



(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호

10-2009-0051452

(43) 공개일자

2009년05월22일

(51) Int. Cl.

B05D 1/24 (2006.01)

(21) 출원번호

10-2007-0117853

(22) 출원일자

2007년11월19일

심사청구일자

2007년11월19일

(71) 출원인

한국전자통신연구원

대전 유성구 가정동 161번지

(주)엠피실론

경기 성남시 중원구 상대원동 포스테크노빌딩 805호

(72) 발명자

김동호

대전 유성구 하기동 516 송림마을아파트 2단지 201-1103

최재익

대전 서구 삼천동 국화아파트 202-402

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

특허법인 신성

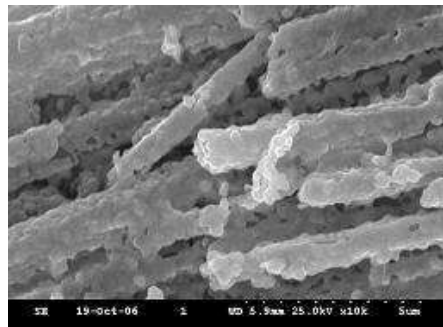
전체 청구항 수 : 총 12 항

(54) 휘스커 분말의 은 코팅 방법 및 상기 방법에 의하여 은코팅된 휘스커 분말

(57) 요약

본 발명은 휘스커 분말의 은 코팅 방법 및 상기 방법에 의하여 은 코팅된 휘스커 분말에 관한 것으로, 구체적으로 상기 은 코팅 방법은 휘스커 분말을 탈지 및 에칭하는 단계; 상기 탈지 및 에칭된 분말을 센시타이징하는 단계; 분산제를 이용하여 상기 센시타이징된 분말을 미세분산시킨 분산액을 형성하는 단계; 및 상기 휘스커 분말이 분산된 분산액을 은 화합물, 착제 및 안정제를 포함하는 용액에 첨가한 후, 환원제를 투입하고 코팅하는 단계를 포함한다. 본 발명에 의하여 은 코팅된 휘스커 분말은 내부식성이 우수하며, 낮은 저항값을 갖고 있어 전기 전도성이 높기 때문에 우수한 전자파 차폐용 물질로 유리하게 적용될 수 있다.

대표도 - 도1



(72) 발명자

김지수

경기 용인시 기흥구 상하동 인정프린스아파트
102-1602

조용국

충남 연기군 남면 보통리 강남빌라 4-201

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 2005-S-047-02

부처명 정보통신부 및 정보통신연구진흥원

연구사업명 IT전략기술개발

연구과제명 전자파 저감 소재 및 부품 기술

주관기관 한국전자통신연구원

연구기간 2006년 03월 01일 ~ 2007년 02월 28일

특허청구의 범위

청구항 1

휘스커 분말을 탈지 및 에칭하는 단계;

상기 탈지 및 에칭된 분말을 센시타이징하는 단계;

분산제를 이용하여 상기 센시타이징된 분말을 미세분산시킨 분산액을 형성하는 단계; 및

상기 휘스커 분말이 분산된 분산액을 은 화합물, 착제 및 안정제를 포함하는 용액에 첨가한 후, 환원제를 투입하고 코팅하는 단계를 포함하는

휘스커 분말의 은 코팅 방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 휘스커 분말은 SiC, 흑연, 알루미나 및 $9Al_2O_3 \cdot 2B_2O_3$ 로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종 이상인

휘스커 분말의 은 코팅 방법.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 휘스커 분말은 길이가 $5\sim 30\mu m$ 이며, 직경이 $0.1\sim 1.0\mu m$ 인

휘스커 분말의 은 코팅 방법.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 탈지 및 에칭 단계와 상기 센시타이징하는 단계는 염화제일주석 또는 염화팔라듐을 이용하여 이루어지는

휘스커 분말의 은 코팅 방법.

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 분산제는 폴리스티렌 술폰산염, 나프탈렌 술폰산염, 리그닌 술폰산염, 폴리아크릴산염 및 폴리카본산염으로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종 이상인

휘스커 분말의 은 코팅 방법.

청구항 6

제5항에 있어서,

상기 분산제는 휘스커 분말에 대하여 0.5~20중량%로 혼합되는

휘스커 분말의 은 코팅 방법.

청구항 7

제1항에 있어서,

상기 분산액 형성 단계는 균질믹서를 이용하여 1000~6000rpm에서 이루어지는

휘스커 분말의 은 코팅 방법.

청구항 8

제1항에 있어서,
상기 착제는 암모니아수이며, 1~1200ml/ℓ의 함량으로 첨가되는
휘스커 분말의 은 코팅 방법.

청구항 9

제1항에 있어서,
상기 안정제는 중탄산암모늄 또는 탄산암모늄으로서, 0.01~1200g/ℓ의 함량으로 첨가되는
휘스커 분말의 은 코팅 방법.

청구항 10

제1항에 있어서,
상기 환원제는 하이드라진 모노하이드레이트, 포르말린, 포도당, 아스코브산, 당알코올 및 보로하이드라이드로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종 이상이며, 0.01~250g/ℓ의 함량으로 첨가되는
휘스커 분말의 은 코팅 방법.

청구항 11

제1항에 있어서,
상기 환원제는 5분 이내로 투입하며, 코팅은 5~98℃에서 5~60분 동안 이루어지는 것을 특징으로 하는
휘스커 분말의 은 코팅 방법.

청구항 12

제1항 내지 제11항 중 어느 한 항에 따른 방법에 의하여 코팅된 은 코팅 휘스커 분말.

명세서

발명의 상세한 설명

기술 분야

- <1> 본 발명의 휘스커 분말의 은 코팅 방법 및 상기 방법으로 은 코팅된 휘스커 분말에 관한 것으로서, 보다 상세하게는 내부식성을 높이고 전자파 차폐 효과를 위하여 휘스커 분말을 은으로 코팅하는 새로운 방법 및 상기 방법으로 은 코팅된 휘스커 분말에 관한 것이다.
- <2> 본 발명은 정보통신부 및 정보통신연구진흥원의 IT전략기술개발사업의 일환으로 수행한 연구로부터 도출된 것이다[과제관리번호: 2005-S-047-02, 과제명: 전자파 저감 소재 및 부품 기술].

배경 기술

- <3> 전자통신 분야의 기술적 진보는 매우 급속한 속도로 이루어지고 있으며, 이에 따라 일상 생활의 거의 모든 부분에서 전자기기를 이용하고 있다고 하여도 과언이 아닌 상황이다. 최근에는 환경 및 건강에 대한 관심이 고조됨에 따라 특히 일상적으로 이용하게 되는 각종의 전자기기로부터 발생되는 전자파의 장애(Electromagnetic interference)가 심각한 문제로 제기되고 있다. 이러한 전자파 장애는 다른 기기의 오작동을 유발할 뿐 아니라 인체에도 심각한 문제를 일으키는 원인으로 알려져 왔다.
- <4> 이와 같은 전자기기 및 무선통신기기 등에서 발생하는 전자파를 차단하기 위해서는 일반적으로 도전성이 큰 귀금속 분말이나 복합체 분말을 고분자 수지와 혼합하여 전자파 장애 또는 전자파 차폐용 재료로서 사용하여 왔으며, 특히 귀금속 분말로 전도성이 좋은 금, 은 등의 사용이 알려져 있다. 하지만 이들 재료는 가격이 상당히 고가이기 때문에 재료의 원가상승에 대한 부담으로 작용한다. 따라서, 전자파를 차폐 효과를 발휘하면서, 비용을 낮출 수 있는 효과적인 소재에 대한 연구가 계속적으로 이루어지고 있는 실정이다.
- <5> 최근에는 저렴한 소재인 구리 표면에 은을 코팅시킨 은 코팅 구리분말(Silver Coated Copper Powder)이 개발되

어 시장을 확대하고 있다. 그러나 은 코팅 구리분말은 전자파 차폐 효과는 우수한 반면에, 구리가 근본적으로 갖고 있는 부식 문제로 인하여 제한적인 용도에만 사용될 수 있다는 단점을 가지고 있다. 이러한 단점을 극복하기 위하여, 구리 분말 표면의 산화를 방지하여 전도성을 안정화시키기 위한 다양한 종류의 환원제가 첨가된 분말이 개발되었지만, 도전성을 증가시키는 효과는 은 분말에 미치지 못하며, 전기 저항값이 고온 고습 환경에서 증가된다는 문제점이 있다.

- <6> 한편, 은도금 중공미세구를 이용한 경량 전파흡수체의 제조에 있어서, 은코팅 시 질산은, AMP(2-amino-2-methyl-1-propanol), 환원제로 프럭토오즈(Fructose)를 사용하여 분말에 전도성을 부여하는 방법이 제안되었다. 그러나, 이 방법은 제조 시약이 고가이기 때문에 실제 산업적으로 적용되기에는 생산 가치가 떨어진다는 문제점이 있다.
- <7> 또한, 구리분말에 은을 코팅시켜 도전성을 향상시킨 은도금 구리 분말이 개시되어 있으나, 구리를 사용하였기 때문에 전술한 바와 같이 부식에 취약한 문제점을 가지고 있다.
- <8> 이에 따라 부식성이 강한 귀금속이 아닌 다른 소재, 예를 들어 휘스커, 플라스틱 등에 은을 코팅하여 도전성을 향상시키고자 하는 시도가 있으나, 상기 재료들에 은을 코팅하는 방법은 공정이 복잡하고 용이하지 않다는 문제점이 있다.

발명의 내용

해결 하고자하는 과제

- <9> 따라서, 본 발명자들은 상기에 언급된 문제점을 극복하기 위하여 연구를 거듭한 결과, 휘스커 분말에 간편하고 경제적이며, 효율적으로 은을 코팅하는 새로운 방법을 개발하였으며, 이러한 방법으로 제조된 은 코팅 분말이 종래 방법에 의하여 제조된 은 코팅 분말과 비교하여 내부식성이 높을 뿐 아니라 저항이 낮아 우수한 전자파 차폐용 재료로 이용될 수 있음을 확인함으로써 본 발명을 완성하였다.
- <10> 본 발명이 이루고자 하는 과제는 내부식성과 전자파 차폐 효율을 향상시키기 위하여 휘스커 분말 표면을 은으로 코팅하는 효율적인 새로운 방법을 제공하는 것이다.
- <11> 본 발명의 목적들은 이상에서 언급한 목적으로 제한되지 않으며, 언급되지 않은 본 발명의 다른 목적 및 장점들은 하기의 설명에 의해서 이해될 수 있으며, 본 발명의 실시예에 의해 보다 분명하게 알게 될 것이다. 또한, 본 발명의 목적 및 장점들은 특허 청구 범위에 나타난 수단 및 그 조합에 의해 실현될 수 있음을 쉽게 알 수 있을 것이다.

과제 해결수단

- <12> 본 발명은 상기와 같은 과제를 해결하고자 하는 것으로 환원제 및 안정제를 이용하여 특정 크기의 휘스커 분말에 은을 코팅함에 있어서, 분산제를 혼합하여 안정하게 분산시키는 단계를 포함하여 은을 환원 석출시켜 코팅하는 것을 특징으로 한다.
- <13> 더욱 구체적으로 본 발명은 휘스커 분말을 탈지 및 에칭하는 단계; 상기 탈지 및 에칭된 분말을 센시타이징하는 단계; 분산제를 이용하여 상기 센시타이징된 분말을 미세분산시킨 분산액을 형성하는 단계; 및 상기 휘스커 분말이 분산된 분산액을 은 화합물, 착제 및 안정제를 포함하는 용액에 첨가한 후, 환원제를 투입하고 코팅하는 단계를 포함하는 휘스커 분말의 은 코팅 방법에 관한 것이다.

효 과

- <14> 본 발명의 코팅 방법에 따르면 휘스커 분말을 좀더 효율적이고 경제적으로 은 코팅할 수 있으며, 미세입자의 응집을 방지하여 휘스커 표면에 은 입자를 균일하게 코팅할 수 있다.
- <15> 또한, 본 발명에 따라 코팅된 은 코팅 휘스커 분말은 낮은 저항값을 갖고 있어 전기 전도성이 높기 때문에 우수한 전자파 차폐용 물질로 적용될 수 있다.
- <16> 또한, 본 발명에 있어서는 코어 물질로 안정한 휘스커 분말을 이용하므로 내부식성이 우수하고, 기존의 금속성 분말에 비하여 경량의 소재이며, 경제적으로 저렴하므로 실제 산업에서 실용적으로 이용될 수 있다.

발명의 실시를 위한 구체적인 내용

- <17> 상술한 목적, 특징 및 장점은 첨부된 도면을 참조하여 상세하게 후술되어 있는 상세한 설명을 통하여 보다 명확해 질 것이며, 그에 따라 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자가 본 발명의 기술적 사상을 용이하게 실시할 수 있을 것이다. 또한, 본 발명을 설명함에 있어서 본 발명과 관련된 공지 기술에 대한 구체적인 설명이 본 발명의 요지를 불필요하게 흐릴 수 있다고 판단되는 경우에 그 상세한 설명을 생략하기로 한다. 이하, 첨부된 도면을 참조하여 본 발명에 따른 바람직한 실시예를 상세히 설명하기로 한다.
- <18> 본 발명은 정련, 열처리, 탈지, 에칭, 센시타이징, 액티브에이팅, 코팅 및 건조로 이루어진 일반적인 코팅 공정에서, 사용된 보조성분들의 종류와 양을 특정하게 조절하고, 코어 물질로서 이용되는 휘스커 분말의 구조 및 크기를 특정하였으며, 은의 환원 석출 중에 미세 입자의 응집을 방지하고 휘스커 분말 표면에 은입자를 균일하게 코팅하기 위하여 분산제를 이용하여 휘스커 분말을 미세분산시킨 후 코팅하는 것을 특징으로 한다. 이러한 방법에 의하여 은 코팅된 휘스커 분말은 내부식성 및 전자과 차폐 효율이 현저하게 향상된 효과를 얻을 수 있다.
- <19> 일반적으로 은 코팅은 치환 코팅과 환원 코팅의 두 가지 방법에 의하여 이루어지고 있다. 치환 코팅의 경우에는 코팅의 대상이 되는 코어 물질의 표면이 일부 녹아서 전자를 은 전자에 제공하여 석출시키는, 즉 자리를 바꾸어 주는 형식으로 코팅되어지는 방법이며, 환원 코팅은 코어 물질이 전자를 공급할 수 없는 경우 환원제를 첨가하여 인위적으로 전자를 은 전자에 공급하여 환원석출시키는 방법이다. 본 발명에서는 후자인 환원 코팅 방법을 이용하여 휘스커 분말에 은을 코팅하는 것이다.
- <20> 본 발명에 있어서는 종래 은 코팅의 코어 물질로 이용되는 구리 분말 등의 경우 부식 문제로 인하여 제한적 용도에만 적용되었던 문제점을 해결하기 위하여 코어 물질로서 휘스커 분말을 이용함으로써 내부식성과 전자과 차폐 효율을 더욱 향상시킬 수 있다는 점에 특징이 있다.
- <21> 휘스커(whisker)는 수염결정이라고도 하는 침상결정으로서, 순수한 또는 이론적인 원자배열에 의해 거의 완전히 성장한 단결정으로 생각된다. 적당한 조건의 용액에서 석출하거나 금속산화물을 수소 등으로 환원 또는 열분해함으로써, 또는 증기의 응축 등에 의해 장시간에 걸쳐 생성하는 경우도 있는데, 수염모양의 침상결정이 되는 것이 특징으로서 큰 인장강도를 가지고 있어 복합재의 강화용 등으로 이용되는 소재이다.
- <22> 본 발명에서는 이러한 휘스커 분말을 은 코팅을 위한 코어 물질로 적용함으로써 내부식성 문제를 해결하고 높은 전자과 차폐 효율을 얻을 수 있다. 본 발명에 이용될 수 있는 휘스커 분말은 특히 제한되는 것은 아니나, SiC, 흑연, 알루미늄 및 $9Al_2O_3 \cdot 2B_2O_3$ 로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종 이상인 것이 바람직하다. 이러한 휘스커 분말 등은 그 특징상 매우 미세한 구조를 가지고 있으며 강도가 높아 어떠한 외부가공 방법에도 그 고유한 특성을 유지하는 성질을 가지므로, 본 발명에 적합하게 이용될 수 있다.
- <23> 또한, 휘스커 분말의 길이는 5~30 μm 의 범위이며, 직경은 0.1~1.0 μm 의 범위인 것이 바람직하다. 휘스커 분말의 크기가 상기 범위를 초과하면, 입자가 너무 커서 이를 페이스트화하거나 쉬트로 형성하는 경우 표면이 거칠고 원하는 물성을 얻을 수 없는 문제점이 있다. 또한, 입자 크기가 상기 범위 미만인 경우에는 입자가 너무 작아 세척 및 여과과정에 너무 시간이 많이 소요되며 입자 분산단계에서 많은 양의 분산제와 분산시간을 소요하는 문제점이 있다.
- <24> 본 발명에 따른 휘스커 분말의 은 코팅 방법은 분말 표면의 전처리 단계로서 휘스커 분말을 탈지 및 에칭하는 단계, 및 상기 탈지 및 에칭된 휘스커 분말을 센시타이징(sensitizing)하는 단계를 포함한다.
- <25> 탈지 및 에칭 단계는 각각 코팅 대상이 되는 코어 물질 표면의 유지분, 산화물, 이물질 등을 제거함으로써 표면에 대한 은의 접착성을 향상시키기 위한 코팅의 전단계이다. 특히, 에칭을 수행함으로써 물질 표면에 친수성을 부여하여 코팅이 용이하도록 해준다. 본 발명에서 탈지 및 에칭은 염화제일주석, 염화팔라듐, 또는 그 혼합물을 이용하는 것이 바람직하며, 이에 제한되는 것은 아니다. 탈지 및 에칭은 휘스커 분말을 탈지 용액 및 에칭 용액에서 1~30분 동안, 바람직하게는 약 10분 정도 반응시킴으로써 이루어질 수 있으며, 이에 따라 휘스커 분말 표면은 은 코팅이 용이하게 이루어질 수 있도록 전처리된다.
- <26> 센시타이징 단계는 코어 물질인 휘스커 분말의 표면에 감성을 부여하여 은과의 접착성을 향상시키기 위한 전처리 단계로서, 염화제일주석, 염화팔라듐, 또는 그 혼합물을 이용하여 이루어지는 것이 바람직하다. 구체적으로는 탈지 및 에칭된 휘스커 분말을 상기 염화제일주석, 염화팔라듐, 또는 그 혼합물 용액에 5~60분 동안, 바람직하게는 약 20분 정도 침적시킴으로써 휘스커 분말의 표면을 센시타이징시킬 수 있다.
- <27> 이와 같이 센시타이징시킨 후, 분산액을 형성하기 전에 공지된 방법에 따라 세척 및 건조 단계를 거칠 수 있다.
- <28> 본 발명에 따른 코팅 방법에서는 상기 탈지 및 에칭 후, 센시타이징된 휘스커 분말을 분산제에 의하여 안정하게

분산시킨 분산액을 형성하는 것을 특징으로 한다. 즉, 휘스커 분말을 분산제를 함유한 용액에 가하고, 균질믹서 등을 이용하여 교반함으로써 휘스커 분말이 분산된 분산액을 형성한다. 본 발명에서는 이와 같이 분산액을 형성함으로써 은의 환원 석출 중에 미세한 휘스커 분말의 응집을 방지하여 휘스커 분말 표면에 은을 균일하게 코팅할 수 있게 된다. 전술한 바와 같이 본 발명에서 이용하는 휘스커 분말은 매우 미세한 입자이므로 분산 단계를 거치지 않고 은을 코팅하게 되면 서로 응집하게 되어 은 코팅이 불균일하게 이루어질 수 있으므로, 균일 코팅을 위하여 이러한 분산액을 형성하는 것은 매우 중요하다.

<29> 본 발명에서는 분산액과 휘스커 분말 입자의 결합을 촉진시키기 위해 균질믹서를 사용하여 약 1000~6000rpm사이에서 분산액을 형성하는 것이 특히 바람직하다. 이와 같이 분산제와 잘 결합된 휘스커 입자는 수용액 상에서 전기적인 반발에 의해 안정된 분산현탁액을 형성하게 된다. 휘스커 분말을 분산제를 이용하여 안정한 분산현탁액으로 형성함으로써, 휘스커 분말 표면에 미세한 은입자를 코팅시키는 후속 환원코팅단계에서 나타나는 입자간의 응집현상을 전기적인 반발에 의해 막을 수 있으므로, 휘스커 분말 입자 표면에 은입자가 더욱 균일하게 코팅될 수 있다.

<30> 분산액 형성에 이용될 수 있는 분산제는 폴리스티렌 술폰산염, 나프탈렌 술폰산염, 리그닌 술폰산염, 폴리아크릴산염 및 폴리카본산으로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종 이상의 분산제인 것이 바람직하며, 이에 제한되는 것은 아니다. 또한, 상기 분산제는 휘스커 분말에 대하여 0.5~20중량% 비율로 사용하는 것이 바람직하다. 상기 범위를 초과하는 경우 휘스커 분말의 입자 표면에 분산제가 과다하게 결합되어 분산효과는 좋아지나 오히려 센시타이징의 효과를 저해하는 문제점이 나타나며, 상기 범위 미만인 경우 분산효과가 떨어지는 문제점이 있다.

<31> 상기와 같이 형성된 휘스커 분말의 분산액을 은 화합물, 착제 및 안정제를 포함하는 용액에 혼합한 후, 환원제를 첨가하여 코팅하게 된다.

<32> 본 발명에서 이용할 수 있는 은 화합물은 질산은이 바람직하며, 휘스커 분말에 대해 30~80중량%의 함량으로 은 코팅될 수 있도록 첨가되는 것이 바람직하며, 60~70중량% 첨가되는 것이 가장 바람직하다. 은코팅 함량이 휘스커 분말의 30중량% 미만인 경우에는 은입자가 휘스커 분말 입자 표면에 균일하게 코팅되지 않아 전도도가 많이 떨어지며, 또한 은코팅 함량이 80중량%를 초과하는 경우에는 너무 과도한 은코팅으로 인해 휘스커 분말 입자 표면의 은코팅이 균일하게 이루어지지 않고 입자의 분산성이 떨어지는 문제점이 있다.

<33> 착제는 휘스커 분말의 표면에 코팅되기 전에 은을 액티베이션(activation)시키기 위해서 첨가되는 것으로, 본 발명에서는 착제로서 암모니아수를 사용하는 것이 바람직하며, 이에 제한되는 것은 아니다. 상기 착제는 1~1200ml/ℓ의 함량으로 첨가되는 것이 바람직하며, 10~900ml/ℓ로 첨가되는 것이 가장 바람직하다. 착제가 1ml/ℓ 미만인 경우에는 은 착화합물이 형성되지 않아 은코팅이 이루어지지 않으며, 또한 착제의 함량이 1200ml/ℓ를 초과하는 경우에는 너무 많은 은 착화합물의 형성으로 세척 및 건조과정에서 여분의 착화합물이 제거되지 않고 잔존하여 수득된 결과물의 은코팅 색상이 변하는 문제점이 발생할 우려가 있다.

<34> 은 코팅 시 사용되는 은 화합물에 암모니아수를 첨가하면 하기 반응식 1과 같은 화학반응을 통하여 산화은의 흑갈색 침전이 생긴다.

반응식 1

<35>
$$2\text{AgNO}_3 + 2\text{NH}_3 + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Ag}_2\text{O} + 2\text{NH}_4\text{NO}_3$$

<36> 이 산화은은 암모니아수와 다시 반응하여 은의 암모니아 착화합물을 형성하여 용해된다.

반응식 2

<37>
$$\text{Ag}_2\text{O} + 4\text{NH}_3 + \text{H}_2\text{O} \rightarrow 2\text{Ag}(\text{NH}_3)_2\text{OH}$$

<38> 또한, 본 발명에서 이용되는 안정제는 휘스커 분말에 은을 안정적으로 코팅하고, 미세분말의 분산 및 균일한 코팅에 도움을 주기 위한 것이다. 이러한 안정제로는 중탄산암모늄 및 탄산암모늄으로 이루어진 군에서 선택되는 어느 하나를 사용하는 것이 바람직하며, 이에 제한되는 것은 아니다. 상기 안정제는 0.01~1200g/ℓ의 함량으로 첨가되는 것이 바람직하며, 10~700g/ℓ로 첨가되는 것이 은의 안정적이고 균일한 코팅, 미세분말의 분산 측면에서 가장 바람직하다.

<39> 이와 같이 형성된 은의 암모니아 착화합물은 환원제에 의해 분말의 표면상에서 환원석출되어 코팅이 되며, 환원제는 하이드라진 모노하이드레이트(hydrazine monohydrate), 포르말린(formaline), 포도당(glucose), 아스코브

산(ascorbic acid), 당알코올(sugar alcohol) 및 보로하이드라이드(borohydride)로 이루어진 군에서 선택되는 어느 하나를 사용하는 것이 바람직하고, 0.01~250g/ℓ 함량으로 첨가되는 것이 바람직하며, 0.1~40g/ℓ로 첨가되는 것이 가장 바람직하다. 또한 환원제는 5분 이내로 첨가하는 것이 바람직하다. 가장 바람직하게는 1~3분 동안 첨가한다.

<40> 은 착제가 환원제와 반응하여 분말의 표면에 은을 식출시키는 과정을 반응식으로 나타내면 다음과 같다.

반응식 3

<41>
$$\text{Ag}(\text{NH}_3)_2\text{OH} + \text{H} \rightarrow \text{Ag} + 2\text{NH}_3 + \text{H}_2\text{O}$$

<42> 한편, 환원제를 첨가한 후 코팅시키는 과정은 5~98℃에서 5~60분 동안 수행되는 것이 바람직하다. 코팅시간은 15~45분인 것이 가장 바람직하다.

<43> 상기 코팅방법으로 코팅된 은 코팅 휘스커 분말은 내부식성이 있으며 전자파 차폐 효율이 높다.

<44> 이하 실시예에 의하여 본 발명을 상세히 설명한다.

<45> 단, 하기 실시예는 본 발명을 예시하는 것일 뿐, 본 발명의 내용이 하기 실시예에 한정되는 것은 아니다.

<46> [실시예 1] 은 코팅 휘스커 분말의 제조 1

<47> $9\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{B}_2\text{O}_3$, 직경 0.5~1.0 μm , 길이 10~30 μm , 겉보기 밀도(Apparent density) 0.23인 휘스커 분말 50g을 휘스커 탈지용액(DAC-2050, 전영화학), 에칭 용액(GT-250MG, 전영화학)에서 10분간 반응시킨 후 순수로 세척하였다. 이 분말을 염화제일주석 용액 10g/ℓ 용액에서 20분간 침적시키고 순수로 세척하여 80℃ 오븐에서 완전 건조시켰다. 건조된 휘스커 분말을 폴리스티렌 술폰산염 2.5g을 용해시킨 순수 200ml에 투입한 후, 균질믹서를 이용하여 5분간 6000rpm으로 강력교반하여 분산시켜 휘스커 분말의 분산액을 제조하였다. 이 휘스커 분말의 분산액을, 질산은 184.1g/ℓ 을 암모니아 수 400ml/ℓ, 암모니아염(중탄산 암모늄) 310g/ℓ 이 혼합된 용액에 첨가하고 환원제로 하이드라진 하이드레이트 55.2g/ℓ 을 첨가하였다. 이후 40℃ 온도의 도금조에서 은 코팅을 실시하였다.

<48> [실시예 2] 은 코팅 휘스커 분말의 제조 2

<49> $9\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{B}_2\text{O}_3$, 직경 0.5~1.0 μm , 길이 10~30 μm , 겉보기 밀도 0.23인 휘스커 분말 50g을 휘스커 탈지용액, 에칭 용액에서 10분간 반응시킨 후 순수로 세척하였다. 이 분말을 염화제일주석 용액 10g/ℓ 용액에서 20분간 침적시키고 순수로 세척하여 80℃ 오븐에서 완전건조시켰다. 건조된 휘스커 분말을 폴리스티렌 술폰산염 2.5g을 용해시킨 순수 200ml에 투입한 후, 균질믹서를 이용하여 5분간 6000rpm으로 강력교반하여 분산시켜 휘스커 분말의 분산액을 제조하였다. 이 휘스커 분말의 분산액을 질산은 118.35g/ℓ 을, 암모니아 수 200ml/ℓ, 암모니아염(중탄산 암모늄) 310g/ℓ 이 혼합된 용액에 첨가하고 환원제로 하이드라진 하이드레이트 55.2g/ℓ 을 첨가하였다. 이후 40℃ 온도의 도금조에서 은 코팅을 실시하였다.

<50> [실시예 3] 은 코팅 휘스커 분말의 제조 3

<51> $9\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{B}_2\text{O}_3$, 직경 0.5~1.0 μm , 길이 10~30 μm , 겉보기 밀도 0.23인 휘스커 분말 50g을 휘스커 탈지용액, 에칭 용액에서 10분간 반응시킨 후 순수로 세척하였다. 이 분말을 염화제일주석 용액 10g/ℓ 용액에서 20분간 침적시키고 순수로 세척하여 80℃ 오븐에서 완전건조시켰다. 건조된 휘스커 분말을 폴리스티렌 술폰산염 5.0g을 용해시킨 순수 200ml에 투입한 후, 균질믹서를 이용하여 5분간 6000rpm으로 강력교반하여 분산시켜 휘스커 분말의 분산액을 제조하였다. 이 휘스커 분말의 분산액을, 질산은 184.1g/ℓ 을 암모니아 수 400ml/ℓ, 암모니아염(중탄산 암모늄) 310g/ℓ 이 혼합된 용액에 첨가하고 환원제로 하이드라진 하이드레이트 55.2g/ℓ 을 첨가하였다. 이후 40℃ 온도의 도금조에서 은 코팅을 실시하였다.

<52> [실시예 4] 은 코팅 휘스커 분말의 제조 4

<53> $9\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{B}_2\text{O}_3$, 직경 0.5~1.0 μm , 길이 10~30 μm , 겉보기 밀도 0.23인 휘스커 분말 50g을 휘스커 탈지용액, 에칭 용액에서 10분간 반응시킨 후 순수로 세척하였다. 이 분말을 염화제일주석 용액 10g/ℓ 용액에서 20분간 침적시키고 순수로 세척하여 80℃ 오븐에서 완전건조시켰다. 건조된 휘스커 분말을 폴리스티렌 술폰산염 5.0g을 용해시킨 순수 200ml에 투입 후 균질믹서를 이용하여 5분간 6000rpm으로 강력교반하여 분산시켜 휘스커 분산액을 제조하였다. 이 휘스커 분말의 분산액을 질산은 118.35g/ℓ 을 암모니아 수 200ml/ℓ, 암모니아염(중탄산 암모늄) 310g/ℓ 이 혼합된 용액에 첨가하고 환원제 하이드라진 하이드레이트 55.2g/ℓ 을 첨가하였다. 이후 40℃ 온도의

도금조에서 은 코팅을 실시하였다.

<54> [비교예]

<55> $9Al_2O_3 \cdot 2B_2O_3$, 직경 0.5~1.0 μm , 길이 10~30 μm , 겉보기 밀도 0.23인 휘스커 분말 50g을 휘스커 탈지용액(DAC-2050, 전영화학), 에칭 용액(GT-250MG, 전영화학)에서 10분간 반응시킨 후 순수로 세척하였다. 이 분말을 염화제일주석용액 10g/ℓ 용액에서 20분간 침적시키고 순수로 세척하여 80℃ 오븐에서 완전건조시켰다. 질산은 184.1g/ℓ 및 AMP를 은이 침전 후 재용해될때까지 첨가하였다. 휘스커 분말은 프렉토오즈 105.3g을 용해시킨 용액에 넣고 잘 분산시켰다. 여기에 은액을 넣고 25분간 반응시키고, 수세하여 건조하였다.

<56> [시험예 1 내지 5] 은 코팅 휘스커 분말의 특성시험

<57> 상기 실시예 1 내지 4에서 제조한 은 코팅 휘스커 분말(시험예 1 내지 4) 및 비교예에서 제조한 은 코팅 휘스커 분말(시험예 5)의 저항값을 측정하였다. 또한 주사전자현미경에 의해 표면 특성을 관찰하여 그 결과를 하기 표 1에 기재하였다.

표 1

특성	시험예 1	시험예 2	시험예 3	시험예 4	시험예 5
표면색상	은색	은색	은색	은색	회색
저항 ($\Omega/\square$)	0.047	0.12	0.07	0.10	18

<59> 상기 표 1에서 나타난 바와 같이 본 발명에 따라서 제조된 은 코팅 휘스커 분말은 표면에 은이 잘 둘러싸여 있고(도 1, 2, 3 및 4 참조), 색상도 은색에 가까웠으며 저항값도 낮았다. 특히, 실시예 1에서 제조한 은 코팅 휘스커 분말은 도 1에서와 같이 은이 분말의 표면을 매우 잘 둘러싸고 있고 저항값도 0.047 $\Omega/\square$ 로 매우 낮다.

<60> 반면, 본 발명에 따른 분산액 형성 과정을 거치지 않고, 안정제를 이용하지 않은 비교예에서 제조한 은 코팅 휘스커 분말은 도 5에서와 같이 분말의 색상이 회색으로 상품의 가치가 떨어지는 결과를 보였으며 또한 저항값도 높았다.

<61> 즉, 본 발명에 따라 제조된 은 코팅 휘스커 분말이 표면 특성이 우수하고 저항값이 낮아 전자파 차폐 효율이 우수함을 확인하였다.

<62> 이상에서 설명한 본 발명은 본 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 있어 본 발명의 기술적 사상을 벗어나지 않는 범위 내에서 여러 가지 치환, 변형 및 변경이 가능하므로 전술한 실시예 및 첨부된 도면에 의해 한정되는 것이 아니다.

도면의 간단한 설명

<63> 도 1은 본 발명의 실시예 1에 따라 제조된 은 코팅 휘스커 분말의 주사전자현미경(Scanning Electron Microscope) 사진이다.

<64> 도 2는 본 발명의 실시예 2에 따라 제조된 은 코팅 휘스커 분말의 주사전자현미경 사진이다.

<65> 도 3은 본 발명의 실시예 3에 따라 제조된 은 코팅 휘스커 분말의 주사전자현미경 사진이다.

<66> 도 4는 본 발명의 실시예 4에 따라 제조된 은 코팅 휘스커 분말의 주사전자현미경 사진이다.

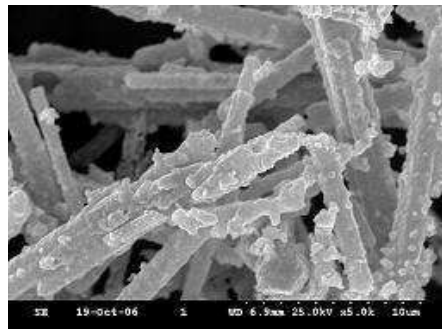
<67> 도 5는 본 발명의 비교예에 따라 제조된 은 코팅 휘스커 분말의 주사전자현미경 사진이다.

도면

도면1



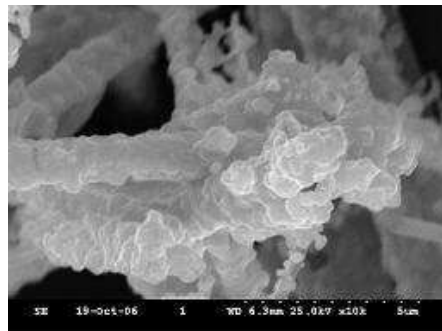
도면2



도면3



도면4



도면5

