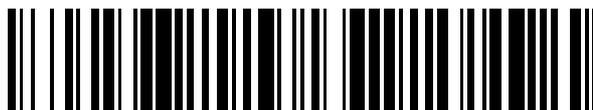


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 498 718**

51 Int. Cl.:

**B22F 1/02** (2006.01)

**B23K 35/36** (2006.01)

**C08L 33/20** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **20.11.2009 E 09828281 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **25.06.2014 EP 2370219**

54 Título: **Polvos metálicos recubiertos de polímero térmicamente descomponible**

30 Prioridad:

**21.11.2008 US 116812 P**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

**25.09.2014**

73 Titular/es:

**HENKEL US IP LLC (50.0%)  
One Henkel Way  
Rocky Hill, CT 06067, US y  
HENKEL IP & HOLDING GMBH (50.0%)**

72 Inventor/es:

**LIU, PUWEI;  
OLSEN, BLAKE y  
HOLLOWAY, MATTHEW JAMES**

74 Agente/Representante:

**ISERN JARA, Jorge**

**ES 2 498 718 T3**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

**DESCRIPCIÓN**

Polvos metálicos recubiertos de polímero térmicamente descomponible

5 Antecedentes de la invención

Campo de la invención

10 La presente invención se refiere a polvos metálicos recubiertos de polímero, tales como polvos metálicos usados en la formación de aleaciones, esferas y pastas de soldadura. Los polvos metálicos están recubiertos con un polímero de cianoacrilato térmicamente descomponible.

Breve descripción de la tecnología relacionada

15 La soldadura se usa de forma generalizada en el ensamblaje de paquetes de semiconductores y dispositivos semiconductores.

Por ejemplo, en el ensamblaje de paquetes de semiconductores se usan bolas o esferas de soldadura, tales como aplicaciones de circuitos invertidos.

20 La pasta de soldadura se usa habitualmente para la soldadura montada sobre la superficie de componentes eléctricos a placas de circuitos. La pasta de soldadura es útil debido a que se puede aplicar sobre zonas seleccionadas de la placa del circuito con sus características de adherencia que proporcionan la capacidad de mantener en su sitio los componentes eléctricos sin adhesivos adicionales antes de formar uniones permanentes a medida que la placa avanza en el proceso de refusión de la soldadura.

30 La pasta de soldadura normalmente comprende un polvo de soldadura, un componente resinoso tal como colofonia, activadores tales como ácidos orgánicos o aminas, agentes de control reológico, espesantes y disolventes. La pasta de soldadura normalmente se recubre sobre la placa del circuito mediante técnicas tales como serigrafía, dispensación, e impresión de transferencia. A continuación, los componentes eléctricos se colocan sobre la placa del circuito y se refunde la pasta de soldadura, con lo que la soldadura se calienta suficientemente para provocar su fusión y a continuación la soldadura se enfría suficientemente para provocar su solidificación.

35 Un problema en la industria asociado al uso de pasta de soldadura es que con frecuencia tiene una vida útil corta e impredecible, por ejemplo, normalmente de un mes a seis meses aproximadamente. La impredecibilidad de la vida útil está provocada, al menos en parte, por variaciones en el tiempo transcurrido desde que se prepara el polvo de soldadura hasta el momento en que se mezcla con el fundente para formar la pasta de soldadura, produciendo así variaciones en el grado de oxidación del polvo de soldadura. Dicho polvo oxidado no se refunde tan bien como el polvo sin oxidar. Además, cuando el polvo de soldadura se combina con el fundente, que de por sí es corrosivo, el polvo de soldadura con frecuencia reacciona con el fundente, oxidando así el polvo y reduciendo la acidez, y por tanto la efectividad del fundente. Como consecuencia, el comportamiento de la pasta de soldadura con frecuencia se deteriora con el tiempo. Además, la reacción entre el polvo de soldadura y el fundente normalmente provoca que la viscosidad de la pasta de soldadura se incremente sustancialmente, lo que puede hacer difícil, si no imposible, la impresión de la pasta de la soldadura dependiendo del paso.

45 Se han acometido intentos para reducir la velocidad de reacción entre el polvo de soldadura y el fundente y, de esta forma, incrementar la vida útil de la pasta de soldadura, almacenando la pasta de soldadura en condiciones de refrigeración. No obstante, la refrigeración no es eficaz para compensar los grados de oxidación variables sobre el polvo de soldadura antes de su incorporación a la pasta de soldadura.

50 También se ha informado de que el polvo de soldadura se ha recubierto con materiales que no son reactivos con la pasta de soldadura. Por ejemplo, la patente de Estados Unidos nº 4.994.326 desvela que, como recubrimientos, se usan agentes de recubrimiento que son insolubles o muy poco insolubles en un vehículo para pastas de soldadura que incluyen aquellos basados en silicona y flúor tales como, por ejemplo, aceites de silicona, compuestos de alto peso molecular a base de silicona, aceites de silicona fluorados, resinas de fluorosilicona y compuestos de alto peso molecular a base de hidrocarburos fluorados.

60 La patente 326 también desvela una cantidad de material de recubrimiento relativamente grande que se aplica al polvo de soldadura. Aunque la cantidad relativamente grande de material de recubrimiento puede ser eficaz para inhibir la oxidación del polvo de soldadura, por lo general, son poco deseables grandes cantidades de material de recubrimiento puesto que pueden generar una barrera que puede inhibir la refusión de la soldadura. Además, dichas grandes cantidades de material de recubrimiento pueden provocar la obstrucción física y/o impurezas que producen unas malas características de refusión, tales como una humectación inadecuada del sustrato por parte del fundente que puede provocar una mala difusión de la soldadura y una conexión discontinua de la soldadura.

65 Además, la patente 326 desvela el uso de hidrocarburos fluorados que se usan como disolventes en el recubrimiento

de polvo de soldadura. Actualmente, los hidrocarburos fluorados se consideran un contaminante medioambiental y su uso en general es poco deseable.

La patente de Estados Unidos nº 6.416.863 se refiere y reivindica un método de encapsulación de polvos metálicos de soldadura en el que el polvo se dota de una capa protectora delgada de polímero mediante una reacción de polimerización que transcurre sobre la superficie del polvo de soldadura, con las siguientes etapas:

- a) producción de una suspensión de polvo y un líquido hidrófobo,
- b) generación de una capa superficial hidrófoba sobre cada partícula metálica mediante la adición de tensioactivo catiónico con una longitud de la cadena de C<sub>1</sub> a C<sub>20</sub> con agitación continua para formar una estructura ramificada sobre la capa hidrófoba de la etapa (a),
- c) agitación de la mezcla de las etapas a) y b) hasta la formación de una masa homogénea viscosa,
- d) adición de un monómero copolimerizable por radicales a la masa de la etapa c) y que forma un polímero termoplástico con una temperatura de transición vítrea T<sub>g</sub> de al menos 60 °C por debajo de la temperatura de sólidos del polvo de soldadura,
- e) adición de un iniciador orgánico para comenzar una reacción de polimerización interfacial con la incorporación de la capa hidrófoba de la etapa b) y la formación de una capa protectora de polímero termoplástico que tiene características de agente fundente,
- f) introducción de la masa de la etapa e) en una preparación acuosa con agitación continua, en la que la preparación contiene un emulsionante para la estabilización de la suspensión y el control de la reacción de polimerización atemperando de 50 °C a 90 °C y manteniendo esta temperatura durante al menos 120 minutos, y
- g) enfriamiento, lavado y recuperación del polvo de soldadura encapsulado de las etapas e) y f). Se ha informado de que los monómeros adecuados para la formación de la pared de encapsulación son monómeros polimerizables por radicales, preferentemente 2-hidroxietiléster metacrílico o metil metacrilato.

La patente de Estados Unidos nº 5.328.522 se refiere y reivindica una pasta de soldadura que comprende

- (i) un fundente y
- (ii) un polvo de soldadura recubierto que comprende partículas de soldadura recubiertas con parileno (que tiene un punto de fusión inferior al de las partículas de soldadura) en una cantidad del 0,001 aproximadamente al 0,5 % en peso aproximadamente en base al peso total del polvo de soldadura recubierto y eficaz para inhibir la oxidación de las partículas de soldadura en la pasta de soldadura sin inhibir sustancialmente en las características de refusión de la pasta de soldadura recubierta.

La patente de Estados Unidos nº 4.452.861 (Okamoto) describe partículas sólidas encapsuladas con polímero de cianoacrilato. Las partículas están encapsuladas para impedir la degradación debido a un entorno reactivo o corrosivo. El polímero de cianoacrilato se usa para recubrir partículas de fósforo y similares que se emplean como recubrimientos en los tubos de rayos catódicos y similares. El polvo de fósforo sulfuro de calcio activado con cerio es el material ilustrativo que se recubre.

La publicación de la solicitud de patente de Estados Unidos nº 2005/0171273 describe una composición curable para la formación de enlaces anisotrópicos conductores que comprende:

- (i) una cantidad de un primer componente curable sustancialmente sin curar; y
- (ii) partículas conductoras recubiertas con el producto curado de un segundo componente curable, en las que las partículas conductoras recubiertas se dispersan dentro del primer componente curable.

Independientemente del estado de la tecnología, sería deseable proporcionar una composición curable como recubrimiento sobre partículas metálicas, en particular aquellas adecuadas para su uso en pastas de soldadura.

#### Sumario de la invención

Así, la presente invención proporciona una partícula metálica que tiene un polímero térmicamente descomponible recubierto sobre al menos una parte de su superficie, en la que el polímero térmicamente descomponible tiene una temperatura de techo por debajo de la temperatura de degradación del polímero térmicamente descomponible y por debajo del punto de fusión de la partícula metálica, dicha partícula metálica que se caracteriza adicionalmente porque:

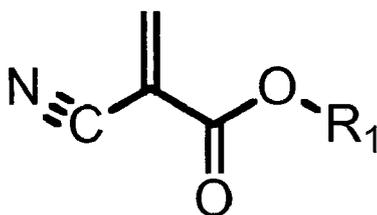
- el polímero térmicamente descomponible es un polímero de cianoacrilato;
- la partícula metálica es soldadura; y
- el recubrimiento polimérico sobre la partícula metálica tiene un espesor de entre 0,0001 y 3,0 µm.

El producto curado del monómero reactivo tiene como función principal la tarea de aislar físicamente las partículas metálicas de la degradación medioambiental, tal como la oxidación y reacciones químicas con el medio fundente. En general, el recubrimiento polimérico actúa como barrera física frente a la oxidación mientras el polvo metálico y/o la

pasta de soldadura en los que está la partícula metálica recubierta se almacena para su uso.

5 El monómero reactivo para su uso sobre el recubrimiento es un cianoacrilato. Los cianoacrilatos se curan por exposición a partículas metálicas, y así desde el punto de vista de la facilidad de curación son una elección deseable como protector. Cuando el polímero de cianoacrilato se descompone, tal como durante la exposición a temperaturas de procesamiento, tal como a la temperatura alcanzada durante la refusión de la soldadura, sus restos son simplemente monómeros de cianoacrilato. Los polímeros de cianoacrilato tienen una temperatura de techo por encima de la cual los polímeros revierten a los monómeros de los que están compuestos. No obstante, la mayoría de polímeros tienen una temperatura de techo que es superior a su temperatura de degradación. Por tanto, en la práctica, para estos polímeros no se observa realmente una temperatura de techo. Otros polímeros, como los polímeros de cianoacrilato, tienen una temperatura de techo muy baja (con frecuencia en el intervalo de 120 aproximadamente a 150 °C aproximadamente).

15 Los monómeros de cianoacrilato en general pueden estar representados mediante la fórmula:



20 en la que R<sub>1</sub> es un grupo alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>40</sub>, cicloalquilo C<sub>3</sub>-C<sub>40</sub>, o alquenilo C<sub>2</sub>-C<sub>40</sub>, siendo opcionales la función hidroxilo o alcoxi y/o uniones éter.

Los monómeros de cianoacrilato adecuados son ésteres de alquilo, alquenilo y alcoxi cianoacrilato, más en particular aquellos en los que el grupo alquilo o alquenilo de dichos ésteres tiene hasta 10 átomos de carbono. El monómero de cianoacrilato se puede seleccionar entre ésteres de metil, etil, n-propil, iso-propil, n-butil, iso-butil, sec-butil, terc-butil, n-pentil, iso-pentil, n-hexil, iso-hexil, n-heptil, iso-heptil, n-octil, n-nonil, alil, metoxietil, etoxietil, 3-metoxibutil y metoxiisopropil cianoacrilato.

Los cianoacrilatos además pueden contener colorantes y pigmentos (compatibles con el cianoacrilato) para permitir la inspección del grado de cobertura de un recubrimiento si está sobre las partículas metálicas o el grado de cobertura de los recubrimientos sobre las partículas.

30 Ejemplos de colorantes adecuados incluyen 1-hidroxi-4-[4-metil-fenilamino]-9,10-antracenediona (violeta D + C N° 2); sal disódica del ácido 6-hidroxi-5-[(4-sulfopenil)oxo]-2-naftilenosulfónico (Amarillo FD + C N° 6); 9-(o-carboxifenil)-6-hidroxi-2,4,5,7-tetrayodo-3H-xantenen-3-ona, sal disódica, monohidrato (Rojo FD + C N° 3); sal disódica del ácido 2-(1,3-dihidro-3-oxo-5-sulfo-2H-indol-2-ilidina)-2,3-dihidro-3-oxo-1H-indol-5-sulfónico (Azul FD + C N° 2); y ftalocianinato de (2-)cobre.

40 En el cianoacrilato se pueden emplear acelerantes de curación, en caso de que una partícula metálica que se debe recubrir sea algo lenta a la hora de reaccionar con el cianoacrilato. Estos incluyen los acelerantes desvelados en la publicación de la solicitud de patente internacional n° WO 01/85861, incorporada en su totalidad en el presente documento por referencia. Otros ejemplos de acelerantes de curación adecuados para su uso en el presente documento incluyen los de las patentes de Estados Unidos n° 6.475.331 (Grismala) y 6.294.629 (O'Dwyer), ambas que se incorporan en su totalidad en el presente documento por referencia.

45 Los polímeros que tienen temperaturas de techo útiles tienen una temperatura de techo en el intervalo de 25 °C-250 °C. En el caso de partículas metálicas que son polvos de soldadura, puede ser útil un polímero que tenga una temperatura de techo en el intervalo de 25 °C-250 °C. En particular es útil una temperatura de techo en el intervalo de 80 °C-250 °C.

50 En ciertas aplicaciones, las partículas metálicas se pueden colocar entre los sustratos, por ejemplo, entre los sustratos conductores tales como en una aplicación de un paquete de semiconductor, de manera que la partícula debe estar suficientemente sin recubrir para formar un camino conductor entre los sustratos para los que forma un puente. En dichas circunstancias, la puesta en contacto de los sustratos puede ser suficiente para "aplanar" (deformar mediante prensado) la partícula metálica y romper suficientemente el recubrimiento.

55 Las partículas metálicas pueden ser de un solo tamaño, es decir, sustancialmente de las mismas dimensiones. Esto puede ser importante si el espacio de unión formado es un paquete o montaje semiconductor, por ejemplo, es deseable de un tamaño particular. No obstante, se pueden usar partículas de dimensiones variables, de manera que tengan una distribución de diámetros relativamente amplia en torno a un valor medio tal como de 0,5 a 100 μm en al menos una dimensión, de forma deseable de 3 a 50 μm. En particular, es deseable que las partículas recubiertas

sean de forma esférica.

El recubrimiento sobre las partículas es inferior a 3 µm, más en particular en el intervalo de 0,001 a 0,2 µm, tal como de 0,004 a 0,4 µm, por ejemplo, de 0,01 a 0,1 µm. El recubrimiento sobre las partículas también se puede determinar en función de la ganancia de peso de las partículas después del proceso de recubrimiento.

El recubrimiento polimérico sobre las partículas metálicas se presta a la estabilidad de las partículas metálicas, y de las formulaciones en las que se usan las partículas metálicas recubiertas, al mitigar la reactividad de las partículas hacia los contaminantes medioambientales o en el caso de una formulación, tal como una pasta de soldadura, hacia los otros componentes que se usan para formar la formulación.

En el contexto de un proceso de refusión de soldadura, tras la aplicación de la pasta de soldadura, el recubrimiento polimérico de al menos parte de las partículas metálicas se retira al menos parcialmente mediante su exposición a las temperaturas elevadas alcanzadas durante la refusión para así exponer la superficie de la partícula metálica, es decir, en este caso, el polvo de soldadura. El recubrimiento metálico también se puede retirar al menos parcialmente mediante rotura física (por ejemplo, aplicando presión suficiente a la partícula para deformarla y provocar la rotura del recubrimiento).

Las partículas metálicas recubiertas de polímero se emplean en pasta de soldadura, tales como en aplicaciones de circuitos invertidos, y en aplicación de esferas de soldadura.

Las partículas metálicas y la formulación recubiertas de polímero, tales como pasta de soldadura, que se preparan con ellas, y esferas de soldadura, son particularmente útiles para establecer interconexiones eléctricas entre chips y sustratos semiconductores.

Se puede usar cualquier tipo/forma de partícula metálica. En particular, las partículas pueden ser esféricas o que tiendan a esfericidad. Los metales adecuados de la partícula metálica incluyen metales elementales tales como estaño, plata, cobre, plomo, cinc, indio, bismuto, y metales de las tierras raras o aleaciones tales como aleaciones de estaño/plata/cobre, estaño/bismuto, estaño/plomo y estaño/indio/bismuto.

La invención también se refiere a un método de formación de un recubrimiento polimérico sobre una partícula metálica que incluye las etapas de:

- a) suministro de una pluralidad de partículas metálicas;
- b) aplicación de un cianoacrilato u otro polímero térmicamente descomponible tal como polímeros de DCPD en condiciones adecuadas para así recubrir sustancialmente al menos una parte de la superficie de la mayoría de las partículas metálicas; y
- c) permitir, en el caso del cianoacrilato, que el cianoacrilato se cure en forma de recubrimiento polimérico sobre las partículas metálicas.

La invención también se refiere a un método de formación de una pasta de soldadura que incluye las etapas de

- a) suministro de cianoacrilato u otro polímero térmicamente descomponible tal como un polvo de soldadura recubierto de polímero de DCPD;
- b) suministro de dos o más componentes de pasta de soldadura seleccionados entre colofonia, activadores, agentes para el control reológico, espesantes, o disolventes; y
- c) mezcla del cianoacrilato u otros polímeros térmicamente descomponibles tales como un polvo de soldadura recubierto de polímero de DCPD con los componentes de la pasta de soldadura para formar una pasta de soldadura.

Al exponer las partículas metálicas al vapor del componente acrilato, se puede formar un recubrimiento uniforme de cianoacrilato polimerizado sobre la superficie de las partículas. La deposición por vapor permite la aplicación de recubrimientos uniformes sobre las partículas. Por ejemplo, las partículas se pueden exponer a cualquier vapor adecuado que se dé a temperatura ambiente, o la temperatura se puede incrementar de forma conveniente para crear el vapor. En el caso de los cianoacrilatos, el contacto del vapor con la superficie de la partícula puede ser suficiente para polimerizar el monómero reactivo. Para la preparación de las partículas metálicas recubiertas se puede emplear un reactor de lecho fluidizado. Un vapor del monómero reactivo se puede inyectar en el lecho fluido del reactor. Los recubrimientos típicos normalmente serán de un espesor inferior a 1 µm. Los expertos en la materia pueden apreciar que son muy evidentes otros métodos de aplicación de monómeros reactivos para formar los recubrimientos poliméricos, tales como la colocación de partículas en una cantidad de monómero reactivo sustancialmente sin curar.

Ahora se describirá la invención con referencia a los siguientes ejemplo(s) no limitantes.

**EJEMPLOS**

Ejemplo 1

5 Proceso de recubrimiento de cianoacrilato

El proceso de recubrimiento de cianoacrilato estaba diseñado para excluir todo catalizador externo de forma que la polimerización se iniciase por la propia superficie metálica, de manera que el polímero de cianoacrilato a formar creciese sobre la superficie metálica.

10 500 g de polvo de soldadura de tipo 4 (aleación de estaño, cobre y plata) (tamaño medio de 30 µm) se pusieron en un matraz de fondo redondo de 2 l junto con 1 l de tolueno anhidro. A continuación se introdujeron 0,2 g de butil cianoacrilato y el matraz se puso en un evaporador rotatorio, girando el matraz a 100 rpm para permitir una mezcla uniforme. Después de 1 hora, la mezcla de reacción se filtró para retirar el disolvente y el polvo de soldadura se enjuagó dos veces con tolueno nuevo para retirar cualquier polímero de cianoacrilato residual que no se hubiese formado directamente sobre el polvo de soldadura. El polvo de soldadura recubierto se dejó secar a temperatura ambiente.

Ejemplo 2

20 Formulación de pasta de soldadura

Polvos de soldadura recubiertos (tipo 4: aleación de estaño, cobre y plata), parte de los cuales –las partículas de soldadura recubiertas de cianoacrilato– son similares a los descritos en el Ejemplo 1, se combinaron con fundente y otros componentes de la pasta de soldadura para formar pasta de soldadura. Parte de la pasta de soldadura se preparó con polvo de soldadura recubierto de polímero, en el que en un caso el recubrimiento polimérico se preparó a partir de metil metacrilato y de maleimida en otro.

30 Se sometió a ensayo el comportamiento de la vida de almacenamiento de la pasta de soldadura, después de la vida útil, por dos métodos, con una descripción de cada uno de los cuales que se proporciona a continuación:

1. Ensayo de bola de soldadura
2. Ensayo de viscosidad

35 Ensayo de bola de soldadura

La pasta de soldadura se imprime a través de una plantilla de acero inoxidable sobre un porta de vidrio que a continuación se refunde y se examina para buscar evidencias de bolas de soldadura.

- 40 1. Usando una cuchilla de afeitar como rasqueta, se imprime la pasta sobre el porta de vidrio usando una plantilla. La plantilla tiene un espesor de 0,1 mm con 3 orificios de 5 mm de diámetro aproximadamente con una separación uniforme a lo largo de la plantilla.
2. Se calienta el porta de vidrio sobre un baño de soldadura a 250 °C durante 5 segundos o hasta que refunda.
- 45 3. Se retira el porta del baño y la bola principal se hace rodar fuera del porta antes de dejar que se enfríe.
4. Se evalúa el porta en un microscopio binocular a 10x aumentos, contando el número de bolas de soldadura sobre cada impresión.
5. Se toma el promedio de las dos impresiones más bajas y se compara con la tabla siguiente.

Observación	Evaluación
0-10 bolas pequeñas	Pasa
> 10 bolas pequeñas	No pasa

50 Ensayo de viscosidad

Los viscosímetros de Brookfield utilizan el principio de la viscosimetría rotacional: la viscosidad se mide detectando el par necesario para hacer girar un husillo de una barra en T a una velocidad constante mientras se encuentra sumergida en la muestra. El par es proporcional a la carga viscosa sobre el husillo sumergido, y así es proporcional a la viscosidad de la pasta. El ensayo se lleva a cabo a una temperatura específica sobre la pasta de soldadura que se ha preparado de la forma prescrita.

- 60 1. Poner una muestra a 25 °C durante 6 horas.
2. Después de 6 horas, retirar la muestra a 25 °C, abrir y sacar el émbolo interno. Raspar toda la pasta adherida al émbolo y añadir a la muestra.
3. Usando una espátula, agitar suavemente la pasta durante 30 segundos teniendo la precaución de evitar la introducción de aire.
4. Usar un viscosímetro de Brookfield RVDV-II+ sobre un soporte de trayectoria helicoidal con el husillo TF

## ES 2 498 718 T3

unido. Ajustar la velocidad de rotación a 5 rpm.

5. Ajustar la parte inferior del recorrido de la trayectoria helicoidal 40 mm por debajo de la superficie de la pasta. Ajustar el husillo 3 mm por debajo de la superficie de la pasta.
6. Iniciar la rotación del husillo y bajar el soporte de la trayectoria helicoidal.
7. Registrar la viscosidad en el punto de bajada inferior.

10 Polvos de soldadura se recubrieron con polímeros de metil metacrilato y maleamida en un proceso similar al descrito anteriormente para los cianoacrilatos, en concreto butil cianoacrilato. La realización del ensayo de bola de soldadura sobre polvos de soldadura recubiertos de esta forma demostró que dichos polvos de soldadura no son adecuados para su uso en la formulación de pasta de soldadura debido a que el polímero no es térmicamente descomponible y comienzan a degradarse antes de alcanzar su temperatura de techo. Como control está el polvo de soldadura sin recubrir.

### Ensayo de bola de soldadura

15

Muestra Control	Inicial	Semana 2
Punto 1	0	0
Punto 2	0	1
Punto 3	1	0
CRE1168-68B; recubierto con metil metacrilato		
Punto 1	20+	20+
Punto 2	20+	20+
Punto 3	20+	20+

Muestra Control	Inicial	Semana 2	Semana 3	Semana 4	Semana 5
Punto 1	1	2	1	0	3
Punto 2	1	1	3	0	0
Punto 3	0	0	0	0	1
CRE1168-93B; recubierto con 2-octil cianoacrilato					
Punto 1	1	0	2	0	0
Punto 2	1	0	0	0	1
Punto 3	2	1	0	0	0
CRE1168-93C; recubierto con 2-butil cianoacrilato					
Punto 1	0	0	0	0	1
Punto 2	1	2	0	0	0
Punto 3	0	0	1	2	1

20 Los resultados demuestran que los polvos de soldadura recubiertos con metil metacrilato no pasaron el ensayo de bola de soldadura cuando se compara con un control, mientras que los recubrimientos poliméricos formados de cianoacrilatos se comportaron bien como protectores para el polvo de soldadura, debido a que el polímero de cianoacrilato es térmicamente descomponible a la temperatura de refusión de la soldadura.

### Ensayo de viscosidad

25 En referencia a la tabla siguiente, el polvo de soldadura recubierto con polímeros de metil metacrilato no mejoró el comportamiento en el ensayo de viscosidad en comparación con el control.

Muestra	Visc. Inicial (cP)	Visc. 2 sem. (cP)	Visc. 3 sem. (cP)	Visc. 4 sem. (cP)	Visc. 5 sem. (cP)
Control	1032000	1604000	1606000	1678000	Fuera de rango
Muestra recubierta de MMA	1018000	1634000	1632000	1996000	Fuera de rango

30 En referencia a la tabla siguiente, polvo de soldadura recubierto con polímeros de octil cianoacrilato presentaban un aumento favorable de la viscosidad con el tiempo en comparación con el control, y fue capaz de aguantar 5 semanas de ensayo de viscosidad sin fallo, mientras que el control no pudo.

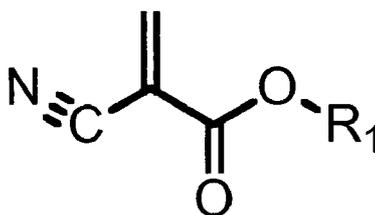
Muestra	Visc. Inicial (cP)	Visc. 2 sem. (cP)	Visc. 3 sem. (cP)	Visc. 4 sem. (cP)	Visc. 5 sem. (cP)
Control	1174000	1700000	1822000	1598000	Fuera de rango
Muestra recubierta de CA	1164000	1566000	1516000	1418000	1542000

## REIVINDICACIONES

5 1. Una partícula metálica que tiene un polímero térmicamente descomponible recubierto sobre al menos una parte de su superficie, en la que el polímero térmicamente descomponible tiene una temperatura de techo por debajo de una temperatura de degradación del polímero térmicamente descomponible y por debajo de un punto de fusión de la partícula metálica, dicha partícula metálica que se caracteriza adicionalmente porque:

10 el polímero térmicamente descomponible es un polímero de cianoacrilato;  
la partícula metálica es soldadura; y,  
el recubrimiento polimérico sobre la partícula metálica tiene un espesor de 0,0001 a 3,0  $\mu\text{m}$ .

15 2. Una partícula metálica de acuerdo con la reivindicación 1, en la que el polímero de cianoacrilato está compuesto de monómeros de cianoacrilato englobados por la estructura:



20 en la que R<sub>1</sub> es un grupo alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>40</sub>, cicloalquilo C<sub>3</sub>-C<sub>40</sub>, o alquenilo C<sub>2</sub>-C<sub>40</sub>, siendo opcionales la función hidroxilo o alcoxi y/o uniones éter.

25 3. Una partícula metálica de acuerdo con la reivindicación 2, en la que el cianoacrilato se selecciona del grupo que consiste en ésteres de metil, etil, n-propil, iso-propil, n-butil, iso-butil, sec-butil, terc-butil, n-pentil, iso-pentil, n-hexil, iso-hexil, n-heptil, iso-heptil, n-octil, n-nonil, alil, metoxietil, etoxietil, 3-metoxibutil y metoxiisopropil cianoacrilato.

30 4. Una composición de pasta de soldadura que comprende la partícula metálica recubierta de acuerdo con la reivindicación 1.

35 5. Una composición de pasta de soldadura de acuerdo con la reivindicación 4, en la que las partículas metálicas recubiertas están presentes en una cantidad del 10 al 98 % en peso con respecto a la composición total.

40 6. Una partícula metálica de acuerdo con la reivindicación 1, en la que el recubrimiento polimérico sobre la partícula metálica está en el intervalo de espesor de 0,001 a 1  $\mu\text{m}$ .

45 7. Un método de formación de una partícula metálica recubierta de polímero como se define en la reivindicación 1 que incluye las etapas de:

- a) suministro de una pluralidad de partículas metálicas;
- b) aplicación de un monómero u otro polímero térmicamente descomponible en condiciones adecuadas para así recubrir sustancialmente al menos una parte de la superficie de la mayoría de las partículas metálicas; y
- c) permitir, en el caso del monómero, que el monómero se cure en forma de recubrimiento polimérico sobre las partículas metálicas.

8. Un método de formación de una pasta de soldadura que incluye las etapas de

- a) suministro de polvo de soldadura recubierto con un polímero de cianoacrilato;
- b) suministro de componentes de la pasta de soldadura; y
- c) mezcla del polvo de soldadura recubierto de polímero con los componentes de la pasta de soldadura para formar una pasta de soldadura.