



**(19) 대한민국특허청(KR)**  
**(12) 등록특허공보(B1)**

(51) Int. Cl.

C01G 9/04 (2006.01)

(45) 공고일자

2007년08월30일

(11) 등록번호

10-0753524

(24) 등록일자

2007년08월23일

(21) 출원번호	10-2002-7012725	(65) 공개번호	10-2002-0093006
(22) 출원일자	2002년09월26일	(43) 공개일자	2002년12월12일
심사청구일자	2006년03월23일		
번역문 제출일자	2002년09월26일		
(86) 국제출원번호	PCT/EP2001/003509	(87) 국제공개번호	WO 2001/74715
국제출원일자	2001년03월28일	국제공개일자	2001년10월11일

(81) 지정국

국내특허 : 아랍에미리트, 안티구와바부다, 알바니아, 아르메니아, 오스트리아, 오스트레일리아, 아제르바이잔, 보스니아 헤르체고비나, 바베이도스, 불가리아, 브라질, 벨라루스, 벨리제, 캐나다, 스위스, 중국, 코스타리카, 쿠바, 체코, 덴마크, 도미니카, 알제리, 에스토니아, 스페인, 핀란드, 영국, 그라나다, 그루지야, 가나, 감비아, 크로아티아, 헝가리, 인도네시아, 이스라엘, 인도, 아이슬랜드, 일본, 케냐, 키르키즈스탄, 북한, 대한민국, 카자흐스탄, 세인트루시아, 스리랑카, 리베이라, 레소토, 리투아니아, 룩셈부르크, 라트비아, 모로코, 몰도바, 마다가스카르, 마케도니아공화국, 몽고, 말라위, 멕시코, 모잠비크, 노르웨이, 뉴질랜드, 폴란드, 포르투칼, 루마니아, 러시아, 수단, 스웨덴, 싱가포르, 슬로베니아, 슬로바키아, 시에라리온, 타지키스탄, 투르크멘, 터키, 트리니아드토바고, 탄자니아, 우크라이나, 우간다, 미국, 우즈베키스탄, 베트남, 세르비아 앤 몬테네그로, 남아프리카, 짐바브웨,

AP ARIPO특허 : 가나, 감비아, 케냐, 레소토, 말라위, 모잠비크, 수단, 시에라리온, 스와질랜드, 탄자니아, 우간다, 짐바브웨,

EA 유라시아특허 : 아르메니아, 아제르바이잔, 벨라루스, 키르키즈스탄, 카자흐스탄, 몰도바, 러시아, 타지키스탄, 투르크멘,

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

OA OAPI특허 : 부르키나파소, 베넌, 중앙아프리카, 콩고, 코트디브와르, 카메룬, 가봉, 기니, 기니 비사우, 말리, 모리타니, 니제르, 세네갈, 차드, 토고,

(30) 우선권주장

10016257.6

2000년04월03일

독일(DE)

(73) 특허권자

솔베이 플루오르 운트 데리바테 게엠베하

독일 데-30173 한노베르 한스-뵈클레르-알레 20

(72) 발명자

제제케-코이로, 울릭 히

독일연방공화국, 이제른하겐30916, 아이헨도르프스트랏세3에프

벡커, 안드레이스

독일연방공화국, 락헨도르프29331, 마틴-오텐스-링7

프레제, 요하임

독일연방공화국,하노버30625,브라이트하우프트스트랏세2

## (74) 대리인 특허법인 원전

(56) 선행기술조사문헌  
WO 9948641 A JP 61293699 A

심사관 : 이영완

전체 청구항 수 : 총 18 항

#### (54) 알칼리금속 플루오르 아연산염 및 그 제조방법

### (57) 요약

본 발명은 알칼리금속 플루오르 아연산염, 특히 칼슘 플루오르 아연산염을 제조하는 새로운 방법이 개시된다. 입자 크기의 범위에 따라 정의되는 제조물들은 칼슘 수산화물, 산화아연 그리고 플루오르화 수소의 요소들을 제공하는 일련의 과정을 통해서 얻어진다. 이렇게 하여 제조된 칼슘 플루오르 아연산염은 특히 알루미늄 용접시에 용제 또는 용제의 첨가제로서 적합하고, 상기의 칼슘 플루오르 아연산염의 입자크기에 따라서 습식 또는 건식 용제로서 사용될 수 있다.

특허청구의 범위

청구항 1.

수상에서 알칼리금속 수산화물, 산화아연 및 알칼리금속 플루오르화물 또는 플루오르화 수소로부터 알칼리금속 플루오르아연산염을 제조하는 방법으로서,

- a) 미립자인 알칼리금속 플루오르 아연산염을 제조하기 위해 알칼리금속 수산화물과 산화아연을 혼합하고 플루오르화 수소를 첨가하거나, 또는
  - b) 중간 미세입자인 알칼리금속 플루오르 아연산염을 제조하기 위해 플루오르화 수소와 산화아연을 서로 혼합하고 수산화칼륨을 첨가하거나, 또는
  - c) 조대립입자인 알칼리금속 플루오르 아연산염을 제조하기 위해 플루오르화 수소와 산화아연을 서로 혼합하고 알칼리금속 플루오르화물을 첨가하는 것을 특징으로 하는 방법.

## 청구항 2.

제 1항에 있어서, 미립자인 알칼리금속 플루오르 아연산염을 제조하기 위해, 알칼리금속 수산화물을 산화아연과 함께 수상에서 혼탁물로 혼합시키고, 혼탁물을 플루오르화 수소와 반응시켜, 미립자인 알칼리금속 플루오르 아연산염이 생성되게 하는 것을 특징으로 하는 방법.

### 청구항 3.

제 1항에 있어서, 수산화칼륨으로부터 출발하여 칼륨플루오르 아연산염을 제조하는 것을 특징으로 하는 방법.

#### 청구항 4.

제 1 항에 있어서, 칼륨의 알칼리 수용액으로서 수산화칼륨을 사용하는 것을 특징으로 하는 방법.

### 청구항 5.

제 1항에 있어서, K:Zn의 원자비는  $1:1 \pm 0.05$ 의 범위에 있고, (K+ Zn):F의 원자비는  $1:3 \pm 0.05$ 의 범위에 있는 것을 특징으로 하는 방법.

### 청구항 6.

제 1항에 있어서, 생성된 알칼리금속 플루오르 아연산염을 분리하고 건조시키는 것을 특징으로 하는 방법.

### 청구항 7.

제 2항에 있어서, 15 내지  $85^{\circ}\text{C}$  범위의 온도에서 알칼리금속 수산화물과 산화아연으로부터 혼탁물을 제조하고,  $90^{\circ}\text{C}$ 의 온도에서 그 혼탁물을 플루오르화 수소와 반응시키는 것을 특징으로 하는 방법.

### 청구항 8.

제 1항 내지 제 7항 중의 어느 한 항에 의한 방법에 따라 제조된, 전체 입자의 50%가  $3\sim 5\mu\text{m}$ 의 직경을 가지는 입자분포를 갖는 미립자인 알칼리금속 플루오르 아연산염.

### 청구항 9.

제 8항에 있어서, 알칼리금속이 칼륨을 표시하는 알칼리금속 플루오르 아연산염.

### 청구항 10.

제 9항에 있어서, 전체 입자의 50%가  $3\sim 3.8\mu\text{m}$ 의 직경을 가지는 입자 분포를 갖는 칼륨 플루오르 아연산염.

### 청구항 11.

제 1항의 방법에 따라 제조되고, 입자의 50%가  $6\sim 11\mu\text{m}$ 의 직경을 가지는 입자 분포를 갖는 중간 미세입자인 알칼리금속 플루오르 아연산염.

### 청구항 12.

제 1항의 방법에 따라 제조되고, 입자의 50%가  $12\sim 25\mu\text{m}$ 의 직경을 가지는 입자 분포를 갖는 조대립 알칼리금속 플루오르 아연산염.

### 청구항 13.

알루미늄 용접시 땜납용제로서 또는 땜납용제의 첨가물로서 사용되는 제 8항에 따른 알칼리금속 플루오르 아연산염.

**청구항 14.**

정전기 유발(건식 플럭싱)을 위해 사용되는 제 13항에 따른 미립자 또는 중간 미세입자인 알칼리금속 플루오르 아연산염.

**청구항 15.**

습식 플럭싱 때 정전기 유발을 위해 사용되는, 제 13 항에 따른 중간 미세입자 또는 조대립 입자 알칼리금속 플루오르 아연산염.

**청구항 16.**

알루미늄 용접시 땜납용제로서 또는 땜납용제의 첨가물로서 사용되는 제 9항에 따른 알칼리금속 플루오르 아연산염.

**청구항 17.**

알루미늄 용접시 땜납용제로서 또는 땜납용제의 첨가물로서 사용되는 제 10항에 따른 알칼리금속 플루오르 아연산염.

**청구항 18.**

알루미늄 용접시 땜납용제로서 또는 땜납용제의 첨가물로서 사용되는 제 11항 또는 제 12항에 따른 알칼리금속 플루오르 아연산염.

**명세서****기술분야**

본 발명은 알칼리금속 플루오르 아연산염(alkalimetal fluorozincate)의 제조방법, 그로부터 얻어진 생성물 및 그것의 이용에 관한 것이다.

**배경기술**

세슘 플루오르 아연산염, 특히 칼륨 플루오르 아연산염과 같은 알칼리금속 플루오르 아연산염은 알루미늄 부재와 알루미늄 합금으로 된 부재를 용접하기 위한 용제(플럭스)로서 사용될 수 있다. 그 경우 상기 화합물은 단지 용제로서 작용할 뿐 아니라 아연이 부재의 표면 위에 적층됨에 의해 표면의 질을 개선시키기도 한다. 플루오르 아연산염은 알칼리 플루오르 알루미늄산염, 예컨대 칼륨 플루오르 알루미늄산염 및/또는 세슘 플루오르 알루미늄산염과 함께 사용될 수도 있다. 이들 화합물도 역시 알루미늄을 용접 할 때 용제로써 사용된다. 독일 공개 특허공보 제 199 13 111 호는 그런 용제 및 그 이용을 개시하고 있다.

상기 공개 공보에 의한 알칼리금속 플루오르 아연산염을 제조하기 위해, 알칼리금속 플루오르화물과 플루오르화 아연을 용융한 다음, 알칼리금속 플루오르화물과 플루오르화 아연을 수상에서 반응시키거나 또는 산화아연을 플루오르화 수소와 알칼리금속 플루오르화물의 부가물과 반응시킨다.

**발명의 상세한 설명**

본 발명의 목적은, 일정한 입자 분포 범위를 가진 생성물이 제조될 수 있게 하므로써, 알칼리금속 플루오르 아연산염을 제조하는 방법을 제공하는 것이다.

본 발명의 목적은 또한 융제 또는 융제 성분으로서 특히 양호하게 사용되는 알칼리금속 플루오르 아연산염을 제공하는 것이다. 이 목적은 본 발명에 의한 생성물 및 그 제조 방법에 의해 달성된다.

본 발명은, 출발 화합물들의 종류 및 그 화합물들을 서로 접촉시키는 순서를 변화시키므로써 입자 크기에 관련하여 여러 특정한 물성을 갖는 알칼리금속 플루오르 아연산염을 제조할 수 있다는 인식에 기초를 두고 있다.

본 발명에 의한 방법은 수상에서 알칼리금속 수산화물, 산화아연 및 알칼리금속 플루오르화물 또는 플루오르화 수소로부터 알칼리금속 플루오르 아연산염을 제조하는 것으로,

- a) 미립자인 알칼리금속 플루오르 아연산염을 제조하기 위해 알칼리금속 수산화물과 산화아연을 혼탁물이 되도록 혼합하고, 플루오르화 수소를 첨가하거나, 또는
- b) 중간 미세입자인 알칼리금속 플루오르 아연산염을 제조하기 위해 플루오르화 수소와 산화아연을 서로 혼합하고, 수산화칼륨을 첨가하거나, 또는
- c) 조대립 입자인 알칼리금속 플루오르 아연산염을 제조하기 위해 플루오르화 수소와 산화아연을 서로 혼합하고, 알칼리금속 플루오르화물을 첨가하는 것을 특징으로 한다.

산화아연 대신에 다른 아연화합물도 사용될 수 있다. 예컨대 수산화아연, 탄산아연 또는 염화아연도 사용될 수 있다. 그러나, 산화아연이 바람직하다.

"미립자"라는 용어는 본 발명의 범주 내에서는 입자의 50%가  $5\mu\text{m}$  미만의 입자 크기를 갖고, 입자의 90%가  $9\mu\text{m}$  미만의 입자 크기를 가지며, 나머지 입자들은 표시된 값과 같거나 또는 그보다 더 큰 알칼리금속 플루오르 아연산염을 나타낸다. 바람직하게는 모든 입자의 50%가  $3.8\mu\text{m}$  미만의 직경을 갖고, 모든 입자의 90%가  $8\mu\text{m}$  미만의 직경을 가지는 미립자인 알칼리금속 플루오르 아연산염을 제조한다. 크기 측정은 레이저 굴절에 의해 행한다.

"중간 미세"라는 용어는 본 발명의 범주 내에서는 제조된 재료 입자의 50%가  $11\mu\text{m}$  미만의 입자 크기를 갖고, 입자의 90%가  $27\mu\text{m}$  미만의 입자 크기를 가지며, 나머지 입자들은 언급된 값들과 같거나 또는 더 큰것을 의미한다. 이 용어는 바람직하게는 모든 제조된 입자의 50%가  $10\mu\text{m}$  미만의 입자 크기를 갖고, 모든 입자의 90%가  $26\mu\text{m}$  미만의 입자 크기를 갖는 것을 의미한다. 입자 분석은 역시 레이저 굴절의 원리에 의해 행해진다.

"조대립"이라는 용어는 본 발명의 범주 내에서는 모든 입자의 50%가  $22\mu\text{m}$  미만의 입자 크기를 갖고, 입자의 90%가  $40\mu\text{m}$  미만의 입자 크기를 갖는 것을 의미한다. 이 용어는 바람직하게는 입자들의 50%가  $21\mu\text{m}$  미만의 입자 크기를 갖고, 90%가  $39\mu\text{m}$  미만의 입자 크기를 갖는 것을 의미한다. 나머지 입자들은 표시된 크기에 해당하거나 또는 그것을 초과한다.

알칼리금속 수산화물, 플루오르화 수소 및 알칼리금속 플루오르화물을 목적에 맞게 수용액의 형태로 사용된다. 바람직한 알칼리금속은 칼륨이다.

본 발명에 의한 방법의 제 1실시형태에서는 미립자인 알칼리금속 플루오르 아연산염이 형성된다. 그런 뒤 미립자인 알칼리금속 플루오르 아연산염은 바람직하게는 분리되고 건조된다. 놀랍게도 이로부터 얻어지는 생성물은 독일 공개 공보 제 199 13 111 호에 기재된 방법에 따라 얻어지는 제품보다 더 미세하다. 그래서 예를들어 모든 입자의 50%가  $5\mu\text{m}$  미만의 직경(레이저 굴절법에 의해 측정된)을 갖는 입자 분포를 가진 알칼리금속 플루오르 아연산염이 제조될 수 있다.

바람직하게는 수산화알칼리인 수산화칼륨으로부터 출발하여 칼륨 플루오르 아연산염을 제조한다. 이때 수산화칼륨은 바람직하게는 칼륨 알칼리 수용액의 형태로 사용된다. 이 칼륨 알칼리액에 있어 KOH의 농도는 10 내지 50중량%의 범위일 때 유리하다. 특히 바람직하게 KZnF<sub>3</sub>을 제조한다. 이를 위해, 바람직하게는 K:Zn의 원자비는 1:1 ± 0.05의 범위에 있고, (K+ Zn):F의 원자비는 1:3 ± 0.05의 범위에 있도록 하는 양으로 수산화칼륨, 산화아연 및 플루오르화 수소를 사용한다. 산화아연은 전구체로서, 예컨대 ZnCO<sub>3</sub> 또는 ZnCl<sub>2</sub>로써 사용될 수도 있다.

현탁물이 형성되고 나면, 기대하는 알칼리금속 플루오르 아연산염으로 변화시키기 위해서 그 현탁물을 플루오르화 수소와 더 반응시킨다. 바람직하게는 10 내지 99중량%, 더욱 바람직하게는 20 내지 40중량%의 HF를 가진 플루오르화 수소산이 사용된다.

알칼리금속 수산화물과 산화아연으로부터 혼탁물을 제조하는 것은 바람직하게는 15 내지 85°C 범위의 온도, 특히 주위온도(약 20°C)에서 수행된다. 생성된 중간 생성물의 플루오르화 수소와의 반응은 약 20°C 내지 90°C에서 보다 유리하게 행해진다.

본 발명의 제 2실시형태에 있어서, 중간 미세입자인 알칼리금속 플루오르 아연산염이 제조된다. 플루오르화 수소와 알칼리 수산화물은 바람직하게는 수용액으로서 사용된다. 바람직한 농도는 제 1실시형태에서의 농도에 상응한다. 바람직한 알칼리는 칼륨이다. 예컨대 플루오르화 수소와, 탄산아연 형태의 전구체로 사용될 수 있는 산화아연은 20°C(주위 온도) 내지 95°C의 온도범위에서 반응하고, 그것은 이어서 바람직하게는 70 내지 90°C 범위의 온도에서 수산화물과 반응한다.

조대립 입자인 알칼리금속 플루오르 아연산염을 제조하기 위한 제 3실시형태에 있어서, 먼저 산화아연과 함께 플루오르화 수소를, 그리고 나서 알칼리금속 플루오르화물을 첨가한다. 플루오르화 수소는 바람직하게는 제 1실시형태에서와 같은 농도의 수용액의 형태로 사용되는 것이 바람직하다. 알칼리금속 플루오르화물도 역시 수용액의 형태로 사용되는 것이 바람직하다. 바람직한 농도는 25 내지 40중량%의 범위, 특히 28 내지 32중량%의 범위이다. 제 1반응 단계에서의 온도범위는 제 1 및 제 2실시형태에서와 같은 범위이다. 그런 뒤 알칼리금속 플루오르화물의 단계는 바람직하게는 70 내지 90°C의 온도에서 행해진다.

본 발명의 또다른 대상들은, 입자 크기에 관한 상기한 파라미터를 가진, 본 발명에 의한 방법의 실시형태들에 따라 얻어진 미립자, 중간 미세입자 및 조대립 입자인 알칼리금속 플루오르 아연산염들이다. 바람직한 것은 특히 화학식  $KZnF_3$ 의 칼륨 플루오르 아연산염이다. 미세 생성물의 입자 크기는 –입자의 50%,  $d_{x50}$ 을 기준으로–3 내지 5 $\mu m$ 의 범위, 중간 미세 생성물의 입자 크기는 6 내지 11 $\mu m$ 의 범위, 그리고 조대립 입자 생성물의 입자 크기는 12 내지 25 $\mu m$ 의 범위이다. 시험 조사로, 예컨대 더욱 미세한 입자 분포를 가진(예컨대 입자의 50%가 3.3 $\mu m$  미만의 직경을 가짐) 칼륨 플루오르 아연산염이 제조될 수 있다는 것이 밝혀졌다.

수산화칼륨 및 수산화루비듐, 수산화리튬 또는 수산화세슘으로 된 혼합물을 사용할 때에는, 알칼리<sub>1-x</sub>ZnF<sub>3</sub>(x<1 및 알칼리≠알칼리')유형의 대응적으로 혼합된 플루오르 아연산염이 생성될 수 있다. 이들 혼합된 플루오르 아연산염도 본 발명의 대상이다. 혼합된 플루오르 아연산염의 경우에는 혼합된 칼륨 플루오르 아연산염(칼륨 대 세슘의 비는 임의이다)이 바람직하다.

본 발명에 의한 플루오르 아연산염은 특히 알루미늄과 알루미늄합금의 용접시 용제로서 사용되기에 적합하다. 그런데 그것은 독일 공개 공보 제 199 13 111 호에 공개된 것과 같은 공자의 방법으로 사용된다. 미립자 제품은 습식 플럭싱에 의한, 또한 조대 입자 제품은 건식 플럭싱에 의한 용도에 적합하다. 중간 미세입자인 제품은 이 두 목적에 적합하다. 물론 소정 물성을 가진 혼합물을 제조할 수도 있다.

이들 아연산염은 다른 용제에 대한 용제 첨가제로서, 특히 칼륨 플루오르 알루미늄산염 및 세슘 플루오르 알루미늄산염에 대한 용제 첨가제로도 적합하다.

본 발명에 의한 알칼리 플루오르 아연산염은 혼탁성 또는 유동성과 같은 물성을 조절하기 위해 통상적 방법으로 제조된 알칼리 플루오르 아연산염과 혼합될 수도 있다.

본 발명의 아연산염은 용접용 금속 또는 용접용 금속의 전구체와, 예컨대 전체 용제에 대해 칼륨 헥사플루오르 규산염과 같은 알칼리금속 플루오르 규산염 5~95중량%와 혼합되어 사용될 수 있고(유럽 공개 공보 제 810 057 호 및 독일 공개 공보 제 196 36 897 호를 참고), 알루미늄과 공융점을 형성하는 구리, 아연 또는 게르마늄 10 내지 80중량%와 혼합 사용될 수 있다(미국 특허 제 5,190,596 호를 참고).

독일 공개공보 제 199 13 111호에 기재된 것과 비슷하게, 본 발명의 아연산염은, 알칼리 플루오르 알루미늄산염, 예컨대 KAlF<sub>4</sub> 또는 K<sub>2</sub>AlF<sub>5</sub>와의 혼합물, 또는 세슘 플루오르 알루미늄산염과의 혼합물로 사용될 수도 있다. 위의 마지막의 것은 Mg-분량이 많은 Al-합금에 유리하다.

독일 공개공보 제 199 13 111호의 3페이지에 기재된 것과 같이 조제시에 다른 물질이 더 함유될 수 있다. 예컨대 결합제 또는 분산제가 함유될 수 있다.

알루미늄 또는 알루미늄 합금으로 된 연결용 부재들 위에 공지의 방법으로 용제를 올려놓을 수 있다. 용제의 양호한 유동성으로 인해 정전기적 분무 기법에 기초한 건식 도포가 가능하다. 다른 방법은 용제를 수성 또는 유기 혼탁물 형태로 또는 페이스트로 연결시키는 재료들 위에 적용시킬 수 있다. 수성 또는 유기 슬러리는 목적에 따라 15 내지 75중량%의 용제를 포함한다. 용제는 유기 액체, 적당하기로는 알코올, 특히 메탄올, 에탄올, 프로판올 또는 이소프로판올 및 폴리올과 같은 보통 유기용제로 사용되는 물질 내의 혼탁물로 사용될 수 있다. 다른 유기액체("담체")는 예를들면 에테르, 디에틸글리콜 모노부틸에테르, 아세톤과 같은 케톤, 알코올, 디올 또는 폴리올의 에스테르이다. 페이스트로서 사용하기 위한 결합제는 예컨대 에틸셀룰로스이다. 유기 용제, 예컨대 아세톤에 가용성인 필름 형성제, 즉 통상적으로 중합체를 사용함에 의해, 용제는 경우에 따라 용접용 재료(땜납) 또는 땜납 전구체와 함께 가공물 위에 배치되고, 용제의 증발 후 튼튼하게 부착하는 필름을 형성할 수 있다. 여기에 적합한 중합체는 예컨대 (메트-)아크릴레이트이다. 그런데 용접후에 필름 형성제는 기화된다.

사용할 때, 필요하다면 땜납금속을 용제 내에 함유시킬 수 있고(첨가 혼합된 분말로서), 도포물로서 용접하려는 부재들 위에 먼저 피복되거나 또는 용제에 추가하여 피복될 수도 있다.

용접시의 온도는 사용된 용접재료 또는 땜납의 형성 금속 또는 물질에 의존한다. 땜납금속이 액체화하는 온도가 450°C 미만인 경우에는 정의에 따라 연 용접("soldering")이라 말하고, 그 온도를 초과하는 경우에는 경 용접("brazing")이라고 한다. 예컨대, 이미 390°C부터 용접에 이용될 수 있는 아연-알루미늄-땡납재료 또는 이미 420°C부터 용접에 이용될 수 있는 순수한 아연-땡납재료와 같은 저온 용융 땜납재료가 있다. 기타의 땜납재료들은 보다 높은 온도에서의 용접에 사용될 수 있다. Al-Si-[Cu]-땡납재료는 [530°C] 또는 577°C부터 사용될 수 있다.

일반적으로 용접온도는 600°C이면 충분하다. 바람직하게는 390°C 내지 600°C, 특히 420°C 내지 590°C에서 용접이 행해진다. 일본 특허공개공보 03/099795 호에 기재되어 있는 것처럼, 예컨대 진공에서 용제의 증발하에 용접하는 것도 가능하다. 특히 불활성 분위기(예컨대 N<sub>2</sub>-분위기)에서 화염용접 또는 노용접도 가능하다.

## 실시예

### 실시예 1:

미립자 제품



원료 물질:

1) 0.5ml KOH 45.2중량% 62.3g

ZnO (99.9cm, 알드리히) 40.9g

완전 탈염수 30.6ml

2) HF-용액 49.6중량% 60.6g

탈염수 60.6ml

냉 탈염수 33ml

공정 :

45.2중량%의 KOH 62.3g을 30.6ml의 탈염수로 희석하고, 이어서 40.9g의 ZnO를 첨가하고 교반 하에 혼련했다. 그런 뒤 적하 깔때기로부터 90초 이내에 49.6중량% HF-용액과 60.6g의 탈염수로 된 HF-용액을 도입했다. 온도는 24.6°C로부터 85.9°C로 상승했다. 냉각을 위해 33ml의 탈염수를 첨가했다. 그런 뒤 1시간 동안 80°C에서 교반했고, 침전물을 여별하여 4시간 동안 180°C에서 건조했다.

수율: 정량적임.

XRD = KZnF<sub>3</sub>

입자 크기 (레이저 굴절) :  $x_{50} = 3.28\mu\text{m}$

$x_{90} = 6.98\mu\text{m}$

#### 실시예 2:

중간 미세입자 제품

실시예 1과 같이 제조했지만, 원료 물질 1은 HF-용액을 산화아연과 반응시켜 제조했고, 원료 물질 2는 KOH-용액이었다.

입자 크기 :  $x_{50} = 9.47\mu\text{m}$

$x_{90} = 25.75\mu\text{m}$

#### 실시예 3:

조대립 입자 제품

실시예 1과 같이 제조했지만, 원료 물질 1은 HF-용액을 산화아연과 반응시켜 제조했고, 원료 물질 2는 KF 수용액이었다.

입자 크기 :  $x_{50} = 20.50\mu\text{m}$

입자 크기 :  $x_{90} = 38.18\mu\text{m}$

#### 실시예 4:

용접에의 이용

실시예 1로부터의 물질 3g을 이소프로판올과 함께 같은 것을, AlSi-땜납재료로 도포된 25×25mm 알루미늄 시트 위에 올려 놓고, 알루미늄 앵글로 덮었다. 이 조립물을 Nicolok<sup>2</sup>용접공정 조건에 따라 실험실 노용접 내에서 열적으로 처리했다. 조립물의 용접은 100%였다.