2 - tygiel, 3 - dysza zwięzkowa, 4 - butla ze sprężonym gazem, 5 - nagrzewnica gazu, 6,7 - mierniki temperatury, 8 - grzejnik metalu, 9 - układ sterowania i regulacji temperatury, 10 - proszek, 11 - zbiornik, 12 - urządzenie ssące z proszkiem, 13 - filtr

talnu /8/ jest sterowany przy pomocy układu sterowania i regulacji /9/. Część rozpylonego metalu w postaci proszku /10/ gromadzi się na dnie zbiornika /11/, a pozostała ilość proszku - w urządzeniu ssącym /12/, w którym zainstalowany jest filtr /13/.

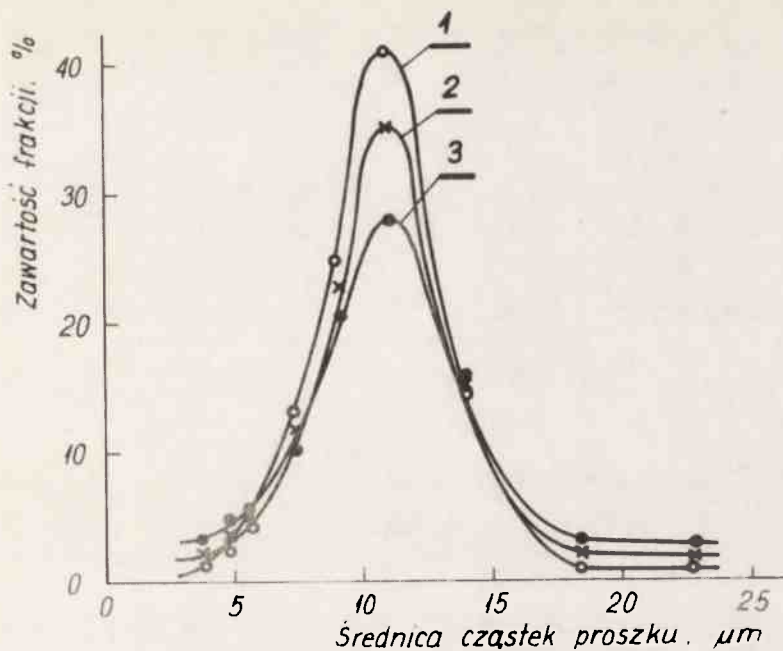
Badania wpływu niektórych parametrów rozpylania na ziarnistość otrzymanych proszków i wydajność dyszy zamontowanej w opisanym urządzeniu były przeprowadzane przy użyciu eutektycznego stopu cynowo-ołowiowego PbSn63 /spoiwo LC63 wg PN-76/M-69400/ o temperaturze topnienia 456 K /183°C/. W wyniku rozpylania tego stopu otrzymano proszek z cząsteczkami o kształtach sferycznych. Rys. 5 przedstawia fotografię /wykonaną na mikroskopie skanningowym/ typowego proszku spoiwa LC63, otrzymanego metodą rozpylania azotem na urządzeniu laboratoryjnym.



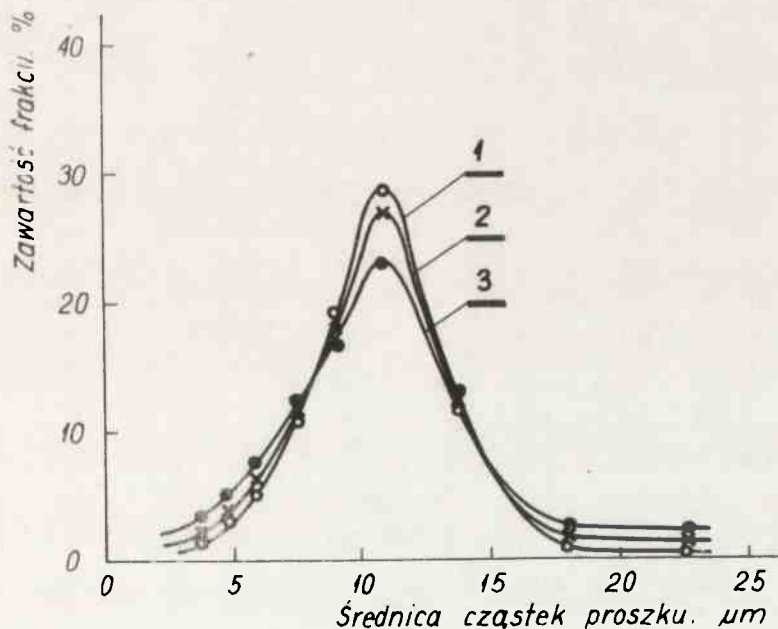
Rys. 5. Mikrofotografia proszku ze stopu PbSn63, pow. 1200X

Na rys. 6 przedstawiono wpływ średnicy strumienia metalu na ziarnistość otrzymywanego proszku. Temperatura ciekłego metalu wynosiła 513 K /240°C/, a gazu rozpylającego /azotu/ 573 K /300°C/. Ziarnistość proszków mierzono na urządzeniu Coulter Counter typ TA-II produkcji USA. Jak widać, w zakresie średnic strumienia od  $\phi$  0,9 mm do  $\phi$  1,3 mm, przy ciśnieniu gazu rozpylającego na wyjściu z butli 60 MPa /6 atm/, wielkość przeważającej frakcji proszku mieści się w granicach 10 do 13  $\mu$ m, a jej ilość zmniejsza się od 41 do 27% ze zwiększeniem średnicy strumienia metalu. Podobny wpływ zmian średnicy strumienia metalu na zmianę ilości przeważającej frakcji otrzymanych proszków przy rozpylaniu brązu przedstawili inni badacze /9/.

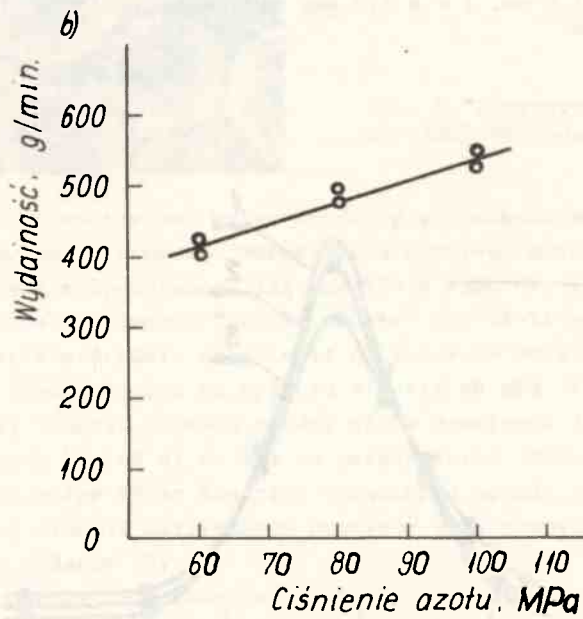
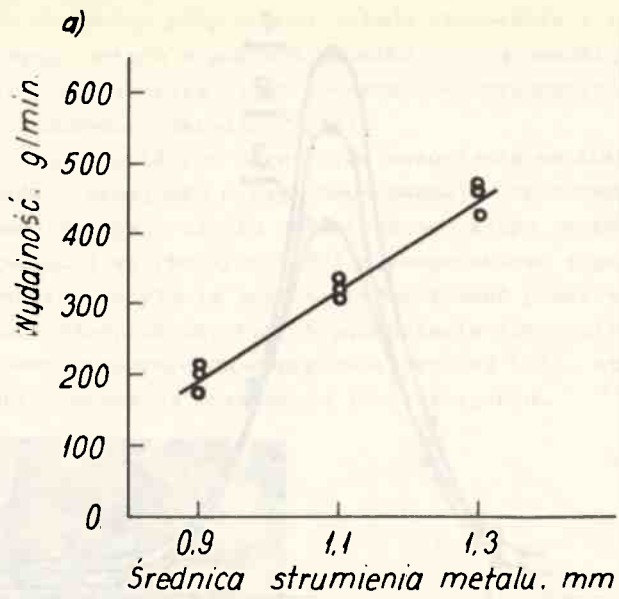
Wpływ ciśnienia gazu rozpylającego na ziarnistość proszku pokazano na rys. 7. Wynika z niego, że zwiększenie ciśnienia z 60 MPa /6 atm/ do 100 MPa /10 atm/ powoduje niewielkie zmniejszenie ilości przeważającej frakcji proszku. Tak mały wpływ ciśnienia gazu na ziarnistość proszku może być wytłumaczony zmiennością przepływu masowego metalu w zależność-



Rys. 6. Wpływ średnicy strumienia metalu na ziarnistość proszku: 1 -  $\phi$  0,9 mm, 2 -  $\phi$  1,1 mm, 3 -  $\phi$  1,3 mm; ciśnienie gazu rozpylającego /azotu/ 60 MPa /6 atm/



Rys. 7. Wpływ ciśnienia gazu rozpylającego /azotu/ na ziarnistość proszku: 1 - 60 MPa /6 atm/, 2 - 80 MPa /8 atm/, 3 - 100 MPa /10 atm/; średnica strumienia metalu  $\phi$  1,3 mm



Rys. 8. Wpływ średnicy strumienia metalu /a/ oraz ciśnienia gazu rozpylającego /b/ na wydajność dyszy rozpylającej



ci od zmiany ciśnienia rozpylania, w związku z eżekcyjnym działaniem dyszy. Podwyższenie ciśnienia gazu powoduje zwiększenie przepływu masowego metalu i to może być przyczyną zmniejszenia, a nie powiększenia ilości przeważającej frakcji proszku.

Wpływ średnicy strumienia metalu oraz ciśnienia gazu rozpylającego na wydajność dyszy rozpylającej przedstawia rys. 8a,b. Jak widać zwiększenie średnicy strumienia od  $\phi$  0,9 mm do  $\phi$  1,3 mm powoduje proporcjonalny wzrost wydajności dyszy /a/. Zwiększenie ciśnienia gazu rozpylającego powiększa również wydajność, lecz w mniejszym stopniu /b/.

Przeprowadzone pomiary zawartości tlenu w proszkach LC63 rozpylanych azotem, wykazały, że zawartość tlenu utrzymuje się na poziomie  $2 \times 10^{-2}$  % wag. Pomiary wykonano na urządzeniu EXHALOGRAPH EAO-202 firmy Balzers.

Przedstawione urządzenie laboratoryjne oraz wyniki badań przeprowadzonych przy jego pomocy posłużyły jako podstawa przy opracowaniu założeń i wykonaniu prototypowego urządzenia produkcyjnego do rozpylania spoiw miękkich ze stanu ciekłego przy pomocy sprężonego gazu.

#### LITERATURA

1. Dieriagin B.W., Lewi S.M.: "Fizyko-chimja naniesienia tonkich słojev na dwiżuszczujcja podłożku" - Akademia Nauk, Moskwa 1959.
2. Ławriszczew W.P.: "Wiedzenie w fotolitografii" - Energia, Moskwa 1977.
3. Blinkow W., Cendrowski S., Mrówczyński J., Klimczyk T., Niedek D.: "Badanie własności emulsji kazeinowej stosowanej w procesie wytwarzania masek cieniowych" - Sprawozdanie ITME, etap OT, nr 21/80691/79, 1979.
4. Bennett C.O., Myers J.E.: "Przenoszenie pędu, ciepła i masy", WNT - Warszawa 1967.
5. Bird R.B., Stewart W.E., Lightfoot E.N.: "Transport phenomena", J.Wiley, New York 1977.
6. Hobler T.: "Ruch ciepła i wymienniki", WNT - Warszawa 1967.
7. Wrona W.: "Matematyka", PWN - Warszawa 1967.
8. Smirnow W.J.: "Matematyka wyższa", PWN - Warszawa 1970.
9. Platt C.: "Problemy rachunku prawdopodobieństwa i statystyki matematycznej", PWN - Warszawa 1977.