



등록특허 10-2109667



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2020년05월12일
(11) 등록번호 10-2109667
(24) 등록일자 2020년05월06일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)
B23K 35/36 (2006.01) *B23K 35/26* (2006.01)
C22C 13/00 (2006.01) *H05K 3/34* (2006.01)
- (52) CPC특허분류
B23K 35/3612 (2013.01)
B23K 35/26 (2013.01)
- (21) 출원번호 10-2019-7033671
- (22) 출원일자(국제) 2018년04월12일
심사청구일자 2019년11월14일
- (85) 번역문제출일자 2019년11월14일
- (65) 공개번호 10-2020-0002914
- (43) 공개일자 2020년01월08일
- (86) 국제출원번호 PCT/JP2018/015366
- (87) 국제공개번호 WO 2018/193960
국제공개일자 2018년10월25일
- (30) 우선권주장
JP-P-2017-081369 2017년04월17일 일본(JP)
- (56) 선행기술조사문현
JP04371391 A
JP2007069260 A
US04745037 A

- (73) 특허권자
센주진조쿠고교 가부시키가이샤
일본국 도쿄도 아다치구 센주하시도초 23반치
- (72) 발명자
노나카 도모코
일본국 도쿄도 아다치구 센주 하시도초 23반치,
센주진조쿠고교 가부시키가이샤 내
나가이 도모코
일본국 도쿄도 아다치구 센주 하시도초 23반치,
센주진조쿠고교 가부시키가이샤 내
- (74) 대리인
특허법인(유)화우

전체 청구항 수 : 총 4 항

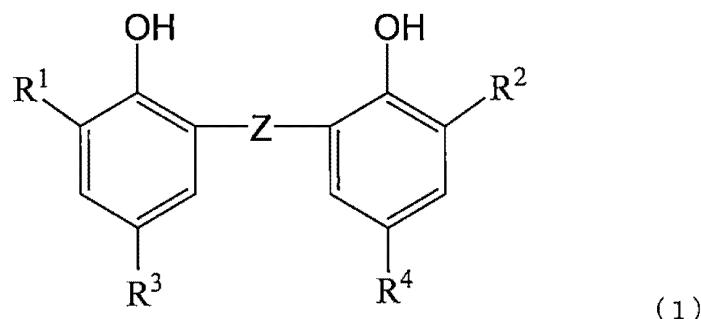
심사관 : 허준

(54) 발명의 명칭 **플렉스 조성물, 솔더 페이스트 조성물, 및 납땜 이음****(57) 요 약**

플렉스의 비산이 억제된 플렉스 조성물 및 솔더 페이스트 조성물을 제공하는 것을 목적으로 한다.

하기 식 (1)로 나타나는 비산 방지제를 포함하는 플렉스 조성물.

[화학식 1]



(식 중,

Z는, 치환되어도 되는 알킬렌이며,

R¹ 및 R²는, 각각 독립적으로, 치환되어도 되는, 알킬, 아랄킬, 아릴, 헤테로아릴, 시클로알킬 또는 헤테로시클로 알킬이며,R³ 및 R⁴는, 각각 독립적으로, 치환되어도 되는 알킬이다)

(52) CPC특허분류

C22C 13/00 (2013.01)

H05K 3/3489 (2013.01)

명세서

청구범위

청구항 1

비산 방지제로서 2,2'-메틸렌비스[6-(1-메틸시클로헥실)-p-크레졸]을 포함하는 플렉스 조성물.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

상기 비산 방지제의 중량 비율이 0.5~10중량%인, 플렉스 조성물.

청구항 3

제 1 항에 있어서,

로진, 활성제, 틱소트로픽제, 및 용제를 추가로 포함하는, 플렉스 조성물.

청구항 4

제 1 항 내지 제 3 항 중 어느 한 항에 기재된 플렉스 조성물과, 납땜 분말을 포함하는 솔더 페이스트 조성물.

청구항 5

삭제

청구항 6

삭제

청구항 7

삭제

발명의 설명

기술 분야

[0001]

본 발명은, 플렉스 조성물, 솔더 페이스트 조성물, 및 납땜 이음에 관한 것이다.

배경기술

[0002]

전자기기의 기판으로의 전자 부품의 접합·조립은, 솔더 페이스트 조성물을 사용한 납땜이 비용면 및 신뢰성의 면에서 가장 유리하며, 가장 일반적으로 행해지고 있다. 솔더 페이스트 조성물은, 납땜 분말과, 로진, 활성제, 틱소트로픽제, 용제 등의 납땜 분말 이외의 성분인 플렉스 조성물을 혼련하여 페이스트상(狀)으로 한 혼합물이다.

[0003]

솔더 페이스트 조성물을 기판에 도포할 때에 기판상에서 플렉스가 비산되면 주변의 전자 부품으로의 오염으로 이어지기 때문에, 플렉스의 비산을 억제하는 것이 요구된다.

[0004]

또한, 솔더 페이스트 조성물의 기판으로의 도포는, 예를 들면, 메탈 마스크를 이용한 스크린 인쇄에 의해 행해진다. 이 때문에, 솔더 페이스트 조성물의 인쇄성을 확보하기 위해, 솔더 페이스트 조성물의 점도는 적당할 필요가 있다. 그러나, 솔더 페이스트 조성물에 따라서는, 보존 안정성이 뒤떨어져, 경시(經時)에 의해 솔더 페이스트 조성물의 점도가 상승해버리는 경우가 있었다.

[0005]

종래의 솔더 페이스트 조성물로서는, 예를 들면, 무연계(無鉛系) 땜납 분말, 로진계 수지, 활성제, 용제 및 분자량이 적어도 500인 헌더드페놀계 화합물로 이루어지는 산화방지제를 함유하는 솔더 페이스트 조성물이 제안되고 있다(특허 문현 1).

[0006]

그러나, 특히 문현 1에 기재된 솔더 페이스트 조성물을 출원인이 검토한 바, 플렉스의 비산이 발생해버리는 것

이 판명되었다.

이상과 같이, 플렉스의 비산이 역제된 플렉스 조성물 및 솔더 페이스트 조성물이 요망되고 있다.

선행기술문현

특허문현

(특허문헌 0001) 일본국특허 제4447798호

발명의 내용

해결하려는 과제

본 발명은, 플렉스의 비산이 억제된 솔더 페이스트 조성물 및 이에 포함되는 플렉스 조성물을 제공하는 것을 목적으로 한다.

또한, 본 발명은, 플렉스의 비산의 억제에 더해, 경시에 의한 점도 상승이 억제된 솔더 페이스트 조성물 및 이를 포함하는 플렉스 조성물을 제공하는 것도 목적으로 한다.

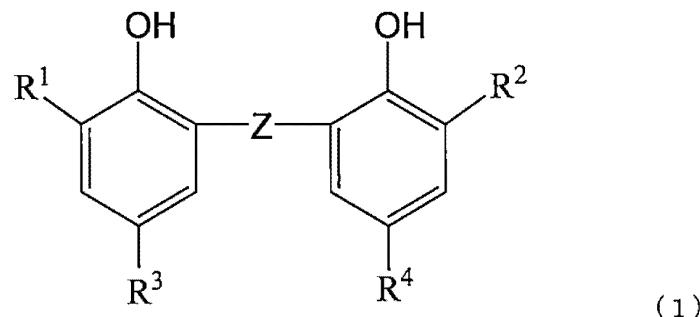
과제의 해결 수단

본 발명자들은, 상기 과제를 해결하기 위해 예의 연구한 결과, 특정의 비산 방지제를 포함하는 플렉스 조성물 및 솔더 페이스트 조성물이, 솔더 페이스트 조성물의 사용 시의 플렉스의 비산이나 경시에 의한 점도 상승을 억제할 수 있는 것을 발견하여, 본 발명을 완성시키기에 이르렀다. 본 발명의 구체적 양태는 이하와 같다.

[1]

하기 식 (1)로 나타나는 비산 방지제를 포함하는 플러스 조성물.

화학식 1



(시주)

7는 치환되어도 되는 앤티레임

R^1 및 R^2 는, 각각 독립적으로, 치환되어도 되는, 알킬, 아랄킬, 아릴, 헤테로아릴, 시클로알킬 또는 헤�테로시클로알킬이며

P^3 및 P^4 는 각각 드래곤으로 치환되므로 아카이드되는 아카이드

〔8〕

7장. C++의 완전한 예제

P^1 및 P^2 가 같거나 동일한 유클리드 차원 C_1, C_2 와 키 또는 와 키 시그니처 와 키이며

- [0022] R^3 및 R^4 가, 각각 독립적으로, $C_1 \sim C_6$ 알킬인, [1]에 기재된 플렉스 조성물.
- [0023] [3]
- [0024] 상기 비산 방지제가 2,2'-메틸렌비스[6-(1-메틸시클로헥실)-p-크레졸]인, [1] 또는 [2]에 기재된 플렉스 조성물.
- [0025] [4]
- [0026] 상기 비산 방지제의 중량 비율이 0.5~10중량%인, [1]~[3] 중 어느 하나에 기재된 플렉스 조성물.
- [0027] [5]
- [0028] 로진, 활성제, 턱소트로픽제, 및 용제를 추가로 포함하는, [1]~[4] 중 어느 하나에 기재된 플렉스 조성물.
- [0029] [6]
- [0030] [1]~[5] 중 어느 하나에 기재된 플렉스 조성물과, 납땜 분말을 포함하는 솔더 페이스트 조성물.
- [0031] [7]
- [0032] [6]에 기재된 솔더 페이스트 조성물에 의해 형성된 납땜 이음.

발명의 효과

- [0033] 본 발명의 플렉스 조성물 및 솔더 페이스트 조성물은, 플렉스의 비산을 억제할 수 있다.
- [0034] 또한, 본 발명의 플렉스 조성물 및 솔더 페이스트 조성물은, 플렉스의 비산을 억제할 수 있고, 또한, 경시에 의한 점도 상승을 억제할 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0035] 도 1은 비산의 평가 시험에 있어서의 리플로우 프로파일의 모식도를 나타내는 그래프이다.
- 도 2는 납땜성의 평가 시험에 있어서의 리플로우 프로파일의 모식도를 나타내는 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0036] 이하, 본 발명의 플렉스 조성물 및 솔더 페이스트 조성물에 대하여, 설명한다.
- [0037] 본 발명에 있어서의 「플렉스 조성물」 또는 「플렉스」란, 솔더 페이스트 조성물에 있어서의 땜납 분말 이외의 성분 전체를 말한다. 본 발명의 솔더 페이스트 조성물에 있어서, 납땜 분말과 플렉스 조성물과의 중량비(땀납 분말:플렉스 조성물)는, 80:20~90:10이 바람직하고, 85:15~90:10이 보다 바람직하다.
- [0038] 본 발명의 플렉스 조성물은, 상기 식 (1)로 나타나는 비산 방지제를 포함한다.
- [0039] 식 (1)로 나타나는 비산 방지제에 있어서, Z는, 치환되어도 되는 알킬렌이며, 바람직하게는 $C_1 \sim C_6$ 알킬렌이고, 보다 바람직하게는 $C_1 \sim C_3$ 알킬렌이며, 가장 바람직하게는 메틸렌이다. R^1 및 R^2 는, 각각 독립적으로, 치환되어도 되는, 알킬, 아랄킬, 아릴, 헤테로아릴, 시클로알킬 또는 헤테로시클로알킬이며, 바람직하게는 $C_1 \sim C_6$ 알킬 또는 알킬시클로알킬이고, 보다 바람직하게는 tert-부틸 또는 1-메틸시클로헥실이며, 가장 바람직하게는 1-메틸시클로헥실이다. R^3 및 R^4 는, 각각 독립적으로, $C_1 \sim C_6$ 알킬이며, 바람직하게는 $C_1 \sim C_3$ 알킬이고, 보다 바람직하게는 에틸 또는 메틸이며, 가장 바람직하게는, 메틸이다. 식 (1)로 나타나는 비산 방지제로서는, 예를 들면, 2,2'-메틸렌비스(4-메틸-6-tert-부틸페놀), 2,2'-메틸렌비스(4-에틸-6-tert-부틸페놀), 2,2'-메틸렌비스[6-(1-메틸시클로헥실)-p-크레졸]을 사용할 수 있고, 특히, 플렉스의 비산을 억제하는 점에서 2,2'-메틸렌비스[6-(1-메틸시클로헥실)-p-크레졸]을 사용하는 것이 바람직하다. 본 발명에 있어서의 플렉스 조성물에 대한 상기 식 (1)로 나타나는 비산 방지제의 중량 비율은, 0.5~10중량%가 바람직하고, 1~6중량%가 보다 바람직하다.
- [0040] 본 발명의 솔더 페이스트 조성물은, 납땜 분말을 포함한다.
- [0041] 본 발명에 있어서의 땜납 분말의 합금 조성으로서는, Sn-Ag계 합금, Sn-Cu계 합금, Sn-Ag-Cu계 합금, Sn-In계

합금, Sn-Bi 계 합금, Sn-Sb 계 합금, 및 이들 합금에 Ag, Cu, Ni, Co, P, Ge, Sb, In, Bi, Zn 등을 첨가한 합금을 이용할 수도 있다.

- [0042] 본 발명의 솔더 페이스트 조성물은, 납땜 분말, 및 식 (1)로 나타나는 비산 방지제에 더해, 로진, 활성제, 틱소트로픽제, 및 용제를 추가로 포함할 수 있다.
- [0043] 로진으로서는, 수첨(水添) 로진, 산 변성 로진, 중합 로진, 로진에스테르 등을 사용할 수 있다. 본 발명에 있어서의 플러스 조성물에 대한 로진의 중량 비율은, 10~70중량%가 바람직하고, 30~60중량%가 보다 바람직하다.
- [0044] 활성제로서는, 유기산, 아민 할로겐화 수소산염, 유기 할로겐 화합물을 들 수 있다. 이들 활성제는 수용성 또는 알코올 가용성인 것이 바람직하다. 활성제의 구체예를 예시하면, 다음과 같다. 유기산으로서는, 스테아린산, 숙신산, 글루타르산, 아디프산, 아젤라산, 세마스산, 다이머산 등을 들 수 있다. 아민 할로겐화 수소산염의 아민 화합물로서는, 에틸아민, 디에틸아민, 디부틸아민, 트리부틸아민, 이소프로필아민, 디페닐구아니딘, 시클로헥실아민, 아닐린 등을 들 수 있고, 할로겐화 수소산으로서는, 염산, 브로민화 수소산, 요오드화 수소산을 들 수 있다. 유기 할로겐 화합물로서는, 1-브로모-2-부탄올, 1-브로모-2-프로판올, 3-브로모-1-프로판올, 3-브로모-1,2-프로판디올, 1,4-디브로모-2-부탄올, 1,3-디브로모-2-프로판올, 2,3-디브로모-1-프로판올, 2,3-디브로모-1,4-부탄디올, 2,3-디브로모-2-부텐-1,4 디올 등을 들 수 있다. 본 발명에 있어서의 플러스 조성물에 대한 활성제의 중량 비율은, 0.1~50중량%가 바람직하고, 1~40중량%가 보다 바람직하며, 5~30중량%가 가장 바람직하다.
- [0045] 틱소트로픽제로서는, 고급 지방산 아마이드, 고급 지방산 에스테르, 피마자 경화유 등을 사용할 수 있다. 본 발명에 있어서의 플러스 조성물에 대한 틱소트로픽제의 중량 비율은, 1~15중량%가 바람직하다.
- [0046] 용제로서는, 일반적으로 알려져 있는 글리콜에테르계의 화합물로부터 선택된다. 용제의 구체예를 예시하면, 디에틸렌글리콜모노부틸에테르, 디에틸렌글리콜디부틸에테르, 디에틸렌글리콜모노헥실에테르, 디에틸렌글리콜모노-2-에틸헥실에테르, 에틸렌글리콜모노페닐에테르, 디에틸렌글리콜모노페닐에테르, 디프로필렌글리콜모노부틸에테르, 트리프로필렌글리콜모노부틸에테르 등을 들 수 있다. 본 발명에 있어서의 플러스 조성물에 대한 용제의 중량 비율은, 10~50중량%가 바람직하고, 20~40중량%가 보다 바람직하다.
- [0047] 본 발명에 있어서는, 상기 식 (1)로 나타나는 비산 방지제를 포함하며, 로진, 활성제, 틱소트로픽제, 및 용제를 포함하는 플러스 조성물을 조제하고, 이 플러스 조성물과 납땜 분말을 혼련함으로써 솔더 페이스트 조성물을 제조한다.
- [0048] 이와 같이 하여 조제된 본 발명에 있어서의 솔더 페이스트 조성물은, 전자기기에 있어서의 미세 구조의 회로 기판에, 예를 들면, 메탈 마스크를 이용한 인쇄법에 의해, 디스펜서를 이용한 토출법에 의해, 또는 전사 펀에 의한 전사법에 의해, 납땜부에 도포시켜, 리플로우를 행할 수 있다.
- [0049] 본 발명에 있어서 납땜 온도(리플로우 온도)는, 납땜 분말의 용점보다 20~30°C 높은 온도로 설정된다.
- [0050] 본 발명에 있어서는, 상기 솔더 페이스트 조성물을 이용함으로써, 납땜 이음을 형성할 수 있다.
- [0051] 이하, 본 발명에 대하여 실시예에 보다 구체적으로 설명하지만, 본 발명은 실시예에 기재된 내용에 한정되는 것은 아니다.
- [0052] 실시예
- [0053] 이하의 표 1에 나타내는 조성으로 실시예 1~4와 비교예 1~4의 플러스 조성물을 조합했다. 실시예 1~4 및 비교예 1~4의 플러스 조성물 11중량%와 납땜 합금의 분말 89중량%를 혼합하여, 솔더 페이스트 조성물을 얻었다. 납땜 합금의 조성은 Sn-3Ag-0.5Cu(각 수치는 중량%)를 이용했다. 또한, 표 1 중의 각 성분의 수치는, 플러스 조성물에 대한 각 성분의 중량%이다.

표 1

	실시예 1	실시예 2	실시예 3	실시예 4	비교예 1	비교예 2	비교예 3	비교예 4
산 벤성 로진	45	45	45	43.5	45	38.5	45	45
세바스산	7	7	7	7	7	7	7	7
2, 3-디브로모-2-부텐-1, 4-디올	2	2	2	2	2	2	2	2
2, 2'-메틸렌비스 [6-(1-메틸시클로헥실)-p-크레졸]	0.5	3.5	6	10	0.3	15		
트리에틸렌글리콜-비스 [3-(3-t-부틸-5-메틸-4-하드록시시페닐)프로피오네이트]							3.5	
경화 피마자유	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5
용재	38	35	32.5	30	38.2	30	35	38.5
합계	100	100	100	100	100	100	100	100

[0054]

(평가)

[0056] 실시예 1~4 및 비교예 1~4의 솔더 페이스트 조성물을 이용하여, 이하와 같이, (1) 플럭스의 비산의 평가, (2) 점도 변화의 평가, 및 (3) 납땜성의 평가를 행했다. 평가 결과를 이하의 표 3에 나타낸다.

[0057]

(1) 플럭스의 비산의 평가

[0058]

동장(銅張) 적층판(크기: 105mm×105mm, 두께: 1.0mm) 상에, 메탈 마스크(마스크 두께: 0.1mm, 인쇄 패턴: 6.5 mm²가 1개)를 이용하여, 실시예 1~4 및 비교예 1~4의 솔더 페이스트 조성물 각각을 인쇄하고, 그 후, 도 1에 나타나 있는 바와 같은 비산이 발생하기 쉬운 프로파일(승온 속도: 1.3°C/초, 퍼크 온도: 250°C)로 리플로우를 행하여, 시험 기판을 제작했다. 시험 기판을 관찰하여, 시험 기판 전체에 있어서의 플럭스의 비산의 발생수를 측정했다. 실시예 1~4 및 비교예 1~4의 솔더 페이스트 조성물 각각에 대해, 3회 시험을 행하여, 플럭스의 비산의 발생수의 평균값을 산출했다. 그리고, 이하의 표 2의 기준에 비추어 플럭스의 비산의 평가로 했다.

표 2

플럭스의 비산의 발생수가 10개 미만: ○

플럭스의 비산의 발생수가 10개 이상: ×

[0059]

(2) 점도 변화의 평가

[0060]

솔더 페이스트의 연속 점도 측정에 대하여

[0061]

(a) 측정 방법

[0062]

측정에 이용한 점도계는 주식회사말콤제(製), PCU-205이다. 시험 조건은 회전수: 10rpm, 측정 온도: 25°C에서 점도를 8시간 계속해서 측정한다.

[0063]

(b) 관정 기준

[0064]

8시간 후의 점도가, 초기 점도의 +20% 이내의 값이면 증점 억제 효과가 있고(○), 초기 점도의 +20%를 초과한 값이면 증점 억제 효과가 없다(×)라고 했다.

[0065]

(3) 납땜성의 평가

[0066]

기판에 개구 직경 280μm, 개구수 64개, 마스크 두께 0.1mm의 메탈 마스크를 이용하여 솔더 페이스트 조성물을 인쇄하고, 도 2에 나타내는 바와 같은 리플로우 프로파일(프리히트 온도: 180°C에서 120초, 퍼크 온도: 235°C, 220°C 이상의 용융 시간: 40초)을 이용하여 대기 리플로우를 하고, 납땜 합금의 분말을 용융시켰다. 납땜성의 평가에 대하여, 인쇄한 64점 전부가 용융된 것을 합격(○)이라고 하고, 인쇄한 64점 중 1점이라도 용융되어 있지 않은 것을 불합격(×)이라고 했다.

표 3

	실시예 1	실시예 2	실시예 3	실시예 4	비교예 1	비교예 2	비교예 3	비교예 4
비산	○	○	○	○	×	○	×	×
증점 억제	○	○	○	○	×	○	○	×
납땜성	○	○	○	○	○	×	○	○

[0068]

[0069] 상기 표 3의 결과로부터, 식 (1)로 나타나는 비산 방지제($2,2'$ -메틸렌비스[6-(1-메틸시클로헥실)-p-크레졸])을 이용한 실시예 1~4에 있어서는, 플렉스의 비산, 점도 변화 및 납땜성 중 어느 평가에 있어서도 양호한 결과가 되었다. 실시예 1~4의 솔더 페이스트 조성물은, 리플로우 중의 가열 시에 기판 상에서 플렉스가 비산되기 어렵기 때문에, 실장 시에 주변에 있는 전자 부품에 플렉스를 부착시키기 어려운 것을 알 수 있었다. 또한, 실시예 1~4의 솔더 페이스트 조성물은, 보존 안정성이 우수하며 경시에 의해 점도가 상승되기 어려워 증점 억제 효과가 인정되었다.

[0070]

[0070] 한편, 실시예 1~4의 비산 방지제를 이용하지 않고 산화방지제(트리에틸렌글리콜-비스 [3-(3-t-부틸-5-메틸-4-하드록시페닐)프로피오네이트])를 이용한 비교예 3에 있어서는, 점도 변화 및 납땜성은 양호했지만, 플렉스의 비산이 많았다.

[0071]

[0071] 또한, 실시예 1~4의 비산 방지제, 및 산화방지제 모두 이용하지 않은 비교예 4에 있어서는, 납땜성은 양호하기는 하지만, 플렉스의 비산이 많고, 또한 점도 변화가 커 증점 억제 효과가 인정되지 않았다.

[0072]

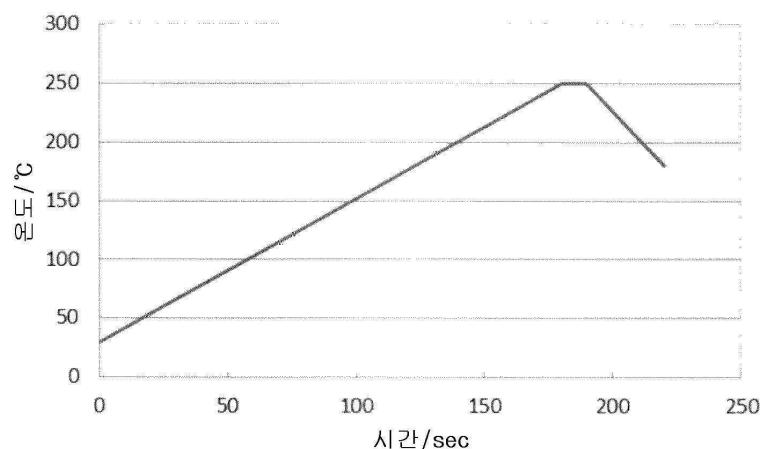
[0072] 또한, 비산 방지제를 플렉스 조성물에 대하여 0.5중량% 미만의 중량 비율로 이용한 비교예 1에 있어서는, 납땜성의 평가는 양호하기는 했지만, 플렉스의 비산이 많고, 또한 점도 변화가 커 증점 억제 효과가 인정되지 않았다.

[0073]

[0073] 추가해, 비산 방지제를 플렉스 조성물에 대하여 10중량%를 초과하는 중량 비율로 이용한 비교예 2에 있어서는, 플렉스의 비산 및 점도 변화의 평가는 양호하기는 하지만, 납땜성의 평가가 뒤떨어지는 것이었다.

도면

도면1



도면2

