

高纯超细球形银粉生产工艺与设备的开发研究

冯毅, 冯雪冰*, 陈时菊*

(华南理工大学工业装备与控制工程系, 广东 广州 510640)

摘要:介绍了电子元件用高纯超细球形银粉的工业生产工艺及其生产设备特点,探讨了影响银粉质量的各个因素。

关键词:超细银粉;生产工艺;电子元件

中图分类号: TB383 **文献标识码:** A

文章编号: 1008-5548(2002)05-0018-03

Study on Process and Equipment Applied to Producing Silver Powders Consisting of Fine Global Particles

FENG Yi, FENG Xue-bing, CHEN Shi-ju

(South China University of Technology, Guangzhou 510640, China)

Abstract: The process and equipment applied to producing silver powders in mass is introduced. It's discussed that what will influence on quality of the silver powder.

Key words: powder of silver; process of production; electronic elements

电子元件生产过程中,要用到银粉浆料,其中的银粉要具有专门的特征:高纯(银含量大于99.99%)、超细(平均粒度 $0.4\ \mu\text{m}$,96%的银粉粒径在 $0.2\sim 0.4\ \mu\text{m}$ 之间)、球形。过去,我国一般使用进口银粉。随着电子元件制造业在我国的壮大,在

国内生产这种银粉具有了必要性与经济可行性。广东省某电子股份有限公司于1997年在实验室用化学沉淀法研制成功了这种银粉,我校则为其进行生产放大并研制生产设备。

银粉的实验室生产工艺较多^[1~3],难就难在如何在批量生产上控制其纯度及形貌^[4],使其符合电子元件使用要求。我们研制的生产线,经多年边使用边改进,逐步完善,已能稳定生产出高纯超细球形银粉。

1 生产工艺及车间设备流程简介

高纯超细球形银粉生产线如图1所示,其中1~4为带有加热(或冷却)夹套、带有搅拌桨的反应釜,1、4~7用耐酸不锈钢制成,2与3为搪瓷反应釜。该生产线一次投料可生产150 kg银粉。

生产的主要工艺是:(1)添加剂在釜1中用50~95℃纯水溶解,待用;(2)硝酸与纯银在釜2中加热反应成硝酸银溶液;(3)用泵把釜2的硝酸银溶液输送到釜3并与氨水混合成一定浓度的、20~50℃的银铵络离子溶液;(4)用泵把釜1的添加剂溶液输送到釜4并与还原剂混合成一定浓度的还原剂溶液,并加入银晶种;(5)用泵把釜3的银铵络离子溶液以一定速率输送到釜4进行还原反应,在一定的搅拌速度、一定的釜内液体流动形态以及一定的温度(20~

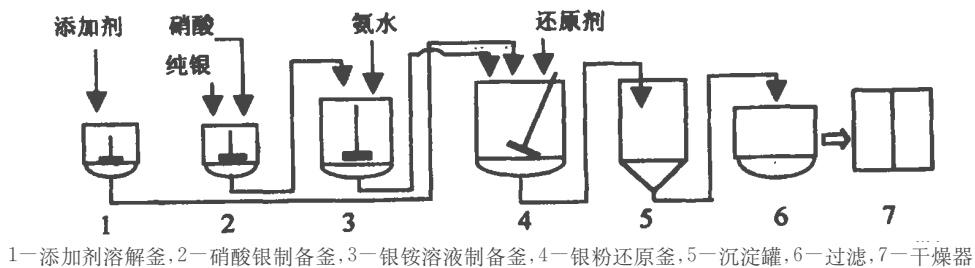


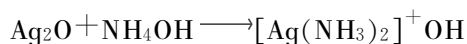
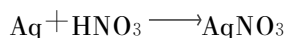
图1 生产设备流程图

收稿日期:2002-03-07

第一作者简介:冯毅(1963-),男,博士,副教授。

*现工作于广州市番禺石围自来水公司

40℃)下,得到符合要求的银粉悬浮液;(6)银粉悬浮液经沉淀、纯水反复洗涤、过滤以及干燥后得到高纯超细球形银粉。涉及的化学反应过程如下:



为保证得到高纯银粉,生产中所用的银块是纯银,所用的其它化学药品是化学纯(CP)级,所用的水是去离子水。

2 对银粉的纯度与形貌有重要影响的原料及工序

2.1 还原剂及还原反应速率

还原剂对银粉的粒度、纯度都有重大影响。首先,要求还原剂的酸度不能太大,否则其对刚生成的银粉有腐蚀作用,得不到纯银粉。其次,在釜4中的还原反应速率要控制在一定的范围内。因为还原反应是放热反应,釜4很大(2 m³以上),如果反应太快,热量来不及传给水冷夹套,会使釜内反应液温度升高,从而影响到银粉的粒度大小与粒径分布;同时反应太快会导致结晶速度加快,银粉内的晶体间会夹杂有微量的非银成分如添加剂等。因此还原反应太快会导致无法保证银粉的粒度、粒径分布与纯度达到要求。

由于以上原因,所以我们选择的还原剂是微酸性的,pH>2,还原结束后为中性;我们控制反应速度的方法是:控制还原剂浓度、控制银铵络离子溶液加入速度、控制反应温度、控制搅拌速度以及加入添加剂等。

2.2 添加剂

在生产工艺中加入添加剂的目的是控制银粉的粒度、粒径分布、形状以及防止银粉粘连团聚。我们选用的添加剂是水溶高分子化合的,其溶于水后是粘稠中性液体,不参加化学反应。因此,在还原釜4中,反应液是具有一定粘稠度的,这样可保证还原出来的银原子基本按照我们的要求结晶长大,又可防止生成的银粉粘连。

2.3 还原反应温度

我们采用低温还原法,要把温度控制在40℃以下。因为还原反应是放热的,所以我们要用冷冻水在夹套内冷却。我们发现温度对银粉的粒度与粒径

分布有很大的影响,所以控制还原反应温度在设定值的±0.2℃以内。

2.4 银粉的清洗

反应得到的银粉必须在沉淀罐及过滤机内反复用去离子水清洗,才能得到高纯银粉。

3 影响银粉的粒度、粒径分布及形貌的设备

3.1 还原釜

对还原釜4的要求极高,生产成功的关键就在于还原釜。对还原釜的要求是:(1)容积2 m³以上;(2)内表面(包括搅拌桨)要求具有不粘性质,以防止发生银镜反应;(3)传热要迅速,釜内液体温度要均匀,温度波动不能超过±0.2℃;(4)釜内液体要具有一定的流动形态,以保证釜内液体有适当的传热传质速度,形成符合粒度和形貌要求的银粉。

为了确保一次设计与制造成功,我们用计算机对釜内液体的运动及热量质量传递进行了模拟计算及相似放大,力争使釜内的传热传质速率与实验室工艺一致。在制造工艺上,我们采取了如下措施:对与物料接触的表面进行了特殊处理,使其不会引起银镜反应;搅拌轴倾斜放置,且倾斜角度可调;搅拌桨转速在20~130 r/min内连续可调。有了这些措施,可确保釜内液体在生产时能形成所要求的流动形态。这些流动形态很难用某一数字表达,只能在试产时逐步掌握搅拌轴的最佳倾斜角度以及搅拌桨的最佳转速。

3.2 干燥器

对银粉的干燥是最后一道工序,但如果掌握不好,会使银粉结团或严重氧化。我们采用的是低温真空干燥器,这种干燥器干燥温度小于45℃,干燥速度快,避免被干燥物料发生氧化。实践证明,银粉没有结团现象。

4 银粉产品质量

经过一段时间的试生产,我们已经掌握了设备的最佳运行参数,车间工人也能熟练操作生产设备。正式投产2年多来,设备运行基本正常,产品质量也很稳定,厂家一直用自产的银粉生产供出口的电子元件。厂家提供给我们的质检结果如表1与图2所示。

表 1 生产的银粉规格

检测指标	结果
银粉纯度/%	>99.99
铁含量×10 ⁻⁶	<50
形状	球形或鸡蛋形
平均粒径/ μm	0.4

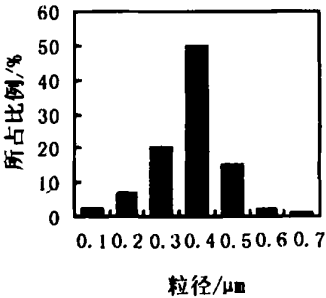


图 2 银粉粒径分布图

5 结 论

综上所述,批量生产高纯超细球形银粉需要工艺与设备密切配合,实践表明,目前我们使用的工艺与设备在生产中是可行的,生产的银粉可替代进口,可供电子元件生产时使用。

[参考文献]

[1] 李 娟,封克光,杨长印·电子浆料所用银粉新方法的研制[J].现代电子技术,1999,(8):29—31.
[2] 徐华蕊,李凤生·沉淀法制取纳米级粒子的研究——化学原理及影响因素[J].化工进展,1996,(5):29—31.
[3] 宋建恒,郑学军·双氧水还原制备超细银粉[J].中国有色金属学报,1998,(2):242—243.
[4] 李启厚,肖松文,刘志宏·湿法化学制粉中的粉末结构形貌控制研究进展[J].中国粉体技术,1999,5(2):21—24.

欢迎订阅 2003 年

《农药快讯》(半月刊)和《现代农药》(双月刊)

《农药快讯》是我国创刊最早的农药专业信息类刊物。自 1985 年创刊以来,经过 18 年的辛勤耕耘,目前已发展成为在国内农化行业享有较高声誉、深受广大读者好评、发行量和覆盖面以及影响力很大的专业刊物。《农药快讯》以其丰富的内容、敏锐的感受力,及时、准确、全面地报道国内外农药、化肥、农膜、农药原料中间体等方面的诸多信息,为中国农药企事业单位的繁荣昌盛、为中国农药更多地走出国门参与国际竞争、为促进中国农药产品结构的调整助一臂之力。《农药快讯》的读者主要来源于农资系统、植保系统、科研院所、工厂企业、农技推广部门等,并有越来越多的个体经营者和种植者订阅。其栏目有:政策法规、农药管理、科研成果、工厂信息、会议报道、综合信息、化工文摘、农药讲座、专家论坛、开发动态、卫生用药、新农药介绍、原料中间体、农药剂型、网上资源、植保信息、药效试验、农资信息、化肥农膜、农药包装、小知识、小资料、农药残留、国外信息、会讯、供求信息(全年免费为订户发布)等。

《现代农药》是国内外公开发行的农药专业科技类刊物。以促进技术交流为宗旨,集中展示农药研究发展水平,随时关注现代世界农药发展动态和热点,主要栏目有:专论与综述、研究与开发、创制与生测、分析与残留、加工与助剂、工艺与设备、农药与环境、生物农药与生物技术、原料与中间体、新品种新技术、毒理研究、农药应用、药效试验、专题讲座、国外信息等。

《农药快讯》全年 24 期,定价 200 元/年(含邮费),8.50 元/期。《现代农药》全年 6 期,定价 36.00 元/年(含邮费)。

需订阅者请按下列地址汇款:

信汇帐号:工商银行南京上新河分理处 4301014109001033783 江苏省农药研究所
邮汇地址:南京市螺丝桥 80 号 江苏省农药研究所编辑部 联系电话:025—6615744 6519715
传 真:025—6619137 邮编:210036
Email:nyxxz@263.net 联系人:顾群 柏亚罗