DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK

PATENTSCHRIFT

(12) Wirtschaftspatent

(19) DD (11) 221 402 A1

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

4(51) B 23 K 35/362

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP B 23 K / 260 214 7 (22) 21.02.84 (44) 24.04.85

(71) VEB Uhrenwerke Ruhla, 5906 Ruhla, Bahnhofstraße 27, DD
(72) John, Wolfgang, Dr. Dipl.-Chem.; Koch, Dieter, DD

(54) Verfahren zur Herstellung eines Flußmittels zum Löten oder Verzinnen

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines Flußmittels zum Löten oder Verzinnen, insbesondere zur Anwendung in der elektronischen Industrie. Ziel der Erfindung ist es, ein Flußmittel herzustellen, das den unterschiedlichen Bedingungen der verschiedenen Lötaufgaben gerecht wird. Aufgabe der Erfindung ist, ein Verfahren zur Herstellung eines Flußmittels, welches eine überlegene Flußmittelwirkung aufweist, nicht korrodierend wirkt und das in Form einer Flüssigkeit oder als Paste vorliegt, zu entwickeln. Erfindungsgemäß wird als Aktivator ein Trialkanolammoniumsalz einer gesättigten aliphatischen Dicarbonsäure in kristalliner Form in einer Konzentration zwischen 0,5 und 40 Gew.-% vorzugsweise 2–20 Gew.-% mit dem Träger unter Rühren vermischt. Als Trialkanolammoniumsalz wird vorzugsweise Mono-(triäthanolammonium)adipat und/oder Di-(triäthanolammonium) adipat verwendet. Die Herstellung des Flußmittels kann dabei durch Lösen des kristallinen Aktivators in einem geeigneten organischen Lösungsmittel oder durch Dispergierung des Aktivators in einer beliebigen Trägerflüssigkeit erfolgen.

ISSN 0433-6461

3 Seiten

DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK

PATENTSCHRIFT

(12) Wirtschaftspatent

(19) DD (11) 221 402 A1

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

4(51) B 23 K 35/362

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP B 23 K / 260 214 7 (22) 21.02.84 (44) 24.04.85

(71) VEB Uhrenwerke Ruhla, 5906 Ruhla, Bahnhofstraße 27, DD
(72) John, Wolfgang, Dr. Dipl.-Chem.; Koch, Dieter, DD

(54) Verfahren zur Herstellung eines Flußmittels zum Löten oder Verzinnen

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines Flußmittels zum Löten oder Verzinnen, insbesondere zur Anwendung in der elektronischen Industrie. Ziel der Erfindung ist es, ein Flußmittel herzustellen, das den unterschiedlichen Bedingungen der verschiedenen Lötaufgaben gerecht wird. Aufgabe der Erfindung ist, ein Verfahren zur Herstellung eines Flußmittels, welches eine überlegene Flußmittelwirkung aufweist, nicht korrodierend wirkt und das in Form einer Flüssigkeit oder als Paste vorliegt, zu entwickeln. Erfindungsgemäß wird als Aktivator ein Trialkanolammoniumsalz einer gesättigten aliphatischen Dicarbonsäure in kristalliner Form in einer Konzentration zwischen 0,5 und 40 Gew.-% vorzugsweise 2–20 Gew.-% mit dem Träger unter Rühren vermischt. Als Trialkanolammoniumsalz wird vorzugsweise Mono-(triäthanolammonium)adipat und/oder Di-(triäthanolammonium) adipat verwendet. Die Herstellung des Flußmittels kann dabei durch Lösen des kristallinen Aktivators in einem geeigneten organischen Lösungsmittel oder durch Dispergierung des Aktivators in einer beliebigen Trägerflüssigkeit erfolgen.

ISSN 0433-6461

3 Seiten

Zur PS Nr. 221 402
ist eine Zweitschrift erschienen.
(Teilweise bestätigt gem. § 18 Abs. 1 d. Änd.Ges.z.Pat.Ges.)

Erfindungsansprüche:

1. Verfahren zur Herstellung eines Flußmittels zum Löten oder Verzinnen, insbesondere zur Anwendung in der elektronischen Industrie, bei dem ein Einbringen eines aktivierenden Mittels in einen geeigneten Träger erfolgt, **gekennzeichnet dadurch,** daß als Aktivator ein Trialkanolammoniumsalz einer gesättigten aliphatischen Dicarbonsäure in kristalliner Form in einer Konzentration zwischen 0,5 und 40 Gew.-% mit dem Träger unter Rühren vermischt wird.
2. Verfahren nach Punkt 1, **gekennzeichnet dadurch,** daß als Trialkanolammoniumsalz vorzugsweise Mono-(triäthanolammonium)adipat verwendet wird.
3. Verfahren nach Punkt 1, **gekennzeichnet dadurch,** daß als Trialkanolammoniumsalz vorzugsweise Di-(triäthanolammonium) adipat verwendet wird.
4. Verfahren nach Punkt 1–3, **gekennzeichnet dadurch,** daß das Trialkanolammoniumsalz in einer Konzentration von vorzugsweise 2–20 Gew.-% in den Träger eingebracht wird.
5. Verfahren nach Punkt 1–4, **gekennzeichnet dadurch,** daß das Trialkanolammoniumsalz in einer Trägerflüssigkeit, wie bspw. Ester, Terpenalkohole, aromatische Kohlenwasserstoffe usw. dispergiert wird.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines Flußmittels zum Löten oder Verzinnen, insbesondere zur Anwendung in der elektronischen Industrie.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

In der DE-AS 21 14927 sind Lötflußmittel, die zum Löten mittels Lötzinn benötigt werden, beschrieben. Erfindungsgemäß wird Adipinsäure mit einem stöchiometrischen Überschuß an hochsiedenden Alkoholen in einem organischen Lösungsmittel gelöst. Das Lötflußmittel ist also eine Lösung von Carboxylgruppen enthaltenden Verbindungen in organischen Lösungsmitteln und enthält 0,5 bis 25 Gew.-% Adipinsäure und ein oder mehrere Alkohole mit einem um 70 bis 30°C unter der Löttemperatur liegenden Siedepunkt in einer solchen Menge, daß auf eine Carboxylgruppe 1,5 bis 5 Hydroxylgruppen entfallen. Bevorzugt enthält das Lötflußmittel etwa 2 bis 8 Gew.-% Adipinsäure und eine entsprechend der obigen Definition angegebene Menge Alkohol. Während des Lötvorganges reagieren die Hydroxylgruppen bei den angewandten erhöhten Temperaturen mit den Carboxylgruppen der Adipinsäure, wodurch die Carboxylgruppen ihre Acidität verlieren. Dadurch verliert das Lötflußmittel nach Beendigung des Lötvorganges seine ätzende Wirkung und ist somit völlig unschädlich für die Lötstellen und die gelöteten Gegenstände.
Diese Flußmittel haben durch die Verwendung der angeführten Säuren den Nachteil, daß sie korrodierende Rückstände hinterlassen. Weiterhin sind die verwendeten organischen Säuren teilweise wasserunlöslich, wodurch eine anschließende Reinigung der Leiterplatten mit wäßrigen Lösungsmitteln nicht möglich ist. Durch die saure Reaktion der Flußmittel können außerdem Gefahren für die Funktionssicherheit der Lötstellen entstehen.
Weiterhin ist in der DE-OS 22 43374 ein Flußmittel für Weichlote, insbesondere für Lötdrähte mit Flußmittelseele, beschrieben. Das Flußmittel erhält eine Trägersubstanz auf Harzbasis, vorzugsweise aus Kolophonium und einem Aktivierungsmittel aus halogenwasserstoffsauren Salzen organischer Amine. Besonders bevorzugt sind die halogenwasserstoffsauren Salze von solchen organischen Aminen, in denen die aliphatischen Gruppen 1–3 Kohlenstoffatome aufweisen. Am leichtesten zugänglich und deshalb bevorzugt sind Amine mit gesättigten aliphatischen Gruppen. Die aliphatischen Gruppen, die am Stickstoffatom gebunden sind, können geradkettig oder verzweigt sein. Die gemäß der Erfindung verwendeten Aktivatoren sind vollständig löslich in Kolophonium, das üblicherweise als Harz für Flußmittel verwendet wird und es ist deshalb eine homogene Verteilung der Flußmittelkomponenten gewährleistet.
Hierbei ist der Nachteil, daß beim Löten Halogenwasserstoffsäuren abgespaltet werden, was eine korrosive Wirkung nach sich zieht. Die nach der Lösung hergestellten Flußmittel sind instabil und unterliegen einer Zersetzung, was ebenfalls ein korrosives Medium hinterläßt. Die Flußmittelwirkung läßt also insgesamt nach.

Ziel der Erfindung

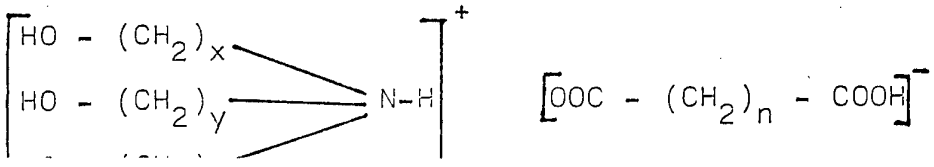
Ziel der Erfindung ist es, ein Flußmittel herzustellen, das den unterschiedlichen Bedingungen der verschiedenen Lötaufgaben gerecht wird.

Darlegung des Wesens der Erfindung

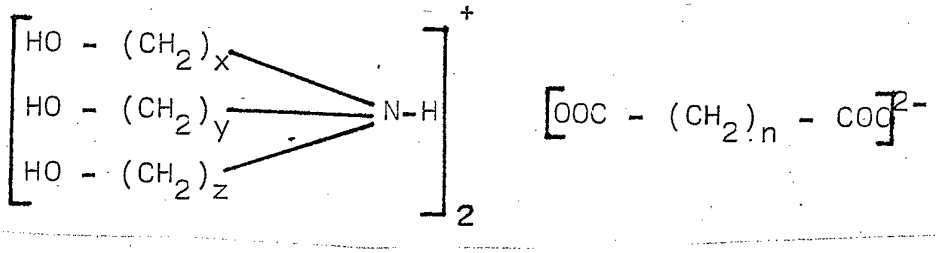
Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Herstellung eines Flußmittels, welches eine überlegene Flußmittelwirkung aufweist, nicht korrodierend wirkt und das in Form einer Flüssigkeit oder als Plaste vorliegt, zu entwickeln.
Erfindungsgemäß wird dies dadurch erreicht, daß als Aktivator ein Trialkanolammoniumsalz einer gesättigten aliphatischen Dicarbonsäure in kristalliner Form in einer Konzentration zwischen 0,5 und 40 Gew.-% mit dem Träger unter Rühren vermischt wird. In einer Ausführungsform wird als Trialkanolammoniumsalz vorzugsweise Mono-(triäthanolammonium)adipat verwendet. In einer weiteren Ausführungsform wird als Trialkanolammoniumsalz vorzugsweise Di-(triäthanolammonium)adipat verwendet. Das Trialkanolammoniumsalz wird vorzugsweise in einer Konzentration von 2–20% in den Träger eingebracht und in einer weiteren Ausführungsform in einer an sich bekannten Trägerflüssigkeit dispergiert.

Ausführungsbeispiel

Die Erfindung soll nachstehend an Ausführungsbeispielen näher erläutert werden.
Zur Herstellung des erfindungsgemäßen Flußmittels wird als Aktivator ein Trialkanolammoniumsalz einer gesättigten aliphatischen Dicarbonsäure verwendet. Dieses Salz hat die allgemeine Form:



beziehungsweise:



mit x; y; z = 1–4 vorzugsweise 2–3
und n = 1–6 vorzugsweise 2–4.
Besonders bevorzugte Aktivatoren sind dabei das Mono-(triäthanolammonium)adipat und das Di-(triäthanolammonium)adipat. Das Trialkanolammoniumsalz wird als Aktivator in kristalliner Form in einer Konzentration zwischen 0,5 und 40 Gew.-% vorzugsweise 2–20 Gew.-% mit dem Träger unter Rühren vermischt.
Dabei kann erstens das Lösen des kristallinen Aktivators in einem geeigneten organischen Lösungsmittel erfolgen. Geeignete Lösungsmittel sind Alkohole oder eine Mischung aus Wasser und einem Alkohol, wie Glycerin, Äthylenglykol, Propylenglykol usw. Daneben können diese Lösungen noch Mittel enthalten, die die Viskosität der Lösung beeinflussen. So kann durch ein höhermolekulares Polyäthylenglykol und/oder Polyäthylenoxid ein Eindickungseffekt erreicht werden, der es erlaubt, die Viskosität den speziellen Erfordernissen an die Verarbeitbarkeit des Flußmittels anzupassen. Man kann so das Flußmittel auf eine pastenförmige Konzistenz einstellen. Die mit diesem Flußmittel ausgeführten Lötungen können nach dem Löten mit Wasser oder wäßrigen Reinigungsmedien von Flußmittelresten rückstandsfrei gesäubert werden. Ebenso kann man aber auch ein kolophoniumhaltiges Flußmittel durch zusätzliches Lösen von Kolophonium in einer wasserfreien Alkohol-Aktivator-Lösung herstellen. Im konkreten Ausführungsfall wird eine 3%ige Lösung von Mono-(triäthanolammonium)adipat in Äthylenglykol hergestellt. Diese Lösung wird auf eine mit Kupfer beschichtete Epoxidharzplatte aufgebracht und diese in ein Lotbad getaucht. Es wird eine hellglänzende einheitliche, nicht unterbrochene Lotabscheidung erreicht. In einem zweiten Ausführungsfall wird eine Mischung,bestehend aus 3 Gew.-% Mono-(triäthanolammonium)adipat, 2 Gew.-% Di-(triäthanolammonium)adipat, 15 Gew.-% Polyäthylenglykol mit einem Molekulargewicht von ca. 400, 40 Gew.-% Äthylenglykol und 40 Gew.-% Propylenglykol unter Erwärmen auf 90°C hergestellt. Nach dem Erkalten steht ein pastenförmiges Flußmittel zur Verfügung. Analog Beispiel 1, wird dieses Flußmittel auf eine gedruckte Schaltungsplatte aufgetragen und diese Platte in ein Lötbad getaucht. Es wird ebenfalls eine einheitliche und nicht unterbrochene Lotabscheidung erreicht. Nach dem Löten wird die Schaltungsplatte mit Wasser im Ultraschallbad 15s gespült, wobei die Flußmittelreste vollständig entfernt werden. In einem dritten Ausführungsfall wird eine Mischung aus 76,998 Gew.-% eines 1%igen Traganth-Äthylenglykol-Gels, 0,002 Gew.-% Polyäthylenoxid mit einem Molekulargewicht von ca. 2 Millionen, 13 Gew.-% Polyäthylenglykol mit einem Molekulargewicht von ca. 400 und 10 Gew.-% Mono-(triäthanolammonium)adipat hergestellt. Zweitens kann das erfindungsgemäße Flußmittel dadurch hergestellt werden, daß der Aktivator in einer beliebigen Trägerflüssigkeit dispergiert wird. Als Trägerflüssigkeit kommen alle gebräuchlichen Lösungs- und Verdünnungsmittel in Frage, die sich in herkömmlichen Flußmitteln bewährt haben. Beispiele solcher Trägerflüssigkeiten sind Ester, Terpenalkohole, aromatische Kohlenwasserstoffe usw. Auch hier ist die vorherige Einarbeitung (Lösen) von Kolophonium in die Trägerflüssigkeit möglich, ebenso wie die Regulierung der Viskosität des Flußmittels bis hin zur pastenförmigen Konsistenz durch Einarbeiten von Verdickungsmitteln, wie höhermolekulares Polyäthylenglykol, Polyäthylenoxid, Cellulosederivate usw. Im konkreten Ausführungsfall werden in 1 Teil einer Mischung aus 62,5 Gew.-% eines Isomerengemisches aus α, β, γ,-Terpineol und 37,5 Gew.-% Kolophonium unter hochtourigem Rühren bei 90°C 0,3 Teil Mono(triäthanolammonium)adipat dispergiert.
Weiterhin ist es möglich, das erfindungsgemäße Flußmittel zusammen mit feingepulvertem Lotmetall zu einer gebrauchsfähigen Lötpaste durch Einrühren des Lotes in die Flußmittelkomposition zu verarbeiten. Dadurch erhält man eine Lötpaste, die ein vollständiges Zusammenfließen aller Lotpartikel während des Lötprozesses bewirkt. Das Lotpulver kann dabei in die hergestellte Flußmittellösung oder Dispersion eingearbeitet werden. Mit dem erfindungsgemäßen Flußmittel wird eine einheitliche nicht unterbrochene Lotabscheidung erreicht. Der Lotauftrag besitzt eine gute Haftfestigkeit. Es werden keine Korrosionserscheinungen an den Kupferleiterzügen beobachtet, was die nicht korrosive Natur des Flußmittels belegt. Das Flußmittel wird so den unterschiedlichen Bedingungen der verschiedenen Lötaufgaben voll gerecht. Als besonderer Aspekt des erfindungsgemäßen Flußmittels ist die Tatsache zu bewerten, daß es im Vergleich zu Flußmitteln, die dem Stand der Technik entsprechen, ein ausgezeichnetes Ausbreitungsverhalten des Lotes auf Nickeloberflächen bewirkt.