

(19)대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(51) 。 Int. Cl. ⁸ B23K 35/22 (2006.01)	(45) 공고일자 (11) 등록번호 (24) 등록일자	2006년02월03일 10-0549612 2006년01월27일
--	-------------------------------------	--

(21) 출원번호	10-2000-7013564	(65) 공개번호	10-2001-0071362
(22) 출원일자	2000년11월30일	(43) 공개일자	2001년07월28일
번역문 제출일자	2000년11월30일		
(86) 국제출원번호	PCT/DE1999/001777	(87) 국제공개번호	WO 1999/65640
국제출원일자	1999년06월15일	국제공개일자	1999년12월23일

(81) 지정국

국내특허 : 브라질, 캐나다, 이스라엘, 일본, 대한민국, 멕시코, 뉴질랜드, 싱가포르, 미국, 인도네시아,

EP 유럽특허 : 오스트리아, 벨기에, 스위스, 독일, 덴마크, 스페인, 프랑스, 영국, 그리스, 아일랜드, 이탈리아, 룩셈부르크, 모나코, 네덜란드, 포르투갈, 스웨덴, 사이프러스, 핀란드,

(30) 우선권주장 19826756.8 1998년06월15일 독일(DE)

(73) 특허권자 프로취, 발터
독일 데-14480 포츠담 파트리찌어베크 67

 술체, 위르겐
독일 데-14482 포츠담 제멜바이스슈츠라세 29

(72) 발명자 프로취, 발터
독일 데-14480 포츠담 파트리찌어베크 67

 술체, 위르겐
독일 데-14482 포츠담 제멜바이스슈츠라세 29

(74) 대리인 윤여표
특허법인정식과특허

심사관 : 김동국

(54) 땀납 금속 분말 캡슐화 방법 및 그 방법에 따라 제조된 땀납 금속 분말

요약

본 발명의 목적은 금속 분말이 외부의 산화 영향으로부터 확실하게 보호되고 캡슐이 납땀 용제의 영향 없이 온도의 영향에 의해서만 금속 분말을 방출하도록, 땀납 금속 분말 캡슐화 방법 및 마이크로 캡슐화된 땀납을 개선하는것이다. 상기 목적을 달성하기 위해, 본 발명에 따른 방법은

a) 분말과 소수성 액체로 현탁액을 제조하는 단계; b) 양이온 텐사이드의 첨가에 의해 각각의 금속 입자 상에 소수성 표면층을 형성하는 단계; c) 점성의 균질한 물질이 형성될 때까지 단계 a) 및 b)에서 얻어진 혼합물을 교반하는 단계; d) 단계 c)에서 얻어진 물질에 래디컬 중합 가능 모노머를 혼합하는 단계; e) 계면 중합 반응의 개시를 위한 유기 개시제를 첨가하는 단계; f) 계속 교반하면서 수성 물질에 단계 e)에서 얻어진 물질을 주입하여, 50 내지 90℃로 템퍼링에 의해 중합 반응을 제어하고 적어도 120분 동안 상기 온도를 유지하는 단계; g) 캡슐화된 땀납 분말을 냉각, 세척 및 분리하는 단계를 포함한다.

대표도

도 1

명세서

기술분야

본 발명은 땀납 분말의 표면에서 진행되는 중합 반응에 의해 얇은 폴리머 보호층을 분말에 제공하는 방식으로 땀납 금속 분말, 특히 미세 땀납 분말 캡슐화 방법에 관한 것이다.

본 발명은 또한 상기 방법에 따라 제조된, 1 내지 100 μm 직경의 땀납 금속 코어 및 상기 코어를 둘러싸는 폴리머 보호층을 가진 땀납 금속 분말에 관한 것이다.

배경기술

미세 입자화된 리플로우(reflow)-땀납을 제조하기 위한 방법은 독일 특허 공개 제 44 02 042 호에 공지되어 있다. 여기서는, 컴팩트한 땀납을 고온 템퍼링 가능한 유기 액체 중에서 용융시켜, 흐름 분산 방법에 의해 바람직하게는 3 내지 10 μm 직경의 구대칭 입자 밴드로 만든다. 금속 미립자가 커버링된 상태로 남아 있도록 유기 액체를 제거함으로써, 금속 미립자가 에멀션으로 되고 현탁액 및 에멀션의 개별 입자가 콤플렉스-코아세르베이션(complex-coacervation) 방법에 따라 50 내지 250 nm 층 두께 범위의 멜라민 중합 반응물로 코팅된다. 그리고 나서, 미세 입자화된 유기상이 미세 입자화된 금속상으로부터 양적으로 분리된다.

상기 미세 입자화된 금속 분말이 듀로플라스틱(duroplastic) 폴리머 시스템에 의해 보호되기는 하지만, 매우 강력히 활성화되는 납땜 용제의 사용시에만 다시 방출될 수 있다. 이러한 납땜 용제는 마이크로 일렉트로닉 회로의 파괴를 일으키기 때문에 부적합하다.

또한, 유럽 특허 공개 제 0 556 864호에는 파릴렌으로 이루어진 보호층을 가진 땀납 분말이 공지되어 있다. 파릴렌층은 증착에 의해 제공되고, 이합체는 열분해에 의해 모노머(monomer)로 분해된다. 상기 모노머는 기상으로부터 분말 입자의 표면에 응축된 다음, 상기 표면 상에서 중합 반응 및 막 형성이 이루어진다.

상기 공지된 방법은 땀납 페이스트로 사용하기 위해서는 필수적으로 두께가 100 nm 미만이어야 한다. 그러나 이러한 조건 하에서는 모든 입자의 완전한 캡슐화를 보장할 수 없고, 여전히 땀납 분말에 유해한 물과 같은 작은 분자, 및 산소 및 이산화황과 같은 가스에 대한 측정 가능한 투과성이 주어진다 단점을 갖는다.

또한, 상기 공지된 캡슐 재료는 고활성 납땜 용제에 의해서만 용해될 수 있다는 단점을 수반한다. 따라서, 납땜 공정에 대한 사용이 공지되어 있지 않다.

발명의 상세한 설명

본 발명의 목적은 금속 분말이 외부의 산화 영향으로부터 보호되는 동시에, 캡슐이 납땜 용제 없이도 단지 온도 영향에 의해서만 금속 분말을 방출할 수 있도록 하는, 땀납 금속 분말 캡슐화 방법 및 미세 캡슐화된 땀납을 제공하는 것이다.

상기 목적은

a) 분말과 소수성 액체로 현탁액을 제조하는 단계,

- b) 계속 교반하면서 C_1 내지 C_{20} 의 체인 길이를 가진 양이온 텐사이드의 첨가에 의해 각각의 금속 입자 상에 소수성 표면층을 형성하여, 소수성 층에 브러쉬 구조를 형성하는 단계,
- c) 점성의 균질한 물질이 형성될 때까지 단계 a) 및 b)로부터의 혼합물을 교반하는 단계,
- d) 땀납 분말의 고상선 온도 미만의 적어도 60°C 의 유리 온도(T_g)를 가진 열가소성 폴리머를 형성할 수 있도록, 단계 c)의 물질 속에 래디컬 중합 가능 모노머를 혼합하는 단계,
- e) 단계 b)의 소수성 층을 결합하고 납땜 용제 특성을 가진 열가소성 폴리머로 이루어진 보호층을 형성함과 동시에 계면 중합 반응의 개시를 위한 유기 개시제를 첨가하는 단계,
- f) 계속 교반하면서 현탁액의 안정화를 위해 유화제를 함유하는 수성 물질에 단계 e)의 물질을 주입하여, 50 내지 90°C 로 온도 범위에 의해 중합 반응을 제어하고 상기 단계 e)의 물질을 적어도 120분 동안 상기 온도로 유지하는 단계,
- g) 단계 e) 및 f)에서 캡슐화된 땀납 분말을 냉각, 세척 및 분리하는 단계를 포함하는 방법에 의해 달성된다.

본 발명에 따른 방법의 또다른 바람직한 특징에 따라 소수성 액체로서 불건성(nondrying) 식물성 및/또는 동물성 기름 및/또는 방향성 용매가 사용된다. 식물성 기름으로는 피마자 기름, 올리브 기름 또는 땅콩 기름이 사용된다.

본 발명에 따른 방법의 또다른 바람직한 실시예에서 텐사이드로는 4차 암모늄염, 바람직하게는 도데실트리메틸암모늄클로라이드 또는 세틸트리메틸암모늄클로라이드가 사용된다.

본 발명에 따른 방법의 또다른 바람직한 특징에 따라 모노머로서 메타크릴산-2-히드록시에틸에스테르 또는 메틸메타크릴레이트가 사용된다.

중합 반응의 개시를 위해 개시제로서 유기 과산화물 또는 아조화합물이 사용된다.

상기 목적은 또한 금속 코어가 표면 활성 소수성 액체 및 텐사이드와 함께 브러쉬와 유사한 구조를 형성하고, 상기 구조 내에 납땜 용제 특성을 가진 열가소성 폴리머 캡슐벽이 기계적으로 고정되고, 상기 캡슐벽이 코어의 고상선 온도 미만의 적어도 60°C 의 유리 온도(T_g)를 갖는, 마이크로 캡슐화된 땀납 금속 분말에 의해 달성된다.

금속 코어 상의 소수성 층은 또 다른 특징에 따라 불건성 식물성 및/또는 동물성 기름 및/또는 방향성 용매, 바람직하게는 피마자 기름, 올리브 기름 또는 땅콩 기름, 및 C_1 내지 C_{20} 의 체인 길이를 가진 양이온 텐사이드로 이루어진다. 상기 길이는 캡슐 벽의 층 두께를 결정한다.

캡슐벽을 형성하기 위한 적합한 모노머로는 래디컬 중합 가능 모노머, 바람직하게는 메타크릴산-2-히드록시에틸에스테르 또는 메틸메타크릴레이트가 있다.

본 발명에 따른 마이크로 캡슐화에 의해, 한편으로는 분말 특성이 보호된다. 동시에, 캡슐은 산화, 수분 및 커버층 형성과 같은 대기 영향으로부터 보호를 받을 수 있다. 또한, 금속분말에 대한 산화 부식도 방지된다. 이로 인해, 제조된 땀납 페이스트의 바람직하지 않은 화학 반응에 대한 안정성이 증가된다. 페이스트의 처리 가능성 및 저장 안정성과 관련한 사용 특성도 현저히 개선된다.

또한, 무기 입자 상의 본 발명에 따른 캡슐벽은 페이스트 또는 염료와 같은 응용시 폴리머 매트릭스에 대한 상기 입자의 결합을 현저히 개선시킨다. 이것은 침강 경향을 감소시키고 흐름학적 특성을 개선시킨다.

사용된 폴리머는 60 내지 70°C 의 유리 온도, 즉 폴리머가 페이스트 상태로 바뀌는 온도를 갖는다. 이것은 폴리머 캡슐이 용융 전에 금속 분말을 방출시키고 납땜 공정을 방해하지 않는 것을 보장한다. 본 발명에 따른 모노머의 선택에 의해 캡슐 재료가 납땜 용제 특성을 얻는다.

또 다른 장점 및 세부 사항은 첨부된 도면을 참고로 하는 하기의 실시예 설명에 제시된다.

이하, 실시예를 참고로 본 발명을 구체적으로 설명한다.

도면의 간단한 설명

도 1은 본 발명의 방법에 따라 캡슐화된 금속 입자의 기본 구성을 나타낸 개략도이다.

실시예

금속 코어는 도면 부호 1로 표시된다. 코어(1)의 둘레에는 불건성 식물성 기름, 예컨대 피마자 기름의 층(2)이 소수성 계면으로 주어진다. 코어(1)로부터 긴 체인의 텐사이드(tenside)(3), 예컨대 도데실트리메틸암모늄클로라이드가 브러시와 유사한 구조로 돌출한다.

이러한 구조에서 열가소성 폴리머 캡슐 벽(4)이 고정된다.

실시예 1

본 발명에 따른 뱀납 분말의 마이크로 캡슐화를 위해, 약 100 내지 200 g의 납땜을 약 15 % 오일과 함께 무게를 쟀다. 상기 무게를 쟀 물질에 일정량의 텐사이드 용액을 첨가한다. 텐사이드의 양은 타입에 따라 다르며, 도데실트리메틸암모늄클로라이드의 경우 뱀납 일그램 당 적어도 0.053 mg이다. 상기 초과량의 텐사이드는 일정 한계 내에서 후속 공정을 위해 문제가 없는 것으로 공지되어 있다(무게를 쟀 전체량에 대해 이론적 양의 110%는 문제가 없다).

그리고 나서, 상기 시스템 뱀납-텐사이드-오일을 교반에 의해 강력히 혼합한다. 상기 혼합물이 균질해지고 균질한 물질을 형성하면, 뱀납 일그램 당 1 내지 4 mg 메타크릴산-2-히드록시에틸에스테르 및 모노머 일그램 당 0.1 내지 0.3 mg 벤조일퍼옥사이드를 첨가하고 강력히 혼합한다.

유리 비이커 내에, 600 내지 800 ml의 물에 0.1 내지 1.0 % 폴리비닐피롤리돈 K 90를 첨가하여 수성물질을 준비한다. 상기 수성물질을 분산 장치, 예컨대 IKA사의 Ultra-Turrax에 의해 7200 rpm의 속도로 교반한다. 상기 물질에 뱀납-오일-텐사이드 혼합물을 첨가하고 속도를 9000 rpm으로 증가시킨다. 그리고 나서, 상기 시스템을 55℃로 템퍼링한다. 상기 온도를 90분 동안 유지한 다음, 65℃로 증가시킨다. 제 2 반응 단계는 120분 동안 지속된다. 그리고 나서, 실온으로 냉각시키고 수성 옷물(표면에 뜨는 맑은 옷물)을 따라 낸다. 디클로메탄으로 최종 세척하기 위한 전환을 가능하게 하기 위해, 적은 양의 에탄올로 반응 용기를 세척한다.

알코올을 따라 낸 후에, 비이커의 바닥에 있는 디클로로메탄 층의 뱀납 분말을 교반하여 다른 비이커로 옮긴다. 옷물이 맑아질 때까지 "세척 공정"을 반복한다. 그리고 나서, 여전히 습기를 가진 뱀납 분말을 실온에서 건조시킨다.

실시예 2

250 g 뱀납 분말을 40 g 땅콩 기름 중의 260 mg 벤조일퍼옥사이드 및 09 g 메틸메타크릴레이트 및 14 mg 세틸트리메틸암모늄클로라이드와 혼합한다.

상기 반응 혼합물을 600 ml 물에 넣고 9000 rpm으로 현탁시킨다. 균질한 현탁액이 얻어지면, 60℃로 템퍼링한다. 90분 후에 상기 온도를 10도 올리고 상기 온도를 120분 동안 일정하게 유지시킨다. 그리고 나서, 냉각시키고 실시예 1에 따라 계속 처리한다.

(57) 청구의 범위

청구항 1.

뱀납 분말의 표면에서 진행되는 중합 반응에 의해 얇은 폴리머 보호층을 분말에 제공하는 방식으로 뱀납 금속 분말 캡슐화 방법에 있어서,

a) 분말과 소수성 액체로 현탁액을 제조하는 단계,

- b) 계속 교반하면서 C_1 내지 C_{20} 의 체인 길이를 가진 양이온 텐사이드의 첨가에 의해 각각의 금속 입자 상에 소수성 표면층을 형성하여, 소수성 층에 브러쉬 구조를 형성하는 단계,
- c) 점성의 균질한 물질이 형성될 때까지 단계 a) 및 b)로부터의 혼합물을 교반하는 단계,
- d) 뿔뿔 분말의 고상선 온도 미만의 적어도 60°C 의 유리 온도(T_g)를 가진 열가소성 폴리머를 형성할 수 있도록, 단계 c)의 물질 속에 래디컬 중합 가능 모노머를 혼합하는 단계,
- e) 단계 b)의 소수성 층을 결합하고 뿔뿔 용제 특성을 가진 열가소성 폴리머로 이루어진 보호층을 형성함과 동시에, 계면 중합 반응을 개시하기 위하여 유기 개시제를 첨가하는 단계,
- f) 계속 교반 하에 현탁액의 안정화를 위해 유화제를 함유하는 수성 물질에 단계 e)의 물질을 주입하여, 50 내지 90°C 로 탬퍼링에 의해 중합 반응을 제어하고 상기 단계 e)의 물질을 적어도 120분 동안 상기 온도로 유지하는 단계,
- g) 단계 e) 및 f)에서 캡슐화된 뿔뿔 분말을 냉각, 세척 및 분리하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 2.

제 1항에 있어서,

상기 소수성 액체로서 불건성 식물성 및/또는 동물성 기름 및/또는 방향성 용매, 바람직하게는 피마자 기름, 올리브 기름 또는 땅콩 기름이 사용되는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 3.

제 1항에 있어서,

상기 텐사이드로서 암모늄염, 바람직하게는 도데실트리메틸암모늄클로라이드 또는 세틸트리메틸암모늄클로라이드가 사용되는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 4.

제 1항에 있어서,

상기 모노머로서 메타크릴산-2-히드록시에틸에스테르 또는 메틸메타크릴레이트가 사용되는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 5.

제 1항에 있어서,

상기 개시제로서 유기 퍼옥사이드 또는 아조화합물이 사용되는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 6.

1 내지 $100\ \mu\text{m}$ 직경의 뿔뿔 금속 코어, 및 상기 금속 코어를 둘러싸는 폴리머층을 포함하는, 제 1항에 따른 방법을 실시하기 위한 마이크로 캡슐화된 뿔뿔 금속 분말에 있어서,

상기 코어(1)가 표면 활성 소수성 액체 및 텐사이드(2)와 함께 브러쉬와 유사한 구조(3)를 형성하고, 상기 구조 내에 납땜 용제 특성을 가진 열가소성 폴리머 캡슐벽(4)이 기계적으로 고정되고, 상기 폴리머 캡슐벽이 코어의 고상선 온도 미만의 적어도 60℃의 유리 온도(T_g)를 갖는 것을 특징으로 하는 마이크로 캡슐화된 땀납 금속 분말.

청구항 7.

제 6항에 있어서,

상기 소수성 액체가 불건성 식물성 및/또는 동물성 기름 및/또는 방향성 용매, 바람직하게는 피마자 기름, 올리브 기름 또는 땅콩 기름인 것을 특징으로 하는 마이크로 캡슐화된 땀납 금속 분말.

청구항 8.

제 6항에 있어서,

상기 텐사이드가 C_1 내지 C_{20} 의 체인 길이를 가진 양이온 텐사이드이고, 그것의 길이가 폴리머층의 두께를 결정하는 것을 특징으로 하는 마이크로 캡슐화된 땀납 금속 분말.

청구항 9.

제 6항에 있어서,

상기 폴리머가 래티컬 중합 가능 모노머로 형성되는 것을 특징으로 하는 마이크로 캡슐화된 땀납 금속 분말.

도면

도면1

