



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101528594 B

(45) 授权公告日 2012. 05. 30

(21) 申请号 200780040144. 8

C09D 7/12 (2006. 01)

(22) 申请日 2007. 10. 15

C09D 201/00 (2006. 01)

(30) 优先权数据

C09J 11/04 (2006. 01)

293174/2006 2006. 10. 27 JP

C09J 201/00 (2006. 01)

(85) PCT申请进入国家阶段日

H01L 23/29 (2006. 01)

2009. 04. 27

H01L 23/31 (2006. 01)

(86) PCT申请的申请数据

(56) 对比文件

PCT/JP2007/070075 2007. 10. 15

CN 1640817 A, 2005. 07. 20, 说明书实施例.

(87) PCT申请的公布数据

JP 昭 62 - 226807 A, 1987. 10. 05, 说明书实
施例.

W02008/053694 JA 2008. 05. 08

JP 昭 60-103008 A, 1985. 06. 07, 说明书实
施例.

(73) 专利权人 东亚合成株式会社

JP 特开 2001 - 267337 A, 2001. 09. 28, 说明
书摘要.

地址 日本东京

(72) 发明人 大野康晴

US 5085845 A, 1992. 02. 04, 说明书实施例.

(74) 专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专

审查员 刘静

利商标事务所 11038

代理人 王健

(51) Int. Cl.

C01B 25/37 (2006. 01)

C01B 25/45 (2006. 01)

C08K 3/32 (2006. 01)

C08L 101/00 (2006. 01)

权利要求书 1 页 说明书 13 页

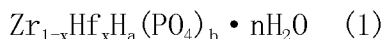
(54) 发明名称

新型层状磷酸锆化合物

(57) 摘要

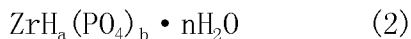
本发明提供通式 (1) 表示的新型层状磷酸
锆化合物,它是在耐热性和耐化学品性方面优
异的离子交换剂颗粒并且可用作电子材料的杂
质离子俘获剂,抗菌剂原料,除臭剂,变色抑制
剂,防锈剂等,并且在各种可加工性方面也优异。
$$\text{Zr}_{1-x}\text{Hf}_x\text{H}_a(\text{PO}_4)_b \cdot n\text{H}_2\text{O} \quad (1)$$
 其中 a 和 b 是满足
 $3b-a=4$ 的正数;b 是满足 $2 < b \leq 2.3$ 的数;x
是满足 $0 \leq x < 1$ 的正数;n 是满足 $0 \leq n \leq 2$ 的
正数。

1. 由如下所示的通式 (1) 表示的层状磷酸锆化合物：



其中 a 和 b 是满足 $3b-a=4$ 的正数 ;b 是满足 $2 < b \leq 2.3$ 的数 ;x 是满足 $0 \leq x < 1$ 的正数 ;n 是满足 $0 \leq n \leq 2$ 的正数。

2. 根据权利要求 1 的层状磷酸锆化合物,其中通式 (1) 由如下所示的通式 (2) 表示：



其中 a 和 b 是满足 $3b-a=4$ 的正数 ;b 是满足 $2 < b \leq 2.3$ 的数 ;n 是满足 $0 \leq n \leq 2$ 的正数。

3. 根据权利要求 1 的层状磷酸锆化合物,其中通式 (1) 中的 x 是满足 $0 < x \leq 0.2$ 的数。

4. 根据权利要求 1-3 中任一项的层状磷酸锆化合物,它是通过湿常压合成方法合成的。

5. 密封电子组件的树脂组合物,它包含根据权利要求 1-4 中任一项的层状磷酸锆化合物。

6. 根据权利要求 5 的密封电子组件的树脂组合物,它还包含无机阴离子交换剂。

7. 密封电子组件的树脂,它是通过固化根据权利要求 5 或 6 的密封电子组件的树脂组合物而获得的。

8. 电子组件,它是通过用根据权利要求 5 或 6 的密封电子组件的树脂组合物密封器件而获得的。

9. 包含根据权利要求 1-4 中任一项的层状磷酸锆化合物的清漆、粘合剂或糊剂。

10. 根据权利要求 9 的清漆、粘合剂或糊剂,它还包含无机阴离子交换剂。

11. 包含根据权利要求 9 或 10 的清漆、粘合剂或糊剂的产品。

新型层状磷酸锆化合物

技术领域

[0001] 本发明涉及新型层状磷酸锆化合物,它是在耐热性和耐化学品性方面优异的离子交换剂并且可用作电子材料中杂质离子的俘获剂,抗菌剂原料,除臭剂,变色抑制剂,防锈剂,插层原料等。

背景技术

[0002] 磷酸锆基无机离子交换剂由于它们的特征而用于各种应用。

[0003] 磷酸锆基无机离子交换剂包括无定形的那些,和具有二维层状结构或三维网络结构的结晶的那些。 $Zr_2(PO_4)_3 \cdot nH_2O$ (它是具有二维层状结构的层状磷酸锆) 在离子交换性能、耐热性、耐化学品性、耐辐照性等方面是尤其优异的,并且应用于电子材料中杂质离子的俘获剂、放射性废物的固定、固体电解质、气体吸附 / 分离剂、防锈剂、催化剂、插层载体、抗菌剂原料等。

[0004] 迄今,各种类型的层状磷酸盐是已知的并且它们的各种类型的合成方法也是已知的。例如,存在 $Zr(PO_4)_2 \cdot H_2O$ 、 $Zr(PO_4)_2 \cdot 2H_2O$ 、 $Ti(PO_4)_2 \cdot H_2O$ 、 $Ti(PO_4)_2 \cdot 2H_2O$ 、 $Hf(PO_4)_2 \cdot H_2O$ 和 $Sn(PO_4)_2 \cdot 2H_2O$ (例如,参见专利文件 1) 和 $M(IV)(PO_4)_x \cdot nH_2O$ (其中 $M(IV)$ 是四价金属) (例如,参见专利文件 2)。

[0005] 层状磷酸锆化合物尤其容易合成并且性能等方面是优异的,并因此已经提出了它们的各种生产方法。例如,存在专利文件 3、专利文件 4 和专利文件 5。层状磷酸锆化合物的合成方法包括水热法,其中将原料混合在水中或使之处在含水状态,此后加压并加热以进行合成,和湿法,其中将原料混合在水中,此后在常压下加热以进行合成。

[0006] 例如,用环氧树脂密封 LSI、IC、杂化 IC、晶体管、二极管、闸流晶体管和它们的杂化组件。环氧树脂还用作最近日益需求的软性印刷电路板的粘合剂。用于电子组件的此类密封材料要求抑制由来源于原料的离子杂质或从外面侵入的水分所引起的破坏,并且具有各种特性,包括阻燃性、高粘合性、抗裂性和包括高体积电阻率的电性能。

[0007] 通常用作电子组件密封材料的环氧树脂由作为主组分的环氧化合物,和另外地,环氧化合物固化剂、固化促进剂、无机填料、阻燃剂、颜料、硅烷偶联剂等组成。

[0008] 另外,半导体的近来的更高度集成已经引起铝的腐蚀的更早产生,这归因于 IC 芯片上铝互连宽度的减小。这种腐蚀主要被侵入用作密封材料的环氧树脂的水分推进。因为在使用时由于互连宽度的减小产生更多热,所以将大量阻燃剂例如氧化铈、溴化环氧树脂和无机氢氧化物添加到环氧树脂中,从而进一步推进由铝等制成的互连件的腐蚀。

[0009] 在软性印刷电路板中,铜互连件的迁移由于类似原因而较早产生。

[0010] 已知一种包含用于印刷线路板的环氧树脂的组合物,该环氧树脂共混有无机离子交换剂例如阳离子交换剂、阴离子交换剂或两性离子交换剂 (例如,参见专利文件 6)。

[0011] 由浸渍有环氧树脂或聚苯醚树脂和离子俘获剂的芳纶构成的印制电路板是已知的。离子俘获剂由离子交换树脂和无机离子交换剂示例;并且作为无机离子交换剂,描述了铈-铈基无机离子交换剂和锆基无机离子交换剂 (例如,参见专利文件 7)。

[0012] 含离子俘获剂的绝缘清漆是已知的；并且使用这种绝缘清漆制造了多层印刷线路板。离子俘获剂由活性碳、沸石、硅胶、活化氧化铝、活化粘土、水合五氧化二锑、磷酸锆化合物和水滑石示例（例如，参见专利文件 8）。

[0013] 其中共混了无机离子吸附剂的多层线路板用粘合剂膜是已知的。所述无机离子吸附剂由活性碳、沸石、硅胶、活化氧化铝、活化粘土、水合五氧化二锑、磷酸锆化合物和水滑石示例（例如，参见专利文件 9）。

[0014] 含离子俘获剂的环氧树脂粘合剂是已知的。该离子俘获剂由阴离子交换剂和阳离子交换剂示例（例如，参见专利文件 10）。

[0015] 包含离子俘获剂、银粉等的导电性环氧树脂糊剂是已知的。该离子俘获剂由水合硝酸铋、镁铝水滑石和氧化锑示例（例如，参见专利文件 11）。

[0016] 专利文件 1：日本专利特许公开号 03-150214

[0017] 专利文件 2：日本专利特许公开号 59-102808

[0018] 专利文件 3：日本专利特许公开号 60-103008

[0019] 专利文件 4：日本专利特许公开号 62-226807

[0020] 专利文件 5：日本专利特许公开号 61-270204

[0021] 专利文件 6：日本专利特许公开号 05-140419

[0022] 专利文件 7：日本专利特许公开号 09-314758

[0023] 专利文件 8：日本专利特许公开号 10-287830

[0024] 专利文件 9：日本专利特许公开号 10-330696

[0025] 专利文件 10：日本专利特许公开号 10-13011

[0026] 专利文件 11：日本专利特许公开号 10-7763

发明内容

[0027] 待由本发明解决的问题

[0028] 本发明的目的是提供结晶层状磷酸锆化合物，它是在耐热性和耐化学品性方面优异的离子交换剂颗粒并且可用作电子材料中杂质离子的俘获剂，抗菌剂原料，除臭剂，变色抑制剂，防锈剂，插层原料等，并且在各种可加工性方面优异。

[0029] 解决问题的手段

[0030] 作为为了解决上述问题而进行的深入研究的结果，本发明人已经发现通过利用由显示如下的通式 (1) 表示的新型层状磷酸锆化合物可以解决所述问题：

[0031]
$$\text{Zr}_{1-x}\text{Hf}_x\text{H}_a(\text{PO}_4)_b \cdot n\text{H}_2\text{O} \quad (1)$$

[0032] 其中 a 和 b 是满足 $3b-a=4$ 的正数；b 是满足 $2 < b \leq 2.3$ 的数；x 是满足 $0 \leq x < 1$ 的正数；n 是满足 $0 \leq n \leq 2$ 的正数，并因此完成了本发明。

[0033] 即，本发明提供：

[0034] <1> 由显示如下的通式 (1) 表示的层状磷酸锆化合物：

[0035]
$$\text{Zr}_{1-x}\text{Hf}_x\text{H}_a(\text{PO}_4)_b \cdot n\text{H}_2\text{O} \quad (1)$$

[0036] 其中 a 和 b 是满足 $3b-a=4$ 的正数；b 是满足 $2 < b \leq 2.3$ 的数；x 是满足 $0 \leq x < 1$ 的正数；n 是满足 $0 \leq n \leq 2$ 的正数；

[0037] <2> 根据上述项 1 的层状磷酸锆化合物，其中通式 (1) 由如下的通式 (2) 表示：

[0038] $\text{ZrH}_a(\text{PO}_4)_b \cdot n\text{H}_2\text{O}$ (2)

[0039] 其中 a 和 b 是满足 $3b-a=4$ 的正数 ;b 是满足 $2 < b \leq 2.3$ 的数 ;n 是满足 $0 \leq n \leq 2$ 的正数 ;

[0040] <3> 根据上述项 1 的层状磷酸锆化合物,其中通式 (1) 中的 x 是满足 $0 < x \leq 0.2$ 的数 ;

[0041] <4> 根据上述项 1-3 中任一项的层状磷酸锆化合物,它是通过湿常压合成方法合成的 ;

[0042] <5> 密封电子组件的树脂组合物,它包含根据上述项 1-4 中任一项的层状磷酸锆化合物 ;

[0043] <6> 根据上述项 5 的密封电子组件的树脂组合物,它还包含无机阴离子交换剂 ;

[0044] <7> 密封电子组件的树脂,它是通过固化根据上述项 5 或 6 的密封电子组件的树脂组合物而获得的 ;

[0045] <8> 电子组件,它是通过用根据上述项 5 或 6 的密封电子组件的树脂组合物密封器件而获得的 ;

[0046] <9> 包含根据上述项 1-4 中任一项的层状磷酸锆化合物的清漆、粘合剂或糊剂 ;

[0047] <10> 根据上述项 9 的清漆、粘合剂或糊剂,它还包含无机阴离子交换剂 ;和

[0048] <11> 包含根据上述项 9 或 10 的清漆、粘合剂或糊剂的产品。

[0049] 本发明优点

[0050] 本发明的层状磷酸锆化合物可以用作无机离子交换剂。与普通的层状磷酸锆化合物 $\text{ZrH}_2(\text{PO}_4)_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ 相比,该层状磷酸锆化合物具有更高的离子交换性能并且可以应用于更宽范围的领域。

[0051] 本发明的最佳实施方式

[0052] 在下文中,将描述本发明。在此, " %" 表示质量%。

[0053] 本发明的新型层状磷酸锆化合物由上面所示的通式 (1) 表示。

[0054] 在本发明中,通式 (1) 中的 b 是满足 $2 < b \leq 2.3$,优选 $2.01 \leq b \leq 2.1$,更优选 $2.02 \leq b \leq 2.06$ 的正数。通式 (1) 的含有更大量磷酸的层状磷酸锆化合物具有更高的离子交换性能,但是使其它物理性能恶化,例如,变得更容易洗脱磷酸根离子。

[0055] 在本发明中,通式 (1) 中的 x 是满足 $0 \leq x < 1$ 的正数。即,本发明的层状磷酸锆化合物包括其中通式 (1) 中的 x 是 0 的层状磷酸锆化合物和其中通式 (1) 中的 x 满足 $0 < x < 1$ 的层状磷酸锆化合物。其中该通式中的 x 满足 $0 < x < 1$ 的层状磷酸锆化合物优选是满足 $0 < x \leq 0.2$,更优选 $0.005 \leq x \leq 0.1$,更加优选 $0.005 \leq x < 0.03$ 的层状磷酸锆化合物。在本发明中,更高含量的锆提供更高的离子交换性能,但是锆中存在放射性同位素,并因此当层状磷酸锆化合物用于电子组件时,过高的锆含量可能不利地影响该电子组件。

[0056] 在本发明中,通式 (1) 中的 n 是满足 $0 \leq n \leq 2$ 的正数 ;n 优选小于 1,更优选 0.01-0.5,更加优选 0.03-0.3。当 n 超过 2 时,层状磷酸锆化合物含有大绝对量的水分,并因此可能在加工等期间引起发泡、水解等。

[0057] 本发明层状磷酸锆化合物的合成方法是其中各种原料在水溶液中反应的湿法。具体来说,如下合成它 :将含锆化合物的水溶液和含磷酸和 / 或其盐的水溶液混合以产生沉淀,并使该沉淀熟化。

[0058] 当进行合成时,如果需要的话,可以添加草酸化合物。草酸化合物的添加能够实现较高速度的有效合成和原料的少浪费,并因此这种添加根本上是优选的。

[0059] 熟化可以在环境温度下进行,并且优选在湿润气氛中在常压下在 90℃或更高的温度下进行以加速该熟化,并且该合成可以在水热条件下进行,该水热条件是指在高于常压的压力下和超过 100℃的温度下的气氛条件。当本发明的层状磷酸锆化合物在水热条件下合成时,考虑到制造成本,优选该合成在 130℃或更低下进行。

[0060] 本发明层状磷酸锆化合物合成所花费的时间不受特别限制,只要层状磷酸锆化合物可以在时限中合成。例如,将磷酸和 / 或其盐和锆化合物混合以产生沉淀,此后熟化该沉淀以获得层状磷酸锆化合物。熟化时间取决于熟化温度。例如,对于在 90℃下的熟化,熟化时间优选是 4 小时或更多。即使进行熟化 24 小时或更多,层状磷酸锆化合物的含量也很可能达到该限度。

[0061] 进一步过滤,用水充分洗涤,干燥并磨碎如此合成的层状磷酸锆化合物而获得白色微颗粒状层状磷酸锆化合物。

[0062] 可用作本发明层状磷酸锆化合物的合成原料的锆化合物由硝酸锆、乙酸锆、硫酸锆、碳酸锆、碱性硫酸锆、硫酸氧锆和氧氯化锆示例,并且优选是硝酸锆、乙酸锆、硫酸锆、碳酸锆、碱性硫酸锆、硫酸氧锆和氧氯化锆,考虑到反应性和收益性,更优选是氧氯化锆。

[0063] 可用作本发明层状磷酸锆化合物的合成原料的磷酸或磷酸盐由磷酸、磷酸钠、磷酸钾和磷酸铵示例,并且优选是磷酸,更优选是具有大约 75 质量% -85 质量%的高浓度的磷酸。

[0064] 可用作本发明层状磷酸锆化合物的合成原料的草酸化合物由草酸二水合物、草酸铵和草酸氢铵示例,并且优选是草酸二水合物。

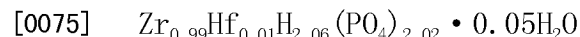
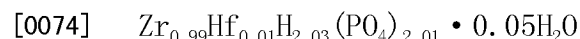
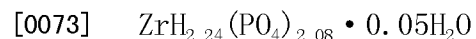
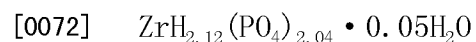
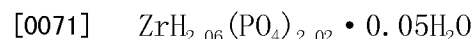
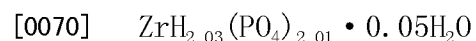
[0065] 将在下文中描述本发明层状磷酸锆化合物的合成原料的共混比例。

[0066] 根据相对于锆化合物的摩尔配料比,磷酸或磷酸盐的共混比例大于 2,优选 2.05 或更高,更优选 2.1 或更高。磷酸或磷酸盐的共混比例可以远超过锆化合物,但是考虑到上层清液的导电率,摩尔配料比是 3 或更低,优选 2.9 或更低,更优选 2.6 或更低。如果比例在上述范围中,则本发明层状磷酸锆化合物可以制造,并因此是优选的。

[0067] 根据相对于锆化合物的摩尔比,用于本发明层状磷酸锆化合物合成的草酸的共混比例是 2.5-3.5,更优选 2.7-3.2,更加优选 2.8-3.0。在本发明中,上述摩尔比促进本发明层状磷酸锆化合物的合成,并因此是优选的。

[0068] 用于本发明层状磷酸锆化合物合成的反应浆料中的固体含量令人希望地是 3wt% 或更高,并且考虑到包括收益率的效率,优选是 7% -15%。在本发明中,这种浓度促进本发明层状磷酸锆化合物的合成并因此是优选的。

[0069] 本发明层状磷酸锆化合物的具体的优选实例如下。



- [0076] $\text{Zr}_{0.99}\text{Hf}_{0.01}\text{H}_{2.12}(\text{PO}_4)_{2.04} \cdot 0.05\text{H}_2\text{O}$
[0077] $\text{Zr}_{0.99}\text{Hf}_{0.01}\text{H}_{2.24}(\text{PO}_4)_{2.08} \cdot 0.05\text{H}_2\text{O}$
[0078] $\text{Zr}_{0.98}\text{Hf}_{0.02}\text{H}_{2.03}(\text{PO}_4)_{2.01} \cdot 0.05\text{H}_2\text{O}$
[0079] $\text{Zr}_{0.98}\text{Hf}_{0.02}\text{H}_{2.06}(\text{PO}_4)_{2.02} \cdot 0.05\text{H}_2\text{O}$
[0080] $\text{Zr}_{0.98}\text{Hf}_{0.02}\text{H}_{2.12}(\text{PO}_4)_{2.04} \cdot 0.05\text{H}_2\text{O}$
[0081] $\text{Zr}_{0.98}\text{Hf}_{0.02}\text{H}_{2.24}(\text{PO}_4)_{2.08} \cdot 0.05\text{H}_2\text{O}$
[0082] $\text{Zr}_{0.97}\text{Hf}_{0.03}\text{H}_{2.03}(\text{PO}_4)_{2.01} \cdot 0.05\text{H}_2\text{O}$
[0083] $\text{Zr}_{0.94}\text{Hf}_{0.06}\text{H}_{2.03}(\text{PO}_4)_{2.01} \cdot 0.05\text{H}_2\text{O}$
[0084] $\text{Zr}_{0.9}\text{Hf}_{0.1}\text{H}_{2.03}(\text{PO}_4)_{2.01} \cdot 0.05\text{H}_2\text{O}$

[0085] 中值粒径

[0086] 本发明中使用的中值粒径如下测定：将层状磷酸锆化合物分散在水中，并通激光衍射粒度分析器测量它。

[0087] 本发明层状磷酸锆化合物的中值粒径是 $0.05\text{--}5\text{ }\mu\text{m}$ ，优选 $0.2\text{--}2.0\text{ }\mu\text{m}$ ，更优选 $0.3\text{--}1.5\text{ }\mu\text{m}$ 。另外，考虑到可加工性，不但平均粒径，而且最大粒径和散布程度都是重要的；并且 $10\text{ }\mu\text{m}$ 或更小的最大粒径更有效地显示本发明优点，并因此是优选的。

[0088] 离子交换能力

[0089] 本发明中的离子交换能力使用氢氧化钠水溶液测量。进行的测量包括：将 1g 样品和 50ml 0.1mol/L 的氢氧化钠水溶液加入 100ml 的聚乙烯瓶，在 40°C 下摇动该混合物 20 小时，此后通过 ICP 测量上层清液的钠离子浓度。通过经由与上述相同只是不加样品的程序测量钠离子浓度而获得的值定义为计算离子交换能力的空白值。

[0090] 本发明层状磷酸锆化合物的离子交换能力是 3.0meq/g 或更高，更优选 4.0meq/g 或更高，更加优选 5.0meq/g 或更高且 8meq/g 或更低。

[0091] 离子交换率

[0092] 使用中性氯化钠水溶液测量本发明中的离子交换率。进行的测量包括：将 1g 样品和 50ml 0.05mol/L 的氯化钠水溶液加入 100ml 的聚乙烯瓶，在 40°C 下摇动该混合物 20 小时，此后通过 ICP 测量上层清液的钠离子浓度。通过经由与上述相同只是不加样品的程序测量钠离子浓度而获得的值定义为计算离子交换率的空白值。即，如果上层清液中的钠离子全部与阴离子交换剂吸附，并且不存在，则离子交换率是 100% 。

[0093] 本发明层状磷酸锆化合物的离子交换率是 50% 或更高，更优选 55% 或更高，更加优选 60% 或更高。

[0094] 导电率

[0095] 如下测量本发明中的上层清液的导电率：将去离子水添加样品中，搅拌该混合物，并测量其上层清液的导电率。进行的测量包括：将 0.5g 样品和 50ml 去离子水加入 100ml 聚丙烯瓶，在 90°C 下维持该混合物 20 小时，此后测量该上层清液的导电率。

[0096] 本发明层状磷酸锆化合物的上层清液的导电率是 $200\text{ }\mu\text{S/cm}$ 或更低，更优选 $170\text{ }\mu\text{S/cm}$ 或更低，更加优选 $140\text{ }\mu\text{S/cm}$ 或更低且 $30\text{ }\mu\text{S/cm}$ 或更高。

[0097] α 剂量

[0098] 本发明中的 α 剂量是通过用低能级 α - 射线测量仪器测量样品获得的值。

[0099] 本发明层状磷酸锆化合物的 α 剂量优选是 $0.15\text{C/cm}^2 \cdot \text{H}$ 或更低，更优选 0.11C/

$\text{cm}^2 \cdot \text{H}$ 或更低,更加优选 $0.08\text{C}/\text{cm}^2 \cdot \text{H}$ 或更低且 $5\text{mC}/\text{cm}^2 \cdot \text{H}$ 或更高。本发明中高的 α 剂量可能引起电子组件的故障。

[0100] 例如,本发明层状磷酸锆化合物是具有 3.0meq/g 或更高的阴离子交换能力, $200\ \mu\text{S}/\text{cm}$ 或更低的上层清液导电率和 $0.15\text{C}/\text{cm}^2 \cdot \text{H}$ 或更低的 α 剂量的离子交换剂。

[0101] 因为本发明的层状磷酸锆化合物是粉末,所以它可以照原样使用或在加工之后使用。本发明的层状磷酸锆化合物可以呈例如,悬浮液、颗粒、纸状体、丸粒、模制品例如片材和薄膜、喷剂、多孔体和纤维形式。它们可以进一步加工成涂料、无纺织物、泡沫片、纸、塑料、无机板等。

[0102] 本发明层状磷酸锆化合物在离子交换性能、耐热性、耐化学品性、耐辐照性等方面是优异的,并且可以应用于水处理的金属俘获剂,电子组件的离子俘获剂,放射性废物的固定,固体电解质,气体吸附/分离剂,除臭剂,变色抑制剂,防锈剂,催化剂,插层载体,抗菌剂等原料,并且因为它是物理/化学稳定的白色微颗粒,所以还可以应用于颜料,防粘连剂等。

[0103] 密封电子组件的树脂组合物

[0104] 用于密封电子组件的含有本发明层状磷酸锆化合物的树脂组合物中所使用的树脂可以是热固性树脂例如酚树脂、脲树脂、蜜胺树脂、不饱和聚酯树脂和环氧树脂,或热塑性树脂例如聚乙烯、聚苯乙烯、氯乙烯和聚丙烯,优选是热固性树脂。本发明的用于密封电子组件的树脂组合物中所使用的热固性树脂优选是酚树脂和环氧树脂,最优选环氧树脂。

[0105] 密封电子组件的环氧树脂组合物

[0106] 可用于本发明的环氧树脂不受限制,只要它们用作密封电子组件的树脂。例如,可以使用在一个分子中具有两个或更多个环氧基并且可固化的任何种类的树脂,包括已经用作模塑材料的那些,例如苯酚酚醛清漆型环氧树脂、双酚 A 环氧树脂、双酚 F 环氧树脂和脂环族环氧树脂。为了改进本发明组合物的抗湿性,优选使用氯离子含量为 10ppm 或更低和可水解氯含量为 $1,000\text{ppm}$ 或更低的环氧树脂。

[0107] 在本发明中,密封电子组件的树脂组合物优选含有固化剂和固化促进剂。

[0108] 作为本发明中使用的固化剂,可以使用任何作为环氧树脂组合物用固化剂已知的那些。优选的具体实例是酸酐、胺固化剂和酚醛清漆固化剂。

[0109] 作为本发明中使用的固化促进剂,可以使用任何作为环氧树脂组合物用固化促进剂已知的那些。优选的具体实例是胺促进剂、磷促进剂和咪唑促进剂。

[0110] 本发明的用于密封电子组件的树脂组合物可以根据需要与已知用来与模塑树脂共混的组分共混。此类组分由无机填料、阻燃剂、用于无机填料的偶联剂、着色剂和脱模剂示例。这些组分称为与模塑用环氧树脂共混的组分。无机填料的优选的具体实例包括结晶氧化硅粉末、石英玻璃粉末、熔凝氧化硅粉末、氧化铝粉末和滑石。在这些之中,结晶氧化硅粉末、石英玻璃粉末和熔凝氧化硅粉末是廉价和优选的。阻燃剂的实例是氧化锑、卤化环氧树脂、氢氧化镁、氢氧化铝、红磷化合物和磷酸盐化合物;偶联剂的实例是硅烷偶联剂和钛偶联剂;脱模剂的实例是蜡例如脂族石蜡和更高级脂族醇。

[0111] 除了上述组分之外,可以共混反应性稀释剂、溶剂、触变赋予剂等。具体来说,反应性稀释剂由丁基苯基缩水甘油醚示例;溶剂由甲基乙基酮示例;触变赋予剂由有机改性膨润土示例。

[0112] 相对于 100 质量份用于密封电子组件的树脂组合物,本发明层状磷酸锆化合物的优选共混比例是 0.1-10 质量份,更优选 1-5 质量份。采用 0.1 质量份或更高的比例,可以清楚地观察到阴离子可除去性和抗湿可靠性。相反,采用超过 10 质量份的比例,效果通常达到极限。

[0113] 本发明层状磷酸锆化合物与无机阴离子交换剂结合使用可以提高本发明层状磷酸锆化合物的阳离子俘获能力,并预期具有俘获阴离子型离子的效果。无机阴离子交换剂是具有阴离子交换性的无机物。

[0114] 本发明层状磷酸锆化合物与无机阴离子交换剂的共混比例不受特别限制,但是按照质量比优选是 100 : 0-20 : 80。当制备用于密封电子组件的树脂组合物时,本发明层状磷酸锆化合物和阴离子交换剂可以分开地共混,或作为通过预先将这些组分均匀混合获得的混合物一起共混。优选的共混方法是使用混合物的方法,原因在于这允许这些组分的组合使用的效果得到进一步提高。

[0115] 无机阴离子交换剂的具体实例优选是水滑石化合物和其煅烧产物、水合的氧化铋、氢氧化硝酸铋、水合氢氧化锆、水合氢氧化镁和水合氢氧化铝。

[0116] 本发明的用于密封电子组件的树脂组合物可以容易地通过由已知方法将上述原料混合来获得。例如,将上述原料适合地混合,并在加热下在捏和机中将该混合物捏合而获得半固化树脂组合物;并将该半固化树脂组合物冷却,然后通过已知的手段磨碎,并根据需要,形成用于使用的片剂。

[0117] 本发明的层状磷酸锆化合物可以用于各种应用例如电子组件或电气组件的密封、涂覆和绝缘。

[0118] 本发明的层状磷酸锆化合物可以进一步用作树脂例如氯乙烯的稳定剂,防锈剂等。

[0119] 用于密封电子组件的含有本发明层状磷酸锆化合物的树脂组合物可以用于例如,支承构件例如引线框、绕线带载体、线路板、玻璃和其上安装了器件的硅晶片,该器件包括有源器件例如半导体芯片、晶体管、二极管和闸流晶体管,和无源器件例如电容器、电阻器和线圈。密封电子组件的本发明树脂组合物还可以有效地用于印刷电路板。可以类似地使用用于密封电子组件的含有本发明层状磷酸锆化合物的环氧树脂组合物。

[0120] 作为使用本发明用于密封电子组件的树脂组合物或本发明用于密封电子组件的环氧树脂组合物密封器件的方法,低压传递模塑方法是最常用的,但是也可以使用注射模塑方法、压缩模塑方法或类似方法。

[0121] 对线路板的应用

[0122] 如下产生线路板:用热固性树脂例如环氧树脂形成印刷线路的基材并将铜箔等粘结到该基材上,然后让该组件经历蚀刻过程和类似过程以制造电路。然而,近年来,由于电路的高致密化、电路的多层化、绝缘层的厚度减薄等,发生了腐蚀和绝缘失效的问题。当制造线路板时,本发明层状磷酸锆化合物的添加可以阻止此种腐蚀。另外,向线路板的绝缘层添加本发明层状磷酸锆化合物也可以阻止线路板的腐蚀和类似现象。因此,含本发明层状磷酸锆化合物的线路板可以抑制由腐蚀和类似现象所引起的缺陷产品的出现。相对于线路板或线路板的绝缘层的树脂的固体含量 100 质量份,优选按 0.1-5 质量份的量添加本发明的层状磷酸锆化合物。其中可以含有无机阴离子交换剂。

[0123] 对粘合剂的添加

[0124] 通过利用粘合剂将电子组件等安装在线路板等的基材上。将本发明层状磷酸锆化合物添加到在这种情况下使用的粘合剂中可以抑制由腐蚀和类似现象所引起的缺陷产品的出现。相对于粘合剂的树脂的固体含量 100 质量份,优选按 0.1-5 质量份的量添加本发明的层状磷酸锆化合物。其中可以含有无机阴离子交换剂。

[0125] 将本发明层状磷酸锆化合物添加到当将电子组件等连接或线绕在线路板上时使用的导电粘合剂和类似物中可以抑制由腐蚀和类似现象所引起的缺陷。导电粘合剂由含导电性金属例如银的那些示例。相对于导电粘合剂的树脂的固体含量 100 质量份,优选按 0.1-5 质量份的量添加本发明的层状磷酸锆化合物。其中可以含有无机阴离子交换剂。

[0126] 对清漆的添加

[0127] 可以使用含本发明层状磷酸锆化合物的清漆制造电气产品、印刷线路板、电子组件等。清漆由含热固性树脂例如环氧树脂作为主组分的那些示例。相对于清漆的树脂的固体含量 100 质量份,优选按 0.1-5 质量份的量添加本发明的层状磷酸锆化合物。其中可以含有无机阴离子交换剂。

[0128] 对糊剂的添加

[0129] 本发明的层状磷酸锆化合物可以添加到含银粉等的糊剂中。糊剂是指用作焊接和类似方法的助剂以便改进待彼此连接的金属间的粘附的那些。因此,可以抑制腐蚀性物质从糊剂的产生。相对于糊剂中的树脂的固体含量 100 质量份,优选按 0.1-5 质量份的量添加本发明的层状磷酸锆化合物。其中可以含有无机阴离子交换剂。

[0130] 实施方案

[0131] 本发明层状磷酸锆化合物的实施方案包括例如,以下两个。

[0132] 由通式 (1) 表示的层状磷酸锆化合物,它是通过湿合成方法在常压下合成的,其中相对于锆化合物按大于 2 但不超过 3 的摩尔配料比添加磷酸或磷酸盐。

[0133] 由通式 (1) 表示的层状磷酸锆化合物,它是通过湿合成方法在常压下合成的,其中使用草酸化合物。

[0134] < 实施例 >

[0135] 在下文中,将经由实施例描述本发明,但是本发明不限于它们。在此,“ % ”表示质量 % ; “ 份 ” 表示质量份。

[0136] 实施例 1

[0137] 将 0.272mol 氧氯化锆八水合物溶于 850ml 去离子水,此后在其中溶解 0.788mol 草酸二水合物。在搅拌下将 0.57mol 磷酸添加到该溶液中。搅拌和回流该溶液 8 小时。在冷却后,用水充分洗涤所获得的沉淀,此后在 105℃ 下干燥而获得磷酸锆化合物。作为所获得的磷酸锆化合物的测量结果,证实是层状磷酸锆化合物。

[0138] 经由通过在氢氟酸添加的硝酸中煮沸和溶解该层状磷酸锆化合物而获得的溶液的 ICP 测量计算该层状磷酸锆化合物的组成通式。结果,组成通式是:

[0139] $\text{ZrH}_{2.03}(\text{PO}_4)_{2.01} \cdot 0.05\text{H}_2\text{O}$.

[0140] 该层状磷酸锆化合物的中值粒径 (激光衍射颗粒尺寸分布分析器, HORIBA Ltd., LA-700) 的测量结果是 0.94 μ m。

[0141] 实施例 2

[0142] 将 0.272mol 氧氯化锆八水合物溶于 850ml 去离子水,此后在其中溶解 0.788mol 草酸二水合物。在搅拌下将 0.60mol 磷酸添加到该溶液中。搅拌和回流该溶液 8 小时。在冷却后,用水充分洗涤所获得的沉淀,此后在 105℃ 下干燥而获得磷酸锆化合物。作为所获得的磷酸锆化合物的测量结果,证实是层状磷酸锆化合物。

[0143] 用和实施例 1 中一样的方法测量该层状磷酸锆化合物的组成通式等。组成通式是:

[0144] $\text{ZrH}_{2.06}(\text{PO}_4)_{2.02} \cdot 0.05\text{H}_2\text{O}$, 中值粒径是 0.96 μm 。

[0145] 实施例 3

[0146] 将 0.272mol 氧氯化锆八水合物溶于 850ml 去离子水,此后在其中溶解 0.788mol 草酸二水合物。在搅拌下将 0.70mol 磷酸添加到该溶液中。搅拌和回流该溶液 8 小时。在冷却后,用水充分洗涤所获得的沉淀,此后在 105℃ 下干燥而获得磷酸锆化合物。作为所获得的磷酸锆化合物的测量结果,证实是层状磷酸锆化合物。用和实施例 1 中一样的方法测量该层状磷酸锆化合物的组成通式等。组成通式是:

[0147] $\text{ZrH}_{2.12}(\text{PO}_4)_{2.04} \cdot 0.05\text{H}_2\text{O}$, 中值粒径是 0.93 μm 。

[0148] 实施例 4

[0149] 将 0.272mol 含 0.18% 钪的氧氯化锆八水合物溶于 850ml 去离子水,此后在其中溶解 0.788mol 草酸二水合物。在搅拌下将 0.57mol 磷酸添加到该溶液中。搅拌和回流该溶液 8 小时。在冷却后,用水充分洗涤所获得的沉淀,此后在 105℃ 下干燥而获得磷酸锆化合物。作为所获得的磷酸锆化合物的测量结果,证实是层状磷酸锆化合物。

[0150] 用和实施例 1 中一样的方法测量该层状磷酸锆化合物的组成通式等。组成通式是:

[0151] $\text{Zr}_{0.99}\text{Hf}_{0.01}\text{H}_{2.03}(\text{PO}_4)_{2.01} \cdot 0.05\text{H}_2\text{O}$, 中值粒径是 1.0 μm 。

[0152] 实施例 5

[0153] 将 0.272mol 含 0.18% 钪的氧氯化锆八水合物溶于 850ml 去离子水,此后在其中溶解 0.788mol 草酸二水合物。在搅拌下将 0.60mol 磷酸添加到该溶液中。搅拌和回流该溶液 8 小时。在冷却后,用水充分洗涤所获得的沉淀,此后在 105℃ 下干燥而获得磷酸锆化合物。作为所获得的磷酸锆化合物的测量结果,证实是层状磷酸锆化合物。

[0154] 用和实施例 1 中一样的方法测量该层状磷酸锆化合物的组成通式等。组成通式是:

[0155] $\text{Zr}_{0.99}\text{Hf}_{0.01}\text{H}_{2.06}(\text{PO}_4)_{2.02} \cdot 0.05\text{H}_2\text{O}$, 中值粒径是 0.95 μm 。

[0156] 实施例 6

[0157] 将 0.272mol 含 0.54% 钪的氧氯化锆八水合物溶于 850ml 去离子水,此后在其中溶解 0.788mol 草酸二水合物。在搅拌下将 0.57mol 磷酸添加到该溶液中。搅拌和回流该溶液 8 小时。在冷却后,用水充分洗涤所获得的沉淀,此后在 105℃ 下干燥而获得磷酸锆化合物。作为所获得的磷酸锆化合物的测量结果,证实是层状磷酸锆化合物。用和实施例 1 中一样的方法测量该层状磷酸锆化合物的组成通式等。组成通式是:

[0158] $\text{Zr}_{0.97}\text{Hf}_{0.03}\text{H}_{2.03}(\text{PO}_4)_{2.01} \cdot 0.05\text{H}_2\text{O}$, 中值粒径是 0.95 μm 。

[0159] < 对比实施例 1 >

[0160] 将 0.272mol 氧氯化锆八水合物溶于 850ml 去离子水,此后在其中溶解 0.788mol

草酸二水合物。在搅拌下将 0.544mol 磷酸添加到该溶液中。搅拌和回流该溶液 8 小时。在冷却后,用水充分洗涤所获得的沉淀,此后在 105℃ 下干燥而获得磷酸锆化合物。作为所获得的磷酸锆化合物的测量结果,证实是层状磷酸锆化合物。用和实施例 1 中一样的方法测量该层状磷酸锆化合物的组成通式等。组成通式是:

[0161] $\text{ZrH}_2(\text{PO}_4)_2 \cdot 0.05\text{H}_2\text{O}$, 中值粒径是 1.0 μm 。

[0162] < 对比实施例 2 >

[0163] 将 0.272mol 氧氯化锆八水合物溶于 850ml 去离子水,此后在其中溶解 0.788mol 草酸二水合物。在搅拌下将 0.5mol 磷酸添加到该溶液中。搅拌和回流该溶液 8 小时。在冷却后,用水充分洗涤所获得的沉淀,此后在 105℃ 下干燥而获得磷酸锆化合物。作为所获得的磷酸锆化合物的测量结果,证实是层状磷酸锆化合物。

[0164] 用和实施例 1 中一样的方法测量该层状磷酸锆化合物的组成通式等。组成通式是:

[0165] $\text{ZrH}_{1.97}(\text{PO}_4)_{1.99} \cdot 0.05\text{H}_2\text{O}$, 中值粒径是 1.1 μm 。

[0166] < 对比实施例 3 >

[0167] 将 0.272mol 氧氯化锆八水合物溶于 850ml 去离子水,此后在其中溶解 0.788mol 草酸二水合物。

[0168] 在搅拌下将 0.85mol 磷酸添加到该溶液中。搅拌和回流该溶液 8 小时。在冷却后,用水充分洗涤所获得的沉淀,此后在 105℃ 下干燥而获得磷酸锆化合物。作为所获得的磷酸锆化合物的测量结果,证实是层状磷酸锆化合物。

[0169] 用和实施例 1 中一样的方法测量该层状磷酸锆化合物的组成通式等。组成通式是:

[0170] $\text{ZrH}_{2.36}(\text{PO}_4)_{2.12} \cdot 0.05\text{H}_2\text{O}$, 中值粒径是 1.0 μm 。

[0171] 实施例 7

[0172] 将 0.272mol 含 1.2% 铅的氧氯化锆八水合物溶于 850ml 去离子水,此后在其中溶解 0.788mol 草酸二水合物。在搅拌下将 0.57mol 磷酸添加到该溶液中。搅拌和回流该溶液 8 小时。在冷却后,用水充分洗涤所获得的沉淀,此后在 105℃ 下干燥而获得磷酸锆化合物。作为所获得的磷酸锆化合物的测量结果,证实是层状磷酸锆化合物。

[0173] 用和实施例 1 中一样的方法测量该层状磷酸锆化合物的组成通式等。组成通式是:

[0174] $\text{Zr}_{0.94}\text{Hf}_{0.06}\text{H}_{2.03}(\text{PO}_4)_{2.01} \cdot 0.05\text{H}_2\text{O}$, 中值粒径是 1.0 μm 。

[0175] 实施例 8

[0176] 将 0.272mol 含 2.0% 铅的氧氯化锆八水合物溶于 850ml 去离子水,此后在其中溶解 0.788mol 草酸二水合物。在搅拌下将 0.57mol 磷酸添加到该溶液中。搅拌和回流该溶液 8 小时。在冷却后,用水充分洗涤所获得的沉淀,此后在 105℃ 下干燥而获得磷酸锆化合物。作为所获得的磷酸锆化合物的测量结果,证实是层状磷酸锆化合物。

[0177] 用和实施例 1 中一样的方法测量该层状磷酸锆化合物的组成通式等。组成通式是:

[0178] $\text{Zr}_{0.9}\text{Hf}_{0.1}\text{H}_{2.03}(\text{PO}_4)_{2.01} \cdot 0.05\text{H}_2\text{O}$, 中值粒径是 1.0 μm 。

[0179] < 离子交换能力的测量 >

[0180] 将 1.0g 实施例 1 中获得的层状磷酸铝化合物添加到 50ml 0.1mol/L 氢氧化钠水溶液中,并在 40℃下搅拌 20 小时。过滤所得溶液并测量滤液中的钠浓度以测定离子交换能力。还类似地试验实施例 2-8 和对比实施例 1-5 中获得的层状磷酸铝化合物以测定它们的离子交换能力。这些结果在表 1 中示出。

[0181] < 离子交换率的测量 >

[0182] 将 1.0g 实施例 1 中获得的层状磷酸铝化合物添加到 50ml 0.05mol/L 氯化钠水溶液中,并在 40℃下搅拌 20 小时。过滤所得溶液并测量滤液中的钠浓度以测定离子交换率。还类似地试验实施例 2-8 和对比实施例 1-5 中获得的层状磷酸铝化合物以测定它们的离子交换率。这些结果在表 1 中示出。

[0183] < 上层清液导电率的测量 >

[0184] 将 0.5g 实施例 1 中获得的层状磷酸铝化合物添加到 50ml 去离子水中,并在 95℃下加热 20 小时。过滤所得溶液并测量上层清液的导电率。还类似地试验实施例 2-8 和对比实施例 1-5 中获得的层状磷酸铝化合物以测定它们的上层清液的导电率。

[0185] 这些结果在表 1 中示出。

[0186] < α 剂量的测量 >

[0187] 通过低能级 α 射线测量仪器 (Sumika Chemical Analysis Service, Ltd., LACS-4000M) 测量实施例 1 中获得的层状磷酸铝化合物的 α 剂量。还类似地试验实施例 2-8 和对比实施例 1-5 中获得的层状磷酸铝化合物以测定它们的 α 剂量。这些结果在表 1 中示出。

[0188] 表 1

[0189]

	离子交换能力 (meq/g)	离子交换率	上层清液导电率 ($\mu\text{S}/\text{cm}$)	α 剂量 ($\text{C}/\text{cm}^2 \cdot \text{H}$)
实施例1	6.7	65%	100	0.03
实施例2	6.8	72%	110	0.03
实施例3	6.9	78%	120	0.03
实施例4	6.7	70%	100	0.05
实施例5	6.8	78%	110	0.05
实施例6	6.7	82%	100	0.07
实施例7	6.7	83%	100	0.16
实施例8	6.7	84%	100	0.3
对比实施例1	6.7	45%	100	0.03
对比实施例2	6.5	35%	80	0.03
对比实施例3	7.1	85%	300	0.03

[0190] 如从表 1 看出的那样,本发明的新型层状磷酸铝化合物与常规层状磷酸铝化合物相比在离子可交换性方面优异。

[0191] 因为对比实施例的层状磷酸铝化合物在离子可交换性 (对比实施例 1 和 2) 方面逊色,或尽管在可交换性方面优异但上层清液导电率方面高 (对比实施例 3),所以它们不

能用于电子材料的应用。

[0192] 因此,本发明新型层状磷酸铝化合物可以广泛地特别用于电子材料领域。

[0193] 实施例 9

[0194] 将 2 份实施例 1 中合成的层状磷酸铝化合物添加到 100 份用于柔性印刷电路板的覆盖层的环氧树脂粘合剂中以获得粘合剂。将该粘合剂涂覆到聚酰亚胺膜上,并使之达到 B- 阶段而制造柔性电路板的覆盖层。

[0195] 此外,提供用于柔性电路板的镀铜板,它具有由聚酰胺树脂制成的基础膜。使上述覆盖层附着于该镀铜板的表面,并通过热压使之粘结于其上而获得柔性板 1。

[0196] 实施例 10

[0197] 通过与柔性板 1 相同的操作制造柔性板 2,不同在于使用实施例 2 的层状磷酸铝化合物代替实施例 1 的层状磷酸铝化合物。

[0198] 实施例 11

[0199] 通过与柔性板 1 相同的操作制造柔性板 3,不同在于使用实施例 3 的层状磷酸铝化合物代替实施例 1 的层状磷酸铝化合物。

[0200] 实施例 12

[0201] 通过与柔性板 1 相同的操作制造柔性板 4,不同在于使用实施例 4 的层状磷酸铝化合物代替实施例 1 的层状磷酸铝化合物。

[0202] 实施例 13

[0203] 通过与柔性板 1 相同的操作制造柔性板 5,不同在于使用实施例 5 的层状磷酸铝化合物代替实施例 1 的层状磷酸铝化合物。

[0204] 实施例 14

[0205] 通过与柔性板 1 相同的操作制造柔性板 6,不同在于使用实施例 6 的层状磷酸铝化合物代替实施例 1 的层状磷酸铝化合物。

[0206] 实施例 15

[0207] 通过与柔性板 1 相同的操作制造柔性板 7,不同在于使用 1 份与 1 份无机阴离子交换剂 $\text{Bi}(\text{OH})_{2.65}(\text{NO}_3)_{0.35}$ 结合的实施例 1 的层状磷酸铝化合物代替实施例 1 的仅层状磷酸铝化合物。

[0208] 实施例 16

[0209] 通过与柔性板 1 相同的操作制造柔性板 8,不同在于使用 1 份与 1 份无机阴离子交换剂 $\text{Bi}(\text{OH})_{2.65}(\text{NO}_3)_{0.35}$ 结合的实施例 2 的层状磷酸铝化合物仅代替实施例 1 的层状磷酸铝化合物。

[0210] 实施例 17

[0211] 通过与柔性板 1 相同的操作制造柔性板 9,不同在于使用 1 份与 1 份无机阴离子交换剂 $\text{Bi}(\text{OH})_{2.65}(\text{NO}_3)_{0.35}$ 结合的实施例 3 的层状磷酸铝化合物仅代替实施例 1 的层状磷酸铝化合物。

[0212] < 对比实施例 4 >

[0213] 通过与柔性板 1 相同的操作制造对比柔性板 1,不同在于使用对比实施例 1 的层状磷酸铝化合物代替实施例 1 的层状磷酸铝化合物。

[0214] < 对比实施例 5 >

[0215] 通过与柔性板 1 相同的操作制造对比柔性板 2,不同在于使用对比实施例 2 的层状

磷酸锆化合物代替实施例 1 的层状磷酸锆化合物。

[0216] < 对比实施例 6 >

[0217] 通过与柔性板 1 相同的操作制造对比柔性板 3, 不同在于使用对比实施例 3 的层状磷酸锆化合物代替实施例 1 的层状磷酸锆化合物。

[0218] < 对比实施例 7 >

[0219] 通过与柔性板 1 相同的操作制造对比柔性板 4, 不同在于不使用层状磷酸锆化合物。即, 对比柔性板 4 不包含离子交换剂。

[0220] < 离子从捏合树脂的提取试验 >

[0221] 将 3g 柔性板 1 和 30ml 离子交换水装入聚四氟乙烯压力容器, 并在 125℃ 下加热 100 小时。在冷却后, 抽出水, 并通过 ICP 测量溶于水的钠离子和铜离子的浓度。结果在表 2 中示出。测量上层清液的导电率, 并将结果在表 2 中示出。

[0222] 此外, 类似地试验柔性板 2-9 和对比柔性板 1-4, 并将这些结果在表 2 中示出。

[0223] 表 2

[0224]

	Na 离子的浓度 (ppm)	Cu 离子的浓度 (ppm)	导电率 μ S/cm
柔性板 1	1.8	2.8	103
柔性板 2	1.5	2.5	108
柔性板 3	1.3	2.0	111
柔性板 4	1.7	2.4	102
柔性板 5	1.4	2.1	104
柔性板 6	1.6	1.8	101
柔性板 7	1.0	1.5	80
柔性板 8	0.8	1.3	78
柔性板 9	0.6	1.0	75
对比柔性板 1	2.5	4.0	100
对比柔性板 2	4.1	4.5	98
对比柔性板 3	1.0	2.2	300
对比柔性板 4	5.0	6.2	105

[0225] 如从表 2 看出的那样, 本发明的新型层状磷酸锆化合物与常规层状磷酸锆化合物相比在对树脂中的 Na 离子和 Cu 离子的俘获性能方面优异。

[0226] 因为对比实施例的层状磷酸锆化合物在离子俘获性能方面逊色, 或尽管在离子俘获性能方面优异但上层清液导电率高, 所以它们不能用于电子材料的应用。

[0227] 因此, 本发明新型层状磷酸锆化合物可以广泛地特别用于电子材料领域。

[0228] 工业应用性

[0229] 本发明的新型层状磷酸锆化合物与现有的层状磷酸锆化合物相比具有优异的离子可交换性。因此, 本发明的新型层状磷酸锆化合物可以广泛地用于各种应用例如高度可靠电子或电气组件的密封、涂覆、绝缘等。另外, 本发明的层状磷酸锆化合物可以用作抗菌剂原料、除臭剂、变色抑制剂、防锈剂等。