【公報種別】特許法第１７条の２の規定による補正の掲載
【部門区分】第７部門第１区分
【発行日】平成23年9月22日(2011.9.22)

【公開番号】特開2010-278026(P2010-278026A)
【公開日】平成22年12月9日(2010.12.9)
【年通号数】公開・登録公報2010-049
【出願番号】特願2010-193790(P2010-193790)
【国際特許分類】
Ｈ０１Ｂ　5/00　(2006.01)
Ｈ０１Ｂ　13/00　(2006.01)
Ｈ０１Ｂ　5/16　(2006.01)
Ｈ０１Ｒ　11/01　(2006.01)
【ＦＩ】
Ｈ０１Ｂ　5/00　Ｃ
Ｈ０１Ｂ　13/00　５０１Ｚ
Ｈ０１Ｂ　5/16
Ｈ０１Ｒ　11/01　５０１Ｅ

【手続補正書】
【提出日】平成23年8月8日(2011.8.8)
【手続補正１】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】００６３
【補正方法】変更
【補正の内容】
【００６３】
（製造例１）
＜ニッケルメッキ粒子Ａの作製＞
数平均粒子径３．８μｍのスチレン樹脂粒子（積水化学工業社製、商品名：ミクロパール）を、硝酸タリウム水溶液に投入し、６０℃に加温させた状態で攪拌しながら、アンモニア水又は硫酸で所定のｐＨに調整した、硫酸ニッケル（アルドリッチ社製）、次亜リン酸ナトリウム（アルドリッチ社製）、クエン酸ナトリウム（アルドリッチ社製）、硝酸タリウム（アルドリッチ社製）の混合溶液を３０ｍＬ／分の速度で添加することでニッケルメッキ処理を行った。そのメッキ液をろ過し、ろ過物を純水で洗浄した後、８０℃の真空乾燥機で乾燥させることにより、導電層のリン濃度が１．３質量％、平均厚みが１０１ｎｍのニッケルメッキ層が形成されたニッケルメッキ粒子Ａを作製した。
【手続補正２】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】００６５
【補正方法】変更
【補正の内容】
【００６５】
（製造例２）
＜ニッケルメッキ粒子Ｂの作製＞
製造例１において、混合溶液中の硫酸ニッケル、次亜リン酸ナトリウム、クエン酸ナトリウム、硝酸タリウムの混合比を変更したこと以外は、製造例１と同様にして、導電層のリン濃度が２．６質量％、平均厚みが約１０１ｎｍのニッケルメッキ層が形成されたニッケルメッキ粒子Ｂを作製した。
【手続補正３】

【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】００６６
【補正方法】変更
【補正の内容】
【００６６】
（製造例３）
＜ニッケルメッキ粒子Ｃの作製＞
製造例１において、混合溶液中の硫酸ニッケル、次亜リン酸ナトリウム、クエン酸ナトリウム、硝酸タリウムの混合比を変更したこと以外は、製造例１と同様にして、導電層のリン濃度が４．８質量％、平均厚みが約１０２ｎｍのニッケルメッキ層が形成されたニッケルメッキ粒子Ｃを作製した。
【手続補正４】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】００６７
【補正方法】変更
【補正の内容】
【００６７】
（製造例４）
＜ニッケルメッキ粒子Ｄの作製＞
製造例１において、混合溶液中の硫酸ニッケル、次亜リン酸ナトリウム、クエン酸ナトリウム、硝酸タリウムの混合比を変更したこと以外は、製造例１と同様にして、導電層のリン濃度が６．９質量％、平均厚みが約１００ｎｍのニッケルメッキ層が形成されたニッケルメッキ粒子Ｄを作製した。
【手続補正５】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】００６８
【補正方法】変更
【補正の内容】
【００６８】
（製造例５）
＜ニッケルメッキ粒子Ｅの作製＞
製造例１において、混合溶液中の硫酸ニッケル、次亜リン酸ナトリウム、クエン酸ナトリウム、硝酸タリウムの混合比を変更したこと以外は、製造例１と同様にして、導電層のリン濃度が９．８質量％、平均厚みが約１０２ｎｍのニッケルメッキ層が形成されたニッケルメッキ粒子Ｅを作製した。
【手続補正６】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】００６９
【補正方法】変更
【補正の内容】
【００６９】
（製造例６）
＜ニッケル金メッキ粒子Ｆの作製＞
ニッケルメッキ粒子Ａを置換メッキ法により表面に金メッキを施すことで、導電層のリン濃度が０質量％、平均厚みが８１ｎｍのニッケルメッキ層及び厚みが２０ｎｍの金メッキ層が形成されたニッケル金メッキ粒子Ｆを作製した。
【手続補正７】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】００７０
【補正方法】変更

【補正の内容】
【００７０】
（製造例７）
＜ニッケルメッキ粒子Ｇの作製＞
製造例１において、スチレン樹脂粒子を用いる代わりに、平均粒子径５．０μｍのニッケル粒子（日興リカ社製、商品名ニッケルパウダー１２３）を用いたこと以外は、製造例１と同様にして、導電層のリン濃度が５．０質量％、平均厚みが１０１ｍｍのメッキ層が形成された金メッキ－ニッケル粒子Ｇを作製した。
【手続補正８】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】００７２
【補正方法】変更
【補正の内容】
【００７２】
（実施例８）
＜撥水処理粒子（疎水化処理粒子）Ｈの作製＞
実施例３において、リン酸エステル界面活性剤（フォスファノールＧＦ－１９９、東邦化学工業（株）製）を用いる代わりに、リン酸エステル界面活性剤（フォスファノールＳＭ－１７２、東邦化学工業（株）製）を用いたこと以外は、実施例３と同様にして、撥水処理（疎水化処理）前の導電層のリン濃度が４．８質量％、平均厚みが１０２ｍｍのメッキ層が形成された撥水処理粒子（疎水化処理粒子）Ｈを作製した。
【手続補正９】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】００８３
【補正方法】変更
【補正の内容】
【００８３】
（比較例３）
実施例３において、リン酸エステル界面活性剤（フォスファノールＧＦ－１９９、東邦化学工業（株）製）を用いる代わりに、シランカップリング剤（商品名：Ａ－１８７、モメンティブ・パフォーマンス・マテリアルズ社製）を用いたこと以外は、実施例３同様にして、導電層のリン濃度が４．８質量％、平均厚みが１０２ｍｍのメッキ層が形成されたシランカップリング処理粒子Ｃを作製し、接合材料１１及び接合体１１を得て、粒子の電気伝導度の測定、粒子の硬度測定、接合体の接続抵抗測定、保存安定性試験、腐食評価サンプル作製、及び腐食評価を行った。結果を表１及び表２に示す。
【手続補正１０】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】００８４
【補正方法】変更
【補正の内容】
【００８４】

【表１】

	導電性粒子	コア粒子	導電層（メッキ層）	導電層の厚み（nm）	疎水化処理前の導電層のリン濃度（質量%）	疎水化処理
実施例1	撥水処理粒子A	スチレン樹脂粒子	Ni	101	1.3	○
実施例2	撥水処理粒子B	スチレン樹脂粒子	Ni	101	2.6	○
実施例3	撥水処理粒子C	スチレン樹脂粒子	Ni	102	4.8	○
実施例4	撥水処理粒子D	スチレン樹脂粒子	Ni	100	6.9	○
実施例5	撥水処理粒子E	スチレン樹脂粒子	Ni	102	9.8	○
実施例6	撥水処理粒子F	スチレン樹脂粒子	Ni/金	20	-	○
実施例7	撥水処理粒子G	Ni粒子	Ni	101	5.0	○
実施例8	撥水処理粒子H	スチレン樹脂粒子	Ni	102	4.8	○
比較例1	金メッキーニッケル粒子F	スチレン樹脂粒子	Ni/金	20	-	×
比較例2	Niメッキ粒子A	スチレン樹脂粒子	Ni	101	1.3	×
比較例3	シランカップリング剤処理粒子C	スチレン樹脂粒子	Ni	102	4.8	○（シランカップリング剤処理）
比較例4	Niメッキ粒子G	Ni粒子	Ni	101	5.0	×

【手続補正１１】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】００８６
【補正方法】変更
【補正の内容】
【００８６】
表１及び表２より、メッキ層表面にリン含有化合物による疎水化処理がなされた導電性粒子を用いた実施例１～８では、メッキ層表面に疎水化処理がなされていない導電性粒子を用いた比較例１～４と比較して、電気伝導度、導通抵抗（初期及び信頼性試験後）、保存安定性、腐食評価において、良好な結果が得られることが分かった。
また、表１及び表２より、疎水化処理前の導電層におけるリン濃度が２．６質量％～６．９質量％の導電性粒子を用いた実施例２～４が、実施例１及び５～７と比較して、電気伝導度、導通抵抗（初期及び信頼性試験後）、保存安定性、腐食評価において、良好な結果が得られたことが分かった。