

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2016-40407

(P2016-40407A)

(43) 公開日 平成28年3月24日 (2016.3.24)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
C23C 18/40 (2006.01)	C23C 18/40	4K022
H05K 3/12 (2006.01)	H05K 3/12	5E343
	H05K 3/12	610G
		610B

審査請求 未請求 請求項の数 10 O L (全 28 頁)

(21) 出願番号	特願2014-164848 (P2014-164848)	(71) 出願人	000004178
(22) 出願日	平成26年8月13日 (2014.8.13)		J S R株式会社
			東京都港区東新橋一丁目9番2号
		(74) 代理人	100120569
			弁理士 大阿久 敦子
		(72) 発明者	下田 杉郎
			東京都港区東新橋一丁目9番2号 J S R株式会社内
		(72) 発明者	渡部 和人
			東京都港区東新橋一丁目9番2号 J S R株式会社内
		(72) 発明者	河口 和雄
			東京都港区東新橋一丁目9番2号 J S R株式会社内

最終頁に続く

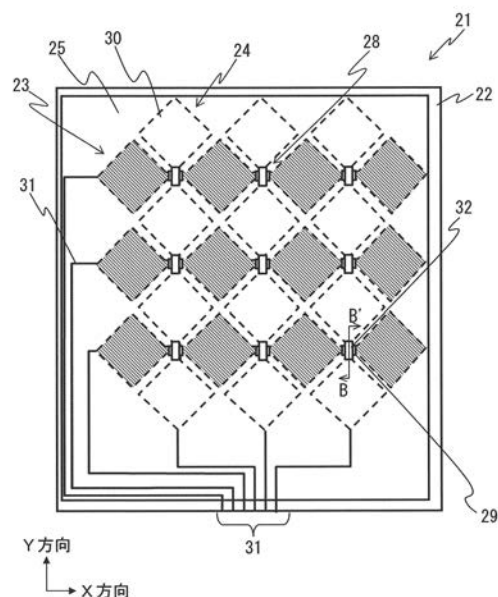
(54) 【発明の名称】 銅膜形成用組成物、銅膜、回路基板、半導体パッケージおよび電子機器

(57) 【要約】

【課題】安定性に優れて低抵抗の銅膜を形成できる銅膜形成用組成物を提供し、低抵抗の銅膜およびその銅膜を有する回路基板、半導体パッケージおよび電子機器を提供する。

【解決手段】銅膜の形成に用いる銅膜形成用組成物を、有機酸アミン塩および有機酸アンモニウム塩のうちの少なくとも一方と、銅粒子とを含有させて調製する。その銅膜形成用組成物を用いて基材上に塗膜を形成し、非酸化性雰囲気下で加熱して銅膜を形成し、回路基板や半導体パッケージの配線を形成する。また、その銅膜形成用組成物を用いて、第1検知電極23および第2検知電極24等の設けられた透明基板22上に塗膜を形成し、その塗膜を加熱して引き出し配線31を形成し、電子機器であるタッチパネル21を製造する。

【選択図】図1



【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

有機酸アミン塩および有機酸アンモニウム塩のうちの少なくとも一方と、銅粒子とを含有することを特徴とする銅膜形成用組成物。

【請求項 2】

前記有機酸アミン塩が、酢酸、トリフルオロ酢酸、プロピオン酸、酪酸、イソ酪酸、2 - メチル酪酸、ピバリン酸、ギ酸、ヒドロキシ酢酸、グリオキシル酸およびシュウ酸よりなる群から選ばれる少なくとも 1 種からなる有機酸のアミン塩であることを特徴とする請求項 1 に記載の銅膜形成用組成物。

【請求項 3】

前記有機酸アミン塩が、ギ酸アミン塩であって、該ギ酸アミン塩を含有することを特徴とする請求項 1 または 2 に記載の銅膜形成用組成物。

【請求項 4】

前記有機酸アミン塩のアミノ化合物が、N, N - ジエチルヒドロキシルアミン、3 - エトキシプロピルアミン、ブチルアミン、ヘキシルアミン、2 - エチルヘキシルアミン、3 - アミノプロパノール、N - メチル - 1, 3 - プロパンジアミンおよび 1, 3 - プロパンジアミンよりなる群から選ばれる少なくとも 1 種であることを特徴とする請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 項に記載の銅膜形成用組成物。

【請求項 5】

前記有機酸アミン塩は、有機酸とアミン化合物とのモル比（（有機酸）／（アミノ化合物））の範囲が、（（有機酸）／（アミノ化合物））＝1／1～1／5 の範囲にあることを特徴とする請求項 1 ~ 4 のいずれか 1 項に記載の銅膜形成用組成物。

【請求項 6】

前記銅粒子と、前記有機酸アミン塩および有機酸アンモニウム塩の少なくとも一方との重量比が 1～10 の範囲であることを特徴とする請求項 1～5 のいずれか 1 項に記載の銅膜形成用組成物。

【請求項 7】

請求項 1～6 のいずれか 1 項に記載の銅膜形成用組成物を用いて形成されることを特徴とする銅膜。

【請求項 8】

請求項 7 に記載の銅膜を有することを特徴とする回路基板。

【請求項 9】

請求項 7 に記載の銅膜を有することを特徴とする半導体パッケージ。

【請求項 10】

請求項 7 に記載の銅膜を有することを特徴とする電子機器。

【発明の詳細な説明】**【技術分野】****【0001】**

本発明は、銅膜形成用組成物、銅膜、回路基板、半導体パッケージおよび電子機器に関する。

【背景技術】**【0002】**

プリント配線板等の回路基板は、電子機器の分野において、電子部品を固定して配線するための主要な部品となっている。このような回路基板は、パターンニングされた金属膜が基板上に形成され、配線、電極および端子等を構成している。また、電子機器の分野において、パターンニングされた金属膜を基板上に配置し、それらを配線等として用いるものとしては、他にタッチパネルや液晶表示素子や有機 EL 素子等がある。

【0003】

回路基板やタッチパネル等を製造するにあたり、基板上に金属膜である配線等のパターンを形成する方法としては、例えば、フォトリソグラフィ技術を利用する方法が知られて

10

20

30

40

50

いる。この方法では、まず均質なベタ状の金属膜を基板上に形成する。金属膜の形成方法としては、メッキ法が好適に用いられる。また、蒸着法やスパッタリング法等の利用も可能である。そして、形成された金属膜の上にレジスト液を塗布してレジスト層を形成する。次に、このレジスト層を、フォトマスクを用いて紫外線照射し、その後、現像することによりレジスト層のパターニングを行う。次いで、レジスト層で被覆されていない金属膜をエッチングして除去し、さらに残存するレジスト部分を剥離することでパターニングされた金属膜を得る。フォトリソグラフィ技術を利用する方法は、形成される配線パターンの線幅をサブミクロンオーダーにすることも可能とされ、有効な金属膜のパターンの形成方法となる。

【 0 0 0 4 】

こうしたフォトリソグラフィ技術を利用する方法においては、パターニングされる金属膜の形成にメッキ法が用いられるが、メッキ法においては、通常、スパッタリング法によるシード層の形成とメッキ処理が必要となる。スパッタリング法は、真空中で行う必要があるため、装置や操作上の制約が大きい。また、処理に長時間を要して製造効率が低い。そして、メッキ処理は、メッキ液の廃液処理が環境上大きな問題となる。

同様に、金属膜の形成に蒸着法やスパッタリング法等を用いる場合においても、真空中で金属膜の形成を行う必要があるため、装置や操作上の制約が大きく、処理に長時間を要して効率良く金属膜を形成することができない。

【 0 0 0 5 】

そこで、装置等および環境上の制約が少なく、短時間で簡便に低抵抗の金属膜を形成できる金属膜の形成技術が求められている。その金属膜の形成技術は、基板上に一様なベタ状の金属膜を形成することが可能であるとともに、パターニングされた金属膜を直接に形成することも可能であることが好ましい。

【 0 0 0 6 】

近年、有機溶剤等に金属微粒子を分散させて得られた分散体を用い、パターニングされた金属膜を直接描画する技術が注目されている。例えば、金属微粒子のインク状の分散体を用い、インクジェット印刷法や、スクリーン印刷法により、適当な基板上に所望のパターンを形成する。金属微粒子の平均粒子径が数 nm 以上数 10 nm 以下程度、すなわち、数 nm ~ 数 10 nm 程度である場合、バルクの金属よりも融点が低下し、300 程度の比較的低温の加熱で粒子同士の融着が起こる。上述の技術はこうした現象を利用し、金属微粒子を比較的低温で焼結させてパターニングされた金属膜を得ることができる。

【 0 0 0 7 】

このような金属膜を形成するための分散組成物としては、金属微粒子に銀ナノ粒子を含有するものが知られている。

【 0 0 0 8 】

しかし、銀は貴金属であり、銅等の他の金属に比べて高価な材料となる。そのため、銀ナノ粒子を含有する分散組成物を用いる場合、銀ナノ粒子自体が高価であって金属膜の形成工程の高コスト化を招くといった問題がある。また、銀は、例えば、回路等における信頼性低下の原因となるエレクトロマイグレーション (electromigration) を起こしやすいという問題を有する。尚、エレクトロマイグレーションとは、電界の影響で、金属成分 (例えば、配線や電極に使用した銀等の金属。) が非金属媒体 (例えば、絶縁物、特に基板等。) の上や中を横切って移動する現象である。

【 0 0 0 9 】

そこで、分散組成物の金属微粒子に銅粒子を用いる検討がなされている。

【 0 0 1 0 】

しかしながら、銅は酸化されやすく、生成された酸化物は導電性が低い。そのため、銅粒子を含有する分散組成物の製造時や保存時、または、その分散組成物から銅膜を形成する加熱処理時において、銅表面に酸化層が形成され、その酸化層により、得られる銅膜の導電性が低くなることがある。

【 0 0 1 1 】

このような銅粒子の酸化による弊害を防止するため、銅粒子を用いた分散組成物の分野では種々の検討がなされている。例えば、特許文献 1 では特定の配合比率の金属銅粉、レゾール型フェノール樹脂、アミノ化合物、アミノ基含有カップリング剤および 1, 2 - N - アシル - N - メチレンエチレンジアミン化合物を含有する導電性塗料が開示されており、アミノ化合物が導電性向上剤として働くとともに還元剤としても働き、金属銅粉の酸化を防止して、導電性の維持を可能とするとされている。

【0012】

上述の例のように、銅に対して還元作用を示し、還元剤として使用可能な材料としては、従来から、多様なものが検討されている。すなわち、銅の酸化物、水酸化物、または塩等の銅化合物から金属銅に還元する能力を有する還元剤として、ヒドラジン類やギ酸等をはじめ、多様な材料が検討されている（例えば、特許文献 2 および特許文献 3 を参照のこと。）。 10

【先行技術文献】

【特許文献】

【0013】

【特許文献 1】特開 2008 - 13466 号公報

【特許文献 2】国際公開第 2012 / 043267 号パンフレット

【特許文献 3】特許第 5439827 号明細書

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】 20

【0014】

しかしながら、従来の還元剤の場合、還元性が高く、銅粒子を含有する分散組成物に用いられた場合、室温でも還元反応が進むことがある。その結果、従来の還元剤を含有する分散組成物では、還元剤の含有により保存安定性が損なわれる懸念があった。例えば、上述のギ酸は、銅粒子含有の分散組成物に適用されて、低抵抗の銅膜を形成できることから、還元剤として注目される化合物である。しかし、単独で使用された場合、他の従来の還元剤と同様、室温でも、分散組成物において銅の還元反応が進んでしまい、銅粒子を含有する分散組成物の保存が難しくなる。

【0015】

そのため、適度な還元性を有し、銅粒子を含有する分散組成物に用いられた場合、保存安定性の低下を低減できる還元剤が求められている。そして、そのような還元剤を銅粒子とともに含んで安定な分散組成物が求められ、その分散組成物を用い、低抵抗な銅膜を形成する銅膜の形成技術が求められている。 30

【0016】

本発明は、以上の知見に基づいてなされたものである。すなわち、本発明の目的は、銅粒子とともに適度な還元性の還元剤を含有して安定性に優れ、低抵抗の銅膜を形成できる銅膜形成用組成物を提供することにある。

【0017】

また、本発明の目的は、安定性に優れた銅膜形成用組成物から形成されて、低抵抗の銅膜を提供することにある。 40

【0018】

また、本発明の目的は、安定性に優れた銅膜形成用組成物から形成されて低抵抗の銅膜を有する回路基板を提供することにある。

【0019】

また、本発明の目的は、安定性に優れた銅膜形成用組成物から形成されて低抵抗の銅膜を有する半導体パッケージを提供することにある。

【0020】

さらに、本発明の目的は、安定性に優れた銅膜形成用組成物から形成されて低抵抗の銅膜を有する電子機器を提供することにある。

【0021】 50

本発明の他の目的および利点は、以下の記載から明らかとなるであろう。

【課題を解決するための手段】

【0022】

本発明の第1の態様は、有機酸アミン塩および有機酸アンモニウム塩のうちの少なくとも一方と、銅粒子とを含有することを特徴とする銅膜形成用組成物に関する。

【0023】

本発明の第1の態様において、有機酸アミン塩が、酢酸、トリフルオロ酢酸、プロピオン酸、酪酸、イソ酪酸、2-メチル酪酸、ピバリン酸、ギ酸、ヒドロキシ酢酸、グリオキシル酸およびシュウ酸よりなる群から選ばれる少なくとも1種からなる有機酸のアミン塩であることが好ましい。

10

【0024】

本発明の第1の態様において、有機酸アミン塩が、ギ酸アミン塩であって、そのギ酸アミン塩を含有することが好ましい。

【0025】

本発明の第1の態様において、有機酸アミン塩のアミノ化合物が、N,N-ジエチルヒドロキシルアミン、3-エトキシプロピルアミン、ブチルアミン、ヘキシルアミン、2-エチルヘキシルアミン、3-アミノプロパノール、N-メチル-1,3-プロパンジアミンおよび1,3-プロパンジアミンよりなる群から選ばれる少なくとも1種であることが好ましい。

【0026】

20

本発明の第1の態様において、有機酸アミン塩は、有機酸とアミン化合物とのモル比（（有機酸）／（アミノ化合物））の範囲が、（（有機酸）／（アミノ化合物））＝1／1から（（有機酸）／（アミノ化合物））＝1／5の範囲、すなわち、（（有機酸）／（アミノ化合物））＝1／1～1／5の範囲にあることが好ましい。

【0027】

本発明の第1の態様において、銅粒子と、前記有機酸アミン塩および有機酸アンモニウム塩の少なくとも一方との重量比が1～10の範囲であることが好ましい。

【0028】

本発明の第2の態様は、本発明の第1の態様の銅膜形成用組成物を用いて形成されることを特徴とする銅膜に関する。

30

【0029】

本発明の第3の態様は、本発明の第2の態様の銅膜を有することを特徴とする回路基板に関する。

【0030】

本発明の第4の態様は、本発明の第2の態様の銅膜を有することを特徴とする半導体パッケージに関する。

【0031】

本発明の第5の態様は、本発明の第2の態様の銅膜を有することを特徴とする電子機器に関する。

【発明の効果】

40

【0032】

本発明の第1の態様によれば、銅粒子を含有して安定性に優れ、低抵抗の銅膜を形成する銅膜形成用組成物が提供される。

【0033】

本発明の第2の態様によれば、安定性に優れた銅膜形成用組成物から形成されて、低抵抗の銅膜が提供される。

【0034】

本発明の第3の態様によれば、安定性に優れた銅膜形成用組成物から形成されて低抵抗の銅膜を有する回路基板が提供される。

【0035】

50

本発明の第４の態様によれば、安定性に優れた銅膜形成用組成物から形成されて低抵抗の銅膜を有する半導体パッケージが提供される。

【００３６】

本発明の第５の態様によれば、安定性に優れた銅膜形成用組成物から形成されて低抵抗の銅膜を有する電子機器が提供される。

【図面の簡単な説明】

【００３７】

【図１】本発明の実施形態のタッチパネルを示す平面図である。

【図２】図１のＢ－Ｂ'線に沿う断面図である。

【発明を実施するための形態】

10

【００３８】

本発明では、銅膜の形成用として、銅粒子を用い、有機酸アミン塩および有機酸アンモニウム塩の少なくとも一方とともに銅膜形成用組成物を調製する。有機酸アミン塩は、銅に対して還元作用を示して還元剤となる。同様に、有機酸アンモニウム塩も、銅に対して還元作用を示して還元剤となる。すなわち、有機酸アミン塩および有機酸アンモニウム塩は、銅の酸化物、水酸化物、または塩等の銅化合物から金属銅に還元する能力を有する還元剤として、本発明の銅膜形成用組成物に含有される。

【００３９】

上述したように、従来の還元剤の場合、還元性が高く、銅粒子を含有する銅膜形成用組成物に用いられた場合、室温でも還元反応が進むことがあって、銅膜形成用組成物の保存安定性が損なわれることがあった。そのため、適度な還元性を有し、銅粒子を含有する銅膜形成用組成物に用いられた場合、保存安定性の低下を低減できる還元剤が求められている。

20

【００４０】

より具体的には、銅粒子を含有させた銅膜形成用組成物に使用できる理想的な還元剤として、室温で還元反応が進まずに安定であり、銅膜形成のための加熱による温度上昇によって還元反応が進むものが好ましい。例えば、１００以上の加熱によって、還元反応が進む還元剤が好ましい。

【００４１】

そこで、鋭意検討の結果、本発明者は、有機酸アミン塩および有機酸アンモニウム塩が上述の理想的な特性を有していることを見出した。そして、特に、ギ酸アミン塩が理想に近い還元性を備えることを見出した。したがって、本発明の銅膜形成用組成物においては、上述したように、銅粒子とともに、還元剤となる有機酸アミン塩および有機酸アンモニウム塩の少なくとも一方を含有する。

30

【００４２】

そして、本発明では、その銅膜形成用組成物を用い、例えば、基板上に塗布して塗膜を形成する。次いで、その塗膜を、従来技術と比較して低温となる温度で加熱して、低抵抗の銅膜を形成する。

【００４３】

このとき、本発明の銅膜形成用組成物の塗膜に対する加熱は、従来技術において多用されてきた水素ガスを必須とはせず、窒素ガス、アルゴンガスまたはヘリウムガス等を利用した非酸化性雰囲気下で加熱を行って低抵抗の銅膜を形成することができる。すなわち、大気下等の酸化性雰囲気を除く雰囲気環境を非酸化性雰囲気と定義すれば、本発明の銅膜形成用組成物は、非酸化性雰囲気下でも、加熱によって、所望とする抵抗特性の銅膜を形成することができる。したがって、本発明の銅膜形成用組成物は、銅膜形成時の加熱工程で爆発の危険がある水素ガスをあえて使用することはなく、安全で簡便な加熱工程によって銅膜を形成することができる。

40

【００４４】

そして、本発明の銅膜形成用組成物は、基板上に一様なベタ状の銅膜を形成可能であるとともに、適当な塗布法と組み合わせることにより、配線や電極や端子等となる、パター

50

ニングされた銅膜を直接に基板上に形成することも可能である。したがって、本発明において、「銅膜」とは、銅からなるベタ状の膜とともに、パターンニングされた銅膜を含む概念である。すなわち、銅配線や銅電極等のパターンについても本発明の「銅膜」の中に含まれる。同様に、「膜」についても、パターンを含む概念として使用されることがある。

【 0 0 4 5 】

また、本発明において、「回路基板」は、上述した、所謂プリント配線板として知られた回路基板のみに限られるわけではない。本発明において、「回路基板」には、パターンニングされた金属膜が基板上に形成されて、配線、電極および端子等を構成している基板が全て含まれる。例えば、本発明において、「回路基板」には、上述したプリント配線板の他に、タッチパネルや、液晶表示素子や、有機ＥＬ素子等を構成するための基板が含まれる。すなわち、それらを構成するための基板であって、パターンニングされた金属膜が基板上に形成されて、配線、電極および端子等を構成している基板が含まれる。

10

【 0 0 4 6 】

尚、以下の本発明の説明においては、回路基板の有する配線、電極および端子等と称される導電性の電氣的導通部材を、便宜上、配線と総称する。

【 0 0 4 7 】

次に、本発明の実施形態の銅膜形成用組成物について、より詳しく説明する。その後、本発明の実施形態の銅膜形成用組成物の調製と、本発明の実施形態の銅膜形成用組成物を用いた本発明の実施形態の銅膜形成方法について説明する。

【 0 0 4 8 】

20

< 銅膜形成用組成物 >

本発明の実施形態の銅膜形成用組成物は、銅膜の原料として銅粒子を含み、さらに、有機酸アミン塩および有機酸アンモニウム塩の少なくとも一方を含む組成物であり、還元反応型の銅膜形成用組成物である。尚、以下、本発明の実施形態の銅膜形成用組成物に含有される有機酸アミン塩および有機酸アンモニウム塩の少なくとも一方を（Ａ）成分ということがあり、銅粒子を（Ｂ）成分ということがある。

【 0 0 4 9 】

また、本発明の実施形態の銅膜形成用組成物は、上記（Ａ）成分および（Ｂ）成分に加え、溶剤を含有することができる。さらに、本実施形態の銅膜形成用組成物は、上記各成分に加え、その他任意成分を含有することができる。そして、本実施形態の銅膜形成用組成物は、公知の多様な塗布法によるパターンニングされた塗膜の形成が可能であり、またその塗膜は、加熱されて銅膜を形成することができる。

30

【 0 0 5 0 】

このとき、本発明の実施形態の銅膜形成用組成物は、上述した組成を有することにより、適当な基板上に塗布されて塗膜を形成した後、例えば、窒素ガス等の非酸化性雰囲気下での加熱により、基板上に本発明の実施形態の銅膜を形成することができる。そして、加熱の温度としては、従来技術に比べて低温となる２５０以下とすることが可能であり、さらに低い２００以下とすることも可能である。

【 0 0 5 1 】

したがって、本発明の実施形態の銅膜形成用組成物では、特に水素ガス等の還元性ガスを利用した還元性雰囲気を形成する必要はなく、簡便で安全な状態での比較的低温の加熱によって優れた抵抗特性の銅膜を形成することができる。

40

【 0 0 5 2 】

以下、本実施形態の銅膜形成用組成物の各成分について説明する。

【 0 0 5 3 】

[有機酸アミン塩]

本発明の実施形態の銅膜形成用組成物の成分として含有される有機酸アミン塩は、有機酸とアミン化合物との塩である。本発明の実施形態の銅膜形成用組成物は、１種または２種以上の有機酸アミン塩を含有することができる。

【 0 0 5 4 】

50

有機酸アミン塩の好ましい有機酸としては、カルボン酸を挙げることができる。

【0055】

上述のカルボン酸としては、例えば、酢酸、トリフルオロ酢酸、プロピオン酸、酪酸、イソ酪酸、2-メチル酪酸、2-エチル酪酸、吉草酸、イソ吉草酸、ピバリン酸、ヘキサン酸、ヘプタン酸、オクタン酸、2-エチルヘキサン酸、ノナン酸等の脂式カルボン酸を挙げることができ、マロン酸、コハク酸、マレイン酸等のジカルボン酸を挙げることができ、安息香酸、サリチル酸等の芳香族カルボン酸を挙げることができ、ギ酸、ヒドロキシ酢酸、グリオキシル酸、乳酸、シュウ酸、酒石酸、リンゴ酸、クエン酸等の還元力を有するカルボン酸を挙げることができる。

【0056】

そして、上述のカルボン酸としては、酢酸、トリフルオロ酢酸、プロピオン酸、酪酸、イソ酪酸、2-メチル酪酸、ピバリン酸、ギ酸、ヒドロキシ酢酸、グリオキシル酸およびシュウ酸がより好ましく、ギ酸がさらに好ましい。

【0057】

すなわち、有機酸アミン塩は、酢酸、トリフルオロ酢酸、プロピオン酸、酪酸、イソ酪酸、2-メチル酪酸、ピバリン酸、ギ酸、ヒドロキシ酢酸、グリオキシル酸およびシュウ酸よりなる群から選ばれる少なくとも1種からなる有機酸アミン塩であることより好ましい。本実施形態の銅膜形成用組成物は、1種または2種以上のより好ましい有機酸アミン塩を含有することができる。

【0058】

そして、有機酸アミン塩は、ギ酸アミン塩であることがさらに好ましい。本実施形態の銅膜形成用組成物は、ギ酸アミン塩を含む1種または2種以上の有機酸アミン塩を含有することができる。

【0059】

また、本発明の実施形態の銅膜形成用組成物において、有機酸アミン塩のアミン化合物は、有機酸との間で塩を形成しうるものであって、有機酸アミン塩を形成するために有機酸と混合されたときに、形成された有機酸アミン塩を溶解させ、固化させないようにできるアミン化合物の選択が好ましい。

【0060】

その場合、本発明の実施形態の銅膜形成用組成物において、有機酸アミン塩は、有機酸とアミン化合物とのモル比（（有機酸）／（アミノ化合物））の範囲が、（（有機酸）／（アミノ化合物））＝1／1～1／5の範囲であることが好ましい。

【0061】

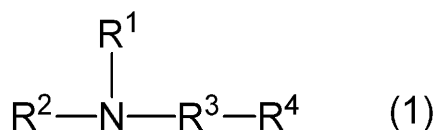
有機酸アミン塩の有機酸とアミン化合物とのモル比が上記の範囲にあることにより、本実施形態の銅膜形成用組成物は、低抵抗の銅膜を提供することができる。

【0062】

本実施形態の銅膜形成用組成物の有機酸アミン塩の形成に使用可能なアミン化合物としては、例えば、下記一般式（1）、下記一般式（2）および下記一般式（3）のうちの少なくとも1つの一般式で表されるアミン化合物を挙げることができる。

【0063】

【化1】



【0064】

上記一般式（1）中、 R^1 、 R^2 は、それぞれ独立に水素原子、炭素数1～18のアルキル基、または、炭素数3～18の脂環式炭化水素基を示す。 R^3 は、単結合、メチレン

10

20

30

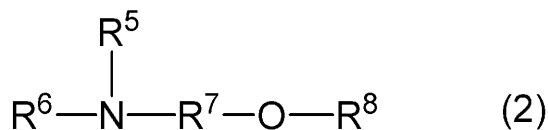
40

50

基、炭素数 2 ～ 12 のアルキレン基、または、フェニレン基を示す。R⁴ は、水素原子、炭素数 1 ～ 18 のアルキル基、炭素数 3 ～ 18 の脂環式炭化水素基、アミノ基、ジメチルアミノ基、または、ジエチルアミノ基を示す。

【0065】

【化2】



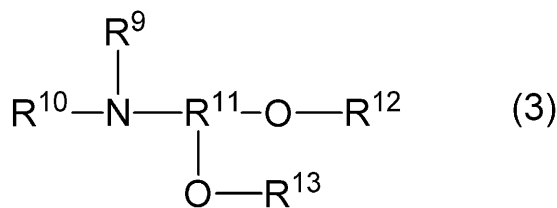
10

【0066】

上記一般式(2)中、R⁵、R⁶は、それぞれ独立に水素原子、炭素数 1 ～ 18 のアルキル基、または、炭素数 3 ～ 18 の脂環式炭化水素基を示す。R⁷は、メチレン基、炭素数 2 ～ 12 のアルキレン基、または、フェニレン基を示す。R⁸は、炭素数 1 ～ 18 のアルキル基、または、炭素数 3 ～ 18 の脂環式炭化水素基を示す。但し、R⁵およびR⁶が水素原子の場合、R⁸はメチル基およびエチル基以外を示す。

【0067】

【化3】



20

【0068】

上記一般式(3)中、R⁹、R¹⁰は、それぞれ独立に水素原子、炭素数 1 ～ 18 のアルキル基、または、炭素数 3 ～ 18 の脂環式炭化水素基を示す。R¹¹は、メチレン基、炭素数 2 ～ 12 のアルキレン基、または、フェニレン基を示す。R¹²、R¹³は、それぞれ独立に、炭素数 1 ～ 18 のアルキル基、または、炭素数 3 ～ 18 の脂環式炭化水素基を示す。

30

【0069】

上記一般式(1)で表されるアミン化合物が含む基R¹およびR²の例としては、水素原子の他、直鎖状のアルキル基として、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基、ノニル基、デシル基、ウンデシル基、ドデシル基、ステアリル基等が挙げられ、分岐状のものとしてイソプロピル基、sec-ブチル基、イソブチル基、tert-ブチル基、イソペンチル基、ネオペンチル基、tert-ペンチル基、1-エチルプロピル基、1,1-ジメチルプロピル基、1,2-ジメチルプロピル基、1,1,2-トリメチルプロピル基、1,2,2-トリメチルプロピル基、1,3-ジメチルブチル基、ネオペンチル基、1,5-ジメチルヘキシル基、2-エチルヘキシル基、4-ヘプチル基、2-ヘプチル基等が挙げられ、脂環式炭化水素基としては、シクロヘキシル基、シクロペンチル基が挙げられる。

40

【0070】

そして、上記一般式(1)で表されるアミン化合物が含む基R⁴の例としては、水素原子アミノ基、ジメチルアミノ基およびジエチルアミノ基の他、直鎖状のアルキル基として、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基、ノニル基、デシル基、ウンデシル基、ドデシル基、ステアリル基等が挙げられ、分岐状のものとしてイソプロピル基、sec-ブチル基、イソブチル基、tert-ブチル基、イソペンチル基、ネオペンチル基、tert-ペンチル基、1-エチルプロピ

50

ル基、1, 1 - ジメチルプロピル基、1, 2 - ジメチルプロピル基、1, 1, 2 - トリメチルプロピル基、1, 2, 2 - トリメチルプロピル基、1, 3 - ジメチルブチル基、ネオペンチル基、1, 5 - ジメチルヘキシル基、2 - エチルヘキシル基、4 - ヘプチル基、2 - ヘプチル基等が挙げられ、脂環式炭化水素基としては、シクロヘキシル基、シクロペンチル基が挙げられる。

【0071】

上記一般式(1)で表されるアミン化合物の具体的な例としては、例えば、メチルアミン、エチルアミン、プロピルアミン、ブチルアミン、ペンチルアミン、ヘキシルアミン、ヘプチルアミン、オクチルアミン、ノニルアミン、デシルアミン、ウンデシルアミン、ドデシルアミン、ステアシルアミン、イソプロピルアミン、sec - ブチルアミン、イソブチルアミン、tert - ブチルアミン、イソペンチルアミン、ネオペンチルアミン、tert - ペンチルアミン、1 - エチルプロピルアミン、1, 1 - ジメチルプロピルアミン、1, 2 - ジメチルプロピルアミン、1, 1, 2 - トリメチルプロピルアミン、1, 2, 2 - トリメチルプロピルアミン、1, 3 - ジメチルブチルアミン、ネオペンチルアミン、1, 5 - ジメチルヘキシルアミン、2 - エチルヘキシルアミン、4 - ヘプチルアミン、2 - ヘプチルアミン、シクロヘキシルアミン、シクロペンチルアミン、エチレンジアミン、N - メチルエチレンジアミン、N, N' - ジメチルエチレンジアミン、N, N, N', N' - テトラメチルエチレンジアミン、N - エチルエチレンジアミン、N, N' - ジエチルエチレンジアミン、1, 3 - プロパンジアミン、N, N' - ジメチル - 1, 3 - プロパンジアミン、1, 4 - ブタンジアミン、N, N' - ジメチル - 1, 4 - ブタンジアミン、1, 5 - ペンタンジアミン、N, N' - ジメチル - 1, 5 - ペンタンジアミン、1, 6 - ヘキサンジアミン、N, N' - ジメチル - 1, 6 - ヘキサンジアミン等が挙げられる。

10

20

【0072】

上記一般式(2)で表されるアミン化合物が含む基 R^5 および R^6 の例としては、水素原子の他、直鎖状のアルキル基として、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基、ノニル基、デシル基、ウンデシル基、ドデシル基、ステアシル基等が挙げられ、分岐状のものとしてイソプロピル基、sec - ブチル基、イソブチル基、tert - ブチル基、イソペンチル基、ネオペンチル基、tert - ペンチル基、1 - エチルプロピル基、1, 1 - ジメチルプロピル基、1, 2 - ジメチルプロピル基、1, 1, 2 - トリメチルプロピル基、1, 2, 2 - トリメチルプロピル基、1, 3 - ジメチルブチル基、ネオペンチル基、1, 5 - ジメチルヘキシル基、2 - エチルヘキシル基、4 - ヘプチル基、2 - ヘプチル基等が挙げられ、脂環式炭化水素基としては、シクロヘキシル基、シクロペンチル基が挙げられる。

30

【0073】

そして、上記一般式(2)で表されるアミン化合物が含む基 R^8 の例としては、直鎖状のアルキル基として、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基、ノニル基、デシル基、ウンデシル基、ドデシル基、ステアシル基等が挙げられ、分岐状のものとしてイソプロピル基、sec - ブチル基、イソブチル基、tert - ブチル基、イソペンチル基、ネオペンチル基、tert - ペンチル基、1 - エチルプロピル基、1, 1 - ジメチルプロピル基、1, 2 - ジメチルプロピル基、1, 1, 2 - トリメチルプロピル基、1, 2, 2 - トリメチルプロピル基、1, 3 - ジメチルブチル基、ネオペンチル基、1, 5 - ジメチルヘキシル基、2 - エチルヘキシル基、4 - ヘプチル基、2 - ヘプチル基等が挙げられ、脂環式炭化水素基としては、シクロヘキシル基、シクロペンチル基が挙げられる。但し、 R^5 および R^6 がともに水素原子である場合、 R^8 はメチル基およびエチル基以外である。

40

【0074】

上記一般式(2)で表されるアミン化合物の具体的な例としては、例えば、プロボキシメチルアミン、プロボキシエチルアミン、イソプロボキシプロピルアミン、プロボキシプロピルアミン、プロボキシブチルアミン、プトキシメチルアミン、プトキシエチルアミン、プトキシプロピルアミン、(エチルヘキシルオキシ)プロピルアミン、イソプトキシブ

50

ロピルアミン、ブトキシブチルアミン、オキシビス（エチルアミン）等が挙げられる。

【0075】

上記一般式（3）で表されるアミン化合物が含む基 R^9 および R^{10} の例としては、水素原子の他、直鎖状のアルキル基として、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基、ノニル基、デシル基、ウンデシル基、ドデシル基、ステアリル基等が挙げられ、分岐状のものとしてイソプロピル基、sec-ブチル基、イソブチル基、tert-ブチル基、イソペンチル基、ネオペンチル基、tert-ペンチル基、1-エチルプロピル基、1,1-ジメチルプロピル基、1,2-ジメチルプロピル基、1,1,2-トリメチルプロピル基、1,2,2-トリメチルプロピル基、1,3-ジメチルブチル基、ネオペンチル基、1,5-ジメチルヘキシル基、2-エチルヘキシル基、4-ヘプチル基、2-ヘプチル基等が挙げられ、脂環式炭化水素基としては、シクロヘキシル基、シクロペンチル基が挙げられる。

10

【0076】

そして、上記一般式（3）で表されるアミン化合物が含む基 R^{12} および R^{13} の例としては、直鎖状のアルキル基として、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基、ノニル基、デシル基、ウンデシル基、ドデシル基、ステアリル基等が挙げられ、分岐状のものとしてイソプロピル基、sec-ブチル基、イソブチル基、tert-ブチル基、イソペンチル基、ネオペンチル基、tert-ペンチル基、1-エチルプロピル基、1,1-ジメチルプロピル基、1,2-ジメチルプロピル基、1,1,2-トリメチルプロピル基、1,2,2-トリメチルプロピル基、1,3-ジメチルブチル基、ネオペンチル基、1,5-ジメチルヘキシル基、2-エチルヘキシル基、4-ヘプチル基、2-ヘプチル基等が挙げられ、脂環式炭化水素基としては、シクロヘキシル基、シクロペンチル基が挙げられる。

20

【0077】

上記一般式（3）で表されるアミン化合物の具体的な例としては、例えば、アミノアセトアルデヒドジエチルアセタール等が挙げられる。

【0078】

そして、以上のアミン化合物において、上述したように、有機酸アミン塩を形成するために有機酸と混合されたときに、形成された有機酸アミン塩を固化させないようにできるアミン化合物の選択が好ましい。

30

【0079】

そのようなアミン化合物としては、例えば、有機酸がギ酸である場合、N,N-ジエチルヒドロキシルアミン、3-エトキシプロピルアミン、ブチルアミン、ヘキシルアミン、2-エチルヘキシルアミン、3-アミノプロパノール、N-メチル-1,3-プロパンジアミンおよび1,3-プロパンジアミンを選択することが好ましい。

【0080】

すなわち、ギ酸アミン塩のアミノ化合物は、N,N-ジエチルヒドロキシルアミン、3-エトキシプロピルアミン、ブチルアミン、ヘキシルアミン、2-エチルヘキシルアミン、3-アミノプロパノール、N-メチル-1,3-プロパンジアミンおよび1,3-プロパンジアミンよりなる群から選ばれる少なくとも1種であることが好ましい。

40

【0081】

そして、上述したように、本発明の実施形態の銅膜形成用組成物において、ギ酸アミン塩は、ギ酸とアミン化合物とのモル比（（ギ酸）／（アミン化合物））の範囲が、（（ギ酸）／（アミン化合物））＝1／1～1／5の範囲にあることが好ましい。

【0082】

本実施形態の銅膜形成用組成物は、含有するギ酸アミン塩のギ酸とアミン化合物とのモル比が上記の範囲にあることにより、より低抵抗の銅膜を形成することができる。

【0083】

[有機酸アンモニウム塩]

本発明の実施形態の銅膜形成用組成物は、還元剤として、1種または2種以上の有機酸

50

アンモニウム塩を含有することができる。

【0084】

有機酸アンモニウム塩の好ましい有機酸としては、上述した有機酸アミン塩の有機酸と同様のものを挙げることができる。

【0085】

[銅粒子]

本発明の実施形態の銅膜形成用組成物は、銅膜の原料として、銅粒子を含有する。

【0086】

本実施形態の銅膜形成用組成物において、銅粒子の平均粒子径は、 $0.001\mu\text{m} \sim 3\mu\text{m}$ の範囲であることが好ましい。銅粒子の粒子径が $0.001\mu\text{m}$ 未満になると、銅表面の活性が非常に高くなり、酸化反応を生じやすくなるほか、溶解するおそれがある。また、 $3\mu\text{m}$ を超えると、長期保存した場合に銅粒子が沈降することがある。よって、銅粒子の平均粒子径は、上述の範囲内であることが好ましい。

【0087】

本発明の実施形態において、銅粒子の粒子径の測定方法としては、一般的な微粒子に適用される測定方法を用いることができる。例えば、透過型電子顕微鏡 (TEM)、電界放射型透過電子顕微鏡 (FE-TEM)、電界放射型走査電子顕微鏡 (FE-SEM) 等を適宜使用することができる。平均粒子径の値は、上述した顕微鏡を用いて観測し、観測された視野の中から、粒子径が比較的そろっている箇所を3箇所選択し、粒径測定に最も適した倍率で撮影する。得られた各々の写真から、一番多数存在すると思われる粒子を100個選択し、その直径をものさし等の測長機で測定し、測定倍率を除して粒子径を算出し、これらの値を算術平均することにより、求めることができる。また、標準偏差については、上述の観察時に個々の金属微粒子の粒子径と数により求めることができる。そして、変動係数は、上述した平均粒子径およびその標準偏差に基づいて、下記式により算出することができる。

【0088】

$$\text{変動係数} = (\text{標準偏差} / \text{体積平均粒子径}) \times 100 (\%)$$

【0089】

本実施形態の銅膜形成用組成物において、銅粒子は市販のものでもよいし、公知の方法により合成したものでもよく、特に限定されない。公知の合成方法としては、例えば、スパッタリング法やガス中蒸着法等、物理的な手法で合成反応を行う気相法 (乾式法) や、銅化合物溶液を表面保護剤の存在下、還元して銅粒子を析出させる等の液相法 (湿式法) 等が一般的に知られている。

【0090】

本発明の実施形態の銅膜形成用組成物において、銅粒子の純度については特に限定するものではないが、低純度であると銅膜とした際に、導電性に悪影響を与えるおそれがあるため、95%以上が好ましく、99%以上がより好ましい。

【0091】

本実施形態の銅膜形成用組成物における銅粒子の含有量は特に制限はないが、(B)成分である銅粒子と(A)成分との重量比 $((B)成分の重量) / ((A)成分の重量)$ が、1~10の範囲であることが好ましい。

【0092】

例えば、本実施形態の銅膜形成用組成物が(A)成分として有機酸アミン塩のみを含有する場合、(B)成分である銅粒子と、(A)成分である有機酸アミン塩の重量比 $((銅粒子の重量) / (有機酸アミン塩の重量))$ は、1~10の範囲であることが好ましい。また、本実施形態の銅膜形成用組成物が(A)成分として有機酸アンモニウム塩のみを含有する場合、(B)成分である銅粒子と、(A)成分である有機酸アンモニウム塩の重量比 $((銅粒子の重量) / (有機酸アンモニウム塩の重量))$ は、1~10の範囲であるこ

とが好ましい。そして、実施形態の銅膜形成用組成物が（Ａ）成分として有機酸アミン塩および有機酸アンモニウム塩を含有する場合、（Ｂ）成分である銅粒子と、（Ａ）成分である有機酸アミン塩および有機酸アンモニウム塩の重量比（（銅粒子の重量）／（有機酸アミン塩および有機酸アンモニウム塩の合計重量））は、１～１０の範囲であることが好ましい。以上をまとめると、（Ｂ）成分である銅粒子と（Ａ）成分である有機酸アミン塩および有機酸アンモニウム塩の少なくとも一方との重量比（（銅粒子の重量）／（有機酸アミン塩および有機酸アンモニウム塩の少なくとも一方の重量））が、１～１０の範囲であることが好ましい。銅粒子の含有量を上述の範囲とすることで、所望とする抵抗特性の銅膜を形成することができる。

【００９３】

また、本発明の実施形態の銅膜形成用組成物においては、銅粒子として、表面が被覆処理されたものを使用することも可能である。

銅は酸化されやすく、形成された酸化物は導電性が低い。そのため、酸化を防止して導電性の維持が可能となるように、銅粒子の表面に被覆材を配置することが可能である。

【００９４】

また、ナノ粒子に代表される微粒子は、表面積が非常に大きいため、極めて凝集し易く分散が困難である。金属微粒子の分散性は、バインダー樹脂や分散剤を金属微粒子に吸着させることによって改善することができ、微粒子の凝集を防止して保存安定性を高め、分散体の流動性を確保することができる。

【００９５】

したがって、本発明の実施形態の銅膜形成用組成物においては、銅粒子の分散性を向上させるという観点からも、表面に被覆材を設けた銅粒子を用いることが可能である。その場合、被覆材としては、上述したバインダー樹脂や分散剤を用いることができ、それらを銅粒子の表面に吸着させることで、本実施形態の銅膜形成用組成物における銅粒子の分散性を向上させることができる。

【００９６】

しかしながら一方で、銅粒子等の金属微粒子は、微細化するほど、多量の被覆材が必要になる。そして、銅粒子の酸化防止や分散性の向上を目的として多量の被覆材を用いた場合、バインダー樹脂や分散剤等の被覆材が銅粒子相互の接触を妨げ、形成された銅膜の導電性を低下させる懸念がある。したがって、本実施形態の銅膜形成用組成物を用い、低抵抗の銅膜を得るためには、銅粒子表面の被覆材の量や配置等の状態を、好ましい条件で規定する必要がある。

【００９７】

そこで、本発明の実施形態の銅膜形成用組成物においては、銅粒子の酸化抑制と分散性向上を実現し、低抵抗の銅膜を形成できるように、許容可能な銅粒子の被覆材の状態を、１００～５００の不活性雰囲気下での銅粒子の重量減少率（ＴＧ（％））と比表面積（ＳＳ（ m^2/g ））から算出される（ＴＧ／ＳＳ）値により規定する。

【００９８】

すなわち、本発明の実施形態の銅膜形成用組成物の銅粒子は、平均粒径が、上述したように、０．００１ μm ～３ μm の範囲であり、（ＴＧ／ＳＳ）値が、０．３より小さいことが好ましい。すなわち、本発明の実施形態の銅膜形成用組成物において、銅粒子は、（ＴＧ／ＳＳ）＜０．３であることが好ましい。

【００９９】

このように、銅粒子において、被覆材の状態を規定することで、それを含有する本発明の実施形態の銅膜形成用組成物では、銅粒子の酸化抑制と分散性向上を実現し、低抵抗の銅膜を形成できる。

【０１００】

〔溶剤〕

本実施の形態の銅膜形成用組成物において、上記した（Ａ）成分の有機酸アミン塩および有機酸アンモニウム塩のうちの少なくとも一方、並びに、（Ｂ）成分の銅粒子のほかに

10

20

30

40

50

、溶剤を成分として添加することが可能である。溶剤を添加して銅膜形成用組成物中に含有させることにより、塗布方法に対応した銅膜形成用組成物の粘度調整が容易となり、また、安定した均一な物性の銅膜を形成することが可能となる。

【0101】

添加する溶剤としては、銅膜形成用組成物中の各成分を溶解または分散することができるものであり、銅膜の形成を阻害しないものであれば、特に限定するものではない。例えば、水、アルコール類、エーテル類、エステル類、脂肪族炭化水素類および芳香族炭化水素類から選ばれる1種の液体、または、相溶性のある2種以上の液体が挙げられる。

【0102】

溶剤の具体例について、アルコール類としては、メタノール、エタノール、*n*-プロピルアルコール(1-プロパノール)、*i*-プロピルアルコール、*n*-ブチルアルコール(1-ブタノール)、*i*-ブチルアルコール、*sec*-ブチルアルコール、ペンタノール、ヘキサノール、ヘプタノール、オクタノール、ノニルアルコール、デカノール、シクロヘキサノール、ベンジルアルコール、ターピネオール、ジヒドロターピネオール等が挙げられる。

10

【0103】

エーテル類としては、例えば、ヘキシルメチルエーテル、ジエチレングリコールジメチルエーテル、ジエチレングリコールジエチルエーテル、ジエチレングリコールメチルエチルエーテル、トリエチレングリコールジメチルエーテル、トリエチレングリコールジエチルエーテル、プロピレングリコールモノメチルエーテル、プロピレングリコールモノエチルエーテル、プロピレングリコールモノ-*n*-プロピルエーテル、プロピレングリコールモノ-*n*-ブチルエーテル、ジプロピレングリコールモノメチルエーテル、ジプロピレングリコールモノエチルエーテル、ジプロピレングリコールモノ-*n*-プロピルエーテル、ジプロピレングリコールモノ-*n*-ブチルエーテル、トリプロピレングリコールモノメチルエーテル、トリプロピレングリコールモノエチルエーテル等の(ポリ)アルキレングリコールモノアルキルエーテル類、テトラヒドロフラン、テトラヒドロピラン、1,4-ジオキサン等が挙げられる。

20

【0104】

エステル類としては、例えば、ギ酸メチル、ギ酸エチル、ギ酸ブチル、酢酸メチル、酢酸エチル、酢酸ブチル、プロピオン酸メチル、プロピオン酸エチル、プロピオン酸ブチル、 γ -ブチロラクトン等が挙げられる。

30

【0105】

脂肪族炭化水素類としては、例えば、*n*-ペンタン、*n*-ヘキサン、*n*-ヘプタン、*n*-オクタン、*n*-ノナン、*n*-デカン、*n*-ウンデカン、*n*-ドデカン、テトラデカン、シクロヘキサン、デカリン等が挙げられる。

【0106】

芳香族炭化水素類としては、例えば、ベンゼン、トルエン、キシレン、エチルベンゼン、*n*-プロピルベンゼン、*i*-プロピルベンゼン、*n*-ブチルベンゼン、メシチレン、クロロベンゼン、ジクロロベンゼン等が挙げられる。

【0107】

これら有機溶剤のうち、特に銅膜形成用組成物の粘度の調整のし易さの観点から、エーテル類が好ましい。

40

【0108】

本実施形態の銅膜形成用組成物に含有される溶剤は任意成分であり、その含有量は本実施形態の銅膜形成用組成物の全成分の100質量%に対して0質量%~95質量%の範囲であり、0質量%~70質量%の範囲であることが好ましく、0質量%~50質量%の範囲であることがより好ましい。

【0109】

[その他任意成分]

本実施形態の銅膜形成用組成物は、上述した(A)成分である有機酸アミン塩および有

50

機酸アンモニウム塩のうちの少なくとも一方、並びに、(B)成分の銅粒子に加え、本発明の効果を損なわない限りにおいて、その他任意成分として、分散剤、酸化防止剤、濃度調整剤、表面張力調整剤、粘度調整剤、塗膜形成補助剤を含有することが可能である。

【0110】

本実施形態の銅膜形成用組成物における、その他任意成分の含有量は特に制限はないが、それらは任意の成分であり、本実施形態の銅膜形成用組成物が含有する全成分の100質量%に対し、0質量%～50質量%の範囲であることが好ましく、0質量%～20質量%の範囲とするのがより好ましい。その他任意成分の含有量が50質量%を超えるように添加されても、含有量に対応するような、その他任意成分による効果は得られない。さらに、銅膜形成用組成物の単位重量当たりの金属銅の形成量が低下し、所望とする特性の銅膜を高い製造効率で形成できないおそれがある。

10

【0111】

<銅膜形成用組成物の調製>

[調製方法]

本実施形態の銅膜形成用組成物は、上述した(A)成分である有機酸アミン塩および有機酸アンモニウム塩のうちの少なくとも一方、並びに、(B)成分の銅粒子を混合することで、簡便に調製し、製造することができる。混合する順序は特に限定するものではない。

【0112】

本実施形態の銅膜形成用組成物の調製において、上述したように溶剤を添加することが可能である。溶剤の添加は、例えば、上述した(A)成分および(B)成分を混合した後に行うことができる。添加する溶剤としては、上述したように、(A)成分および(B)成分を溶解または分散するものであれば特に限定はされない。

20

【0113】

本実施形態の銅膜形成用組成物の調製においては、その他任意成分として、分散剤、酸化防止剤、濃度調整剤、表面張力調整剤、粘度調整剤等を添加することができる。その他任意成分は、例えば、(A)成分および(B)成分を混合した後に添加することができる。そして、分散剤、酸化防止剤、濃度調整剤、表面張力調整剤、粘度調整剤等のその他任意成分は、銅化合物等の必須成分とともに用いられ、本実施形態の銅膜形成用組成物が所望の成分濃度、表面張力、粘度等を有するように調整することができる。

30

【0114】

[混合方法]

本実施形態の銅膜形成用組成物の調製における混合方法としては、特に限定するものではないが、例えば、攪拌羽による攪拌、スターラーおよび攪拌子による攪拌、沸騰器による攪拌、超音波ホモジナイザー、ビーズミル、ペイントシェーカーまたは攪拌脱泡装置等を使用した方法等が挙げられる。混合の条件としては、例えば、攪拌羽による攪拌の場合、攪拌羽の回転速度が、通常1rpm～4000rpmの範囲、好ましくは10rpm～2000rpmの範囲である。

【0115】

<銅膜形成方法および銅膜>

40

以上で説明した本発明の実施形態の銅膜形成用組成物は、所望とする適当な基板上に塗布され、本実施形態の銅膜形成用組成物の塗膜を形成する。そして、その本実施形態の銅膜形成用組成物の塗膜が加熱されて基板上に銅膜を形成する。すなわち、本発明の実施形態の銅膜形成方法は、本発明の実施形態の銅膜形成用組成物を用い、本発明の実施形態の銅膜を形成する。その結果、本発明の実施形態の銅膜を用い、本発明の実施形態の回路基板を製造することができる。

【0116】

このとき、本発明の実施形態の銅膜形成方法は、本実施形態の銅膜形成用組成物を用いることで、窒素ガス、ヘリウムガスおよびアルゴンガス等の不活性ガスを利用した非酸性雰囲気下の加熱によって銅膜を形成することができる。すなわち、本発明の実施形態の

50

銅膜形成方法は、水素ガス等の還元性ガスを利用した還元性雰囲気を形成する必要は特になく、簡便に、安全な状態で、銅膜形成のための加熱を行い、銅膜を形成することができる。

【0117】

本発明の実施形態の銅膜形成方法においては、基板上に塗布された本実施形態の銅膜形成用組成物の塗膜を加熱することによって、(B)成分である銅粒子同士の融着を生じさせ、銅膜を形成する。このとき、塗膜の加熱により、銅粒子とともに含有される(A)成分が還元剤として作用し、銅の酸化による弊害を抑えた銅膜の形成を可能とする。その結果、本実施形態の銅膜は、低抵抗化が実現される。

【0118】

したがって、本発明の実施形態の銅膜形成方法は、(1)(A)成分および(B)成分を含む本発明の実施形態の銅膜形成用組成物を用い、その塗膜を基板上に形成する工程と、(2)その基板上的塗膜を非酸化性雰囲気下において加熱する工程とを含んで構成することが好ましい。

【0119】

以下、本発明の実施形態の銅膜形成方法について、さらに詳しく説明する。

【0120】

〔基板〕

本発明の実施形態の銅膜形成方法において、本実施形態の銅膜形成用組成物の塗膜を形成する基板としては、公知のものを用いることができ、特に限定するものではない。

【0121】

基板を構成する材料としては、例えば、樹脂、紙、金属、ガラス等が挙げられ、より具体的には、低密度ポリエチレン樹脂、高密度ポリエチレン樹脂、ABS樹脂(アクリロニトリル-ブタジエン-スチレン共重合合成樹脂)、アクリル樹脂、スチレン樹脂、塩化ビニル樹脂、ポリエステル樹脂(ポリエチレンテレフタレート、ポリトリメチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート、ポリエチレンナフタレート、ポリブチレンナフタレート)、ポリアセタール樹脂、セルロース誘導体等の樹脂基材、非塗工印刷用紙、微塗工印刷用紙、塗工印刷用紙(アート紙、コート紙)、特殊印刷用紙、コピー用紙(PPC用紙)、未晒包装紙(重袋用両更クラフト紙、両更クラフト紙)、晒包装紙(晒クラフト紙、純白ロール紙)、コートボール、チップボール段ボール等の紙基材、銅板、鉄板、アルミ板等の金属基材、ソーダガラス、ホウケイ酸ガラス、シリカガラス、石英ガラス等のガラス基材、アルミナ、サファイア、ジルコニア、チタニア、酸化イットリウム、ITO(インジウム錫オキサイド)等が挙げられる。

【0122】

〔塗布方法〕

本発明の実施形態の銅膜形成方法における、本実施形態の銅膜形成用組成物の塗布方法としては、インクジェット印刷、グラビア印刷、フレキソ印刷、(シルク)スクリーン印刷、凸版印刷等の印刷方法が挙げられ、また、スピンコート法、スプレーコート法、バーコート法、キャスト法、ディップコート法、および、ロールコート法等の塗布方法が挙げられる。本実施形態の銅膜形成用組成物を基板に塗布する塗布量としては、所望する銅膜の膜厚に応じて適宜調整することができる。

【0123】

本実施形態の銅膜形成用組成物は、上述した塗布方法への適用が可能である。そのため、本発明の実施形態の銅膜形成方法は、本実施形態の銅膜形成用組成物を用い、基板上に一樣なベタ状の塗膜を形成して本実施形態の銅膜を形成することが可能である。さらに、インクジェット印刷法、グラビア印刷法、グラビアオフセット印刷法、リバーソフセット印刷法、フレキソ印刷法、(シルク)スクリーン印刷法、凸版印刷等を利用した直接描画により、所望の形状にパターンニングされた塗膜を形成し、配線や電極や端子等となる、パターンニングされた銅膜を直接に基板上に形成することも可能である。その結果、適当な基板上に形成された、本発明の実施形態のパターンニングされた銅膜を用い、本発明の実施

形態の回路基板を製造することができる。

【0124】

尚、その場合、選択される塗布方法に対応して、本実施形態の銅膜形成用組成物は、(A)成分や溶剤等について、その種類と量を調整し、用いる塗布方法に好適となるように銅膜形成用組成物の粘度を調整することが好ましい。

【0125】

[加熱条件]

本発明の実施形態の銅膜形成方法において、本実施形態の銅膜形成用組成物から銅膜を形成するための加熱は、上述したように、水素ガス等の還元性ガスを利用した還元性雰囲気特に必要とはしない。すなわち、本発明の実施形態の銅膜形成方法において、銅膜を形成するための加熱は、例えば、窒素ガス、ヘリウムガスおよびアルゴンガス等の不活性ガスの利用による不活性雰囲気の非酸化性雰囲気下で行うことができる。すなわち、本実施形態の銅膜形成方法は、基板上に形成された本実施形態の銅膜形成用組成物の塗膜を非酸化性雰囲気下で加熱して、その基板上に銅膜を形成することができる。

10

【0126】

尚、本実施形態の銅膜形成方法は、基板上に形成された本実施形態の銅膜形成用組成物の塗膜を、水素ガス等の還元性ガスを利用した還元性雰囲気下で加熱して、その基板上に銅膜を形成することも可能である。

【0127】

本実施形態の銅膜形成方法において、加熱温度は、本実施形態の銅膜形成用組成物の銅塩が還元され、不要な有機物が分解、揮発する温度であればよく、特に限定するものではない。例えば、加熱温度は、50 ~ 300 の範囲が好ましく、50 ~ 250 の範囲がより好ましく、50 ~ 200 の範囲がさらに好ましい。加熱温度が50未満であると、銅塩の還元反応が完全に進行せず、また不要な有機物の残存が顕著になる場合があり、300を超えると、有機材料からなる基板を利用できなくなる恐れがある。250以下であれば、有機材料からなる基板を選択して使用することが可能となる。また、200以下であれば、有機材料からなる基板を含む、より多様な基板の群から所望の基板を選択して使用することができる。

20

【0128】

尚、加熱温度が250以下である場合、特に、200以下である場合、従来の技術では、所謂、加熱不足による銅膜の特性低下が懸念される。しかしながら、本実施形態の銅膜形成方法は、本実施形態の銅膜形成用組成物を用いて銅膜の形成を行っており、250以下、さらには、200以下の加熱条件であっても所望とする特性の銅膜、特に、所望とする優れた抵抗特性の銅膜を形成することができる。したがって、簡便さ等の観点からも、本発明の実施形態の銅膜形成方法は、上述したように、加熱温度を250以下とすることが好ましく、200以下とすることがより好ましい。

30

【0129】

また、加熱時間は、(A)成分等の各成分の種類や、所望する銅膜の導電性(抵抗値)を考慮して適宜選択すればよく、特に限定するものではない。そして、200程度またはそれ以下の比較的低温の加熱温度を選択した場合には、加熱時間は、5分間~100分間程度とすることが好ましい。

40

【0130】

以上のように、本発明の実施形態の銅膜形成方法は、本実施形態の銅膜形成用組成物を用い、水素ガス等の還元性ガスを利用した還元性雰囲気を特に必要とせず、例えば、窒素ガス、ヘリウムガスおよびアルゴンガス等の不活性ガスを利用した非酸化性雰囲気下での低温での加熱により、簡便に、低抵抗の銅膜を形成することができる。そして、得られた基板上の本発明の実施形態の銅膜を用い、本発明の実施形態の回路基板を提供することができる。

【0131】

<電子機器>

50

上述した本発明の実施形態の銅膜形成方法は、本発明の実施形態の銅膜形成用組成物を用い、本発明の実施形態の銅膜を形成する。そして、本発明の実施形態の銅膜を用い、それを配線とする回路基板や半導体パッケージを提供することができる。また、本実施形態の銅膜を配線として使用する本発明の実施形態の電子機器を提供することができる。

【0132】

本発明の実施形態の電子機器としては、例えば、タッチパネル、液晶表示素子および有機EL素子等を挙げることができる。また、入力装置として本発明の実施形態のタッチパネルを備えたタッチパネル付の電子機器を挙げることができる。

【0133】

以下、本発明の実施形態の電子機器として例示した本発明の実施形態のタッチパネルについて説明する。

【0134】

[タッチパネル]

本発明の実施形態のタッチパネルは、例えば、検知電極およびそれを引き出すための引き出し配線が設けられた基板の上に、その検知電極を覆うように形成された光透過性の絶縁膜を有するタッチパネルである。このタッチパネルは、例えば、静電容量方式のタッチパネルとすることができる。

【0135】

尚、本発明の実施形態のタッチパネルにおいては、上述の絶縁膜を設けない構造とすることも可能である。

【0136】

図1は、本発明の実施形態のタッチパネルを示す平面図である。

【0137】

図2は、図1のB-B'線に沿う断面図である。

【0138】

図1に示すように、本実施形態のタッチパネル21は、透明基板22の表面に、X方向に延在する第1検知電極23と、X方向に直交するY方向に延在する第2検知電極24を有する。

【0139】

透明基板22はガラス基板とすることができる。また、透明基板22は、樹脂基板とすることもでき、その場合、ポリエチレンテレフタレートフィルム、ポリブチレンテレフタレートフィルム、ポリエチレンフィルム、ポリプロピレンフィルム、ポリエーテルスルホンフィルム、ポリカーボネートフィルム、ポリアクリルフィルム、ポリ塩化ビニルフィルム、ポリイミドフィルム、環状オレフィンの開環重合体フィルムおよびその水素添加物からなるフィルム等を用いることができる。透明基板22の厚みとしては、ガラス基板の場合、0.1mm~3mmとすることができる。樹脂基板の場合、10μm~3000μmとすることができる。

【0140】

第1検知電極23と第2検知電極24は、それぞれ複数が配置される。そして、第1検知電極23と第2検知電極24は、タッチパネル21の操作領域でマトリクス状に配置されている。第1検知電極23は、操作者によるタッチ位置のY方向の座標を検出するために用いられる。第2検知電極24は、操作者によるタッチ位置のX方向の座標を検出するために用いられる。第1検知電極23と第2検知電極24は、透明基板22の同一面の同一層に設けられている。尚、第1検知電極23および第2検知電極24の数は図1の例に限られるものではなく、操作領域の大きさと必要とされるタッチ位置の検出精度に応じて決定されることが好ましい。すなわち、より多い数や少ない数の第1検知電極23および第2検知電極24を用い、タッチパネル21を構成することができる。

【0141】

図1に示すように、第1検知電極23および第2検知電極24はそれぞれ、菱形形状の複数の電極パッド30から構成されている。第1検知電極23と第2検知電極24は、第

10

20

30

40

50

第1検知電極23の電極パッド30がそれと隣接する第2検知電極24の電極パッド30と離間するように配置される。このとき、それら電極パッド30間の隙間は、絶縁性が確保できる程度のごく小さなものとされる。

【0142】

そして、第1検知電極23と第2検知電極24とは、互いに交差する部分をできる限り小さくできるように配置される。そして、第1検知電極23および第2検知電極24を構成する電極パッド30がタッチパネル21の操作領域全体に配置されるようにする。

【0143】

図1に示すように、電極パッド30は菱形形状とすることができるが、こうした形状に限られず、例えば、六角形等の多角形状とすることができる。

10

【0144】

第1検知電極23および第2検知電極24はそれぞれ、タッチパネル21の下に配置される液晶表示素子(図示されない)等のディスプレイの視認性を低下させないように、透明電極であることが好ましい。ここで、透明電極とは、可視光に対して高い透過性を備える電極である。第1検知電極23および第2検知電極24としては、ITOからなる電極や、酸化インジウムと酸化亜鉛からなる電極等、透明導電材料からなる電極を用いることができる。第1検知電極23および第2検知電極24がそれぞれITOからなる場合、十分な導電性を確保できるよう、それらの厚さを10nm~100nmとすることが好ましい。

20

【0145】

第1検知電極23および第2検知電極24の形成は、公知の方法を用いて行うことができ、例えば、ITO等の透明導電材料からなる膜をスパッタリング法等を用いて成膜し、フォトリソグラフィ法等を利用してパターンニングすることで行うことができる。

【0146】

図1および図2に示すように、第1検知電極23および第2検知電極24は、透明基板22の同一面上に形成されており、同一層をなしている。そのため、第1検知電極23と第2検知電極24とは、操作領域において、複数の箇所では交差しており、交差部28を形成している。

【0147】

本実施形態のタッチパネル21では、図2に示すように、交差部28において、第1検知電極23および第2検知電極24のいずれか一方が他方と接触しないように分断される。すなわち、交差部28において、第1検知電極23は繋がっているが、図2の左右方向に伸びる第2検知電極24は分断されて形成されている。そして、第2検知電極24の途切れた箇所を電氣的に接続させるために、ブリッジ電極32が設けられている。ブリッジ電極32と第1検知電極23との間には、絶縁性物質からなる層間絶縁膜29が設けられている。

30

【0148】

図2に示すように、交差部28で、第1検知電極23の上に設けられた層間絶縁膜29は、光透過性に優れた材料から形成されている。層間絶縁膜29は、ポリシロキサン、アクリル系樹脂、およびアクリルモノマー等を用いて印刷法で塗布し、必要な場合にパターンニングを行った後、それを加熱硬化させて形成することができる。ポリシロキサンを用いて形成した場合には、層間絶縁膜29はシリコン酸化物(SiO_2)からなる無機絶縁層となる。また、アクリル系樹脂、およびアクリルモノマーを用いた場合には、層間絶縁膜29は樹脂からなる有機絶縁層となる。層間絶縁膜29に SiO_2 を用いる場合には、例えば、マスクを用いたスパッタリング法によって、交差部28における第1検知電極23の上にのみ SiO_2 膜を形成して、層間絶縁膜29を構成することもできる。

40

【0149】

層間絶縁膜29の上層には、ブリッジ電極32が設けられている。ブリッジ電極32は、上述したように、交差部28で途切れた第2検知電極24同士を電氣的に接続する機能を果たす。ブリッジ電極32は、ITO等の光透過性に優れた材料によって形成されるこ

50

とが好ましい。ブリッジ電極 3 2 を設けることにより、第 2 検知電極 2 4 を Y 方向に電氣的に接続することができる。

【0150】

図 1 に示すように、第 1 検知電極 2 3 と第 2 検知電極 2 4 は、上述したように、菱形の電極パッド 3 0 を縦または横に複数並べた形状を有する。第 1 検知電極 2 3 において、交差部 2 8 に位置する接続部分は、第 1 検知電極 2 3 の菱形の電極パッド 3 0 より幅の狭い形状とされる。また、ブリッジ電極 3 2 も、菱形の電極パッド 3 0 より幅の狭い形状であって、短冊状に形成されている。

【0151】

タッチパネル 2 1 の第 1 検知電極 2 3 と第 2 検知電極 2 4 の端部には、それぞれ端子（図示されない）が設けられており、その端子からそれぞれ引き出し配線 3 1 が引き出される。引き出し配線 3 1 は、上述した本発明の実施形態の銅膜を使用した金属配線とすることができる。同様に、端子も、本発明の実施形態の銅膜を用いて形成することができる。

10

【0152】

すなわち、タッチパネル 2 1 の引き出し配線 3 1 等は、上述した本発明の実施形態の銅膜形成用組成物を用い、上述した本発明の実施形態の銅膜形成方法に従って形成することができる。

【0153】

例えば、本発明の実施形態の銅膜形成方法で例示した塗布方法により、本実施形態の銅膜形成用組成物の塗膜を第 1 検知電極 2 3 および第 2 検知電極 2 4 等の形成された透明基板 2 2 上に形成し、配線パターンを形成する。例えば、インクジェット印刷法、グラビア印刷法、グラビアオフセット印刷法、リバースオフセット印刷法、フレキソ印刷法、（シルク）スクリーン印刷法、凸版印刷等を利用した直接描画により、塗膜を形成し、配線パターンを形成することができる。

20

【0154】

そして、上述したように、例えば、窒素ガス、ヘリウムガスおよびアルゴンガス等の不活性ガスを利用した非酸化性雰囲気下で加熱し、引き出し配線 3 1 等を形成することができる。

【0155】

尚、塗膜の加熱は、上述したように、水素ガス等の還元性ガスを利用した還元性雰囲気下でも行うことができる。

30

【0156】

引き出し配線 3 1 は、その端部の接続端子（図示されない）を用いて、第 1 検知電極 2 3 および第 2 検知電極 2 4 への電圧印加やタッチ操作の位置を検出する外部の制御回路（図示されない）に電氣的に接続される。

【0157】

図 1 および図 2 に示すように、第 1 検知電極 2 3 および第 2 検知電極 2 4 の配置された透明基板 2 2 の表面には、第 1 検知電極 2 3 および第 2 検知電極 2 4 を覆うように、光透過性の絶縁膜 2 5 が配置されている。

【0158】

40

絶縁膜 2 5 は、タッチパネル 2 1 の操作領域で、第 1 検知電極 2 3 および第 2 検知電極 2 4 を被覆して保護するようにパターンニングされて形成される。併せて、絶縁膜 2 5 は、第 1 検知電極 2 3 および第 2 検知電極 2 4 から引き出される引き出し配線 3 1 の端部の接続端子（図示されない）が露出するようにパターンニングされて形成される。

【0159】

絶縁膜 2 5 の形成には、感放射線性の樹脂組成物を用いることができ、所定のパターンニングを行って第 1 検知電極 2 3 および第 2 検知電極 2 4 上に配置することができる。

【0160】

タッチパネル 2 1 は、透明基板 2 2 の第 1 検知電極 2 3 および第 2 検知電極 2 4 の形成面に、例えば、アクリル系の透明接着剤からなる接着層（図示されない）を用いて透明な

50

樹脂からなるカバーフィルム（図示されない）を設けることが可能である。

【0161】

以上の構成を有するタッチパネル21は、第1検知電極23と第2検知電極24がマトリクス状に配置された操作領域において静電容量を計測し、操作者の指等のタッチ操作があった場合に生じる静電容量の変化から、指等の接触位置を検知することができる。そして、液晶表示素子や有機EL素子等のディスプレイの上に載置し、電子機器のディスプレイの入力装置として好適に使用することが可能である。

【0162】

したがって、本発明の実施形態の銅膜形成用組成物を用いて、上述した本発明の実施形態の銅膜形成方法に従って形成された本発明の実施形態の銅膜を用い、引き出し配線を構成することができる。そして、その本発明の実施形態の銅膜からなる引き出し配線を用いてタッチパネルを構成することができる。さらに、そのタッチパネルを備えた液晶表示素子や有機EL素子等の本発明の実施形態の電子機器を提供することができる。したがって、本発明の実施形態のタッチパネル付液晶表示素子等の電子機器は、本発明の実施形態の銅膜形成方法に従って形成された本発明の実施形態の銅膜を有して構成される。

【実施例】

【0163】

以下、実施例に基づいて本発明の実施形態をより具体的に説明する。しかし、本発明はこれらの実施例により何ら限定されるものではない。

【0164】

<銅膜形成用組成物の調製>

実施例1～実施例10および比較例1～比較例15では、以下に示す方法で、それぞれ銅膜形成用組成物を調製した。各実施例および各比較例で使用した銅粒子を示す。併せて、100～500の不活性雰囲気下での銅粒子の重量減少率（TG（％））と比表面積（SS（ m^2/g ））とを用いた（TG/SS）値の算出方法を示す。尚、実施例1～実施例10および比較例1～比較例15の各銅膜形成用組成物の調製に用いたギ酸およびアミノ化合物は市販品を使用した。

【0165】

[銅粒子]

銅粉（1）（三井金属鉱業社製、平均粒径1.0 μm 、（TG/SS）値＝0.2）

銅粉（2）（三井金属鉱業社製、平均粒径0.49 μm 、（TG/SS）値＝0.23

）

銅粉（3）（三井金属鉱業社製、平均粒径0.36 μm 、（TG/SS）値＝0.44

）

【0166】

[（TG/SS）値の算出]

不活性雰囲気下の100～500の重量減少率（TG（％））は、窒素雰囲気下にて、示差熱重量同時測定装置TG/DTA 7300（エスアイアイ ナノテクノロジー社製）を用いて測定した。比表面積（SS（ m^2/g ））は、オートソープ1（Quantachrome社）を用いて測定した。これら測定値を用い、（TG/SS）値を算出した。

【0167】

[実施例1]

ギ酸0.1モルに3-エトキシプロピルアミン0.1モルを混合し、ギ酸アミン塩を調製した。次に、調製したギ酸アミン塩1.2gと銅粉（1）2.0gとを三本ロールで混練し、ペースト状の銅膜形成用組成物を得た。

【0168】

[実施例2]

実施例1の3-エトキシプロピルアミンの代わりに、N,N-ジエチルヒドロキシルアミンを用い、同様の方法で、ペースト状の銅膜形成用組成物を得た。

【 0 1 6 9 】

[実施例 3]

実施例 1 の 3 - エトキシプロピルアミンの代わりに、ブチルアミンを用い、同様の方法で、ペースト状の銅膜形成用組成物を得た。

【 0 1 7 0 】

[実施例 4]

実施例 1 の 3 - エトキシプロピルアミンの代わりに、ヘキシルアミンを用い、同様の方法で、ペースト状の銅膜形成用組成物を得た。

【 0 1 7 1 】

[実施例 5]

実施例 1 の 3 - エトキシプロピルアミンの代わりに、2 - エチルヘキシルアミンを用い、同様の方法で、ペースト状の銅膜形成用組成物を得た。

【 0 1 7 2 】

[実施例 6]

実施例 1 の 3 - エトキシプロピルアミンの代わりに、3 - アミノプロパノールを用い、同様の方法で、ペースト状の銅膜形成用組成物を得た。

【 0 1 7 3 】

[実施例 7]

実施例 1 の 3 - エトキシプロピルアミンの代わりに、N - メチル - 1 , 3 - プロパンジアミンを用い、同様の方法で、ペースト状の銅膜形成用組成物を得た。

【 0 1 7 4 】

[実施例 8]

実施例 1 の 3 - エトキシプロピルアミンの代わりに、1 , 3 - プロパンジアミンを用い、同様の方法で、ペースト状の銅膜形成用組成物を得た。

【 0 1 7 5 】

[実施例 9]

実施例 1 の銅粉 (1) の代わりに、銅粉 (2) 2 . 0 g を用い、同様の方法で、ペースト状の銅膜形成用組成物を得た。

【 0 1 7 6 】

[実施例 1 0]

銅粉 (3) を窒素雰囲気下、300 で、1 時間加熱処理することで、(T G / S S) 値 = 0 . 0 9 の銅粉 (3 B) を得た。実施例 1 の銅粉 (1) の代わりに、この銅粉 (3 B) を用い、同様の方法で、ペースト状の銅膜形成用組成物を得た。

【 0 1 7 7 】

[比較例 1]

実施例 1 の 3 - エトキシプロピルアミンの代わりに、D L - 1 フェニルエチルアミンを用い、同様の方法で銅膜形成用組成物の調製を試みたが、得られるギ酸アミン塩が固化して、銅膜形成用組成物の調製は行えなかった。

【 0 1 7 8 】

[比較例 2]

実施例 1 の 3 - エトキシプロピルアミンの代わりに、t - ブチルアミンを用い、同様の方法で銅膜形成用組成物の調製を試みたが、得られるギ酸アミン塩が固化して、銅膜形成用組成物の調製は行えなかった。

【 0 1 7 9 】

[比較例 3]

実施例 1 の 3 - エトキシプロピルアミンの代わりに、トリエチルアミンを用い、同様の方法で銅膜形成用組成物の調製を試みたが、ギ酸とトリアチルアミンは分離して、ギ酸アミン塩とはならず、銅膜形成用組成物の調製は行えなかった。

【 0 1 8 0 】

[比較例 4]

10

20

30

40

50

実施例 2 と同様に、アミン化合物に N , N - ジエチルヒドロキシルアミンを用い、ギ酸 0 . 1 モルに 3 - エトキシプロピルアミン 0 . 0 8 モルを混合し、同様の方法で銅膜形成用組成物の調製を試みたが、得られるギ酸アミン塩が固化して、銅膜形成用組成物の調製は行えなかった。

【 0 1 8 1 】

[比較例 5]

実施例 1 の 3 - エトキシプロピルアミンの代わりに、3 - (2 - エチルヘキシルオキシ) プロピルアミンを用い、同様の方法で、ペースト状の銅膜形成用組成物を得た。

【 0 1 8 2 】

[比較例 6]

実施例 1 の 3 - エトキシプロピルアミンの代わりに、2 - (2 - アミノエチルアミノ) エタノールを用い、同様の方法で、ペースト状の銅膜形成用組成物を得た。

【 0 1 8 3 】

[比較例 7]

実施例 1 の 3 - エトキシプロピルアミンの代わりに、ジブチルアミノプロピルアミンを用い、同様の方法で、ペースト状の銅膜形成用組成物を得た。

【 0 1 8 4 】

[比較例 8]

実施例 1 で用いた銅粉 (1) 2 . 0 g とギ酸 0 . 4 g とを三本ロールで混合し、ペースト状の銅膜形成用組成物を得た。得られた銅膜形成用組成物は、室温で、30 分程度放置すると、固化した。本比較例の銅膜形成用組成物は、保存安定性が悪く、この点で、実用性がないことが確認された。

【 0 1 8 5 】

[比較例 9]

実施例 1 で用いた銅粉 (1) 2 . 0 g と N , N - ジエチルヒドロキシルアミン 0 . 4 g とを三本ロールで混合し、ペースト状の銅膜形成用組成物を得た。

【 0 1 8 6 】

[比較例 1 0]

実施例 1 の 3 - エトキシプロピルアミンの代わりに、トリ - n - オクチルアミンを用い、同様の方法で、ペースト状の銅膜形成用組成物を得た。

【 0 1 8 7 】

[比較例 1 1]

実施例 1 の 3 - エトキシプロピルアミンの代わりに、ジエタノールアミンを用い、同様の方法で、ペースト状の銅膜形成用組成物を得た。

【 0 1 8 8 】

[比較例 1 2]

実施例 1 の 3 - エトキシプロピルアミンの代わりに、1 , 3 - ジアミノプロパンを用い、同様の方法で、ペースト状の銅膜形成用組成物を得た。

【 0 1 8 9 】

[比較例 1 3]

実施例 1 の 3 - エトキシプロピルアミンの代わりに、1 , 2 - ジアミノプロパンを用い、同様の方法で、ペースト状の銅膜形成用組成物を得た。

【 0 1 9 0 】

[比較例 1 4]

実施例 1 の 3 - エトキシプロピルアミンの代わりに、エチレンジアミンを用い、同様の方法で、ペースト状の銅膜形成用組成物を得た。

【 0 1 9 1 】

[比較例 1 5]

ギ酸 0 . 1 モルに 3 - エトキシプロピルアミン 0 . 1 モルを混合し、ギ酸アミン塩を調製した。次に、調製したギ酸アミン塩 1 . 2 g と銅粉 (3) 2 . 0 g とを三本ロールで混

10

20

30

40

50

練し、ペースト状の銅膜形成用組成物を得た。

【0192】

< 銅膜の形成 >

[実施例 11]

実施例 1 ~ 実施例 10 および比較例 5 ~ 比較例 15 の銅膜形成用組成物を用い、基材である縦 150 mm、横 150 mm の正形状の無アルカリガラス基板上に、バーコーターを用いて塗布し、縦 50 mm、横 50 mm の正形状にパターニングされ、膜厚が 100 μm である均一な塗膜を形成した。次に、ホットプレートを用い、水素ガス等の還元性ガスを用いた還元雰囲気を形成することなく、窒素雰囲気下で、前述の塗膜の形成されたガラス基板を、190 で 10 分間加熱処理した。

10

【0193】

その結果、実施例 1 ~ 実施例 10、比較例 5 ~ 比較例 9 および比較例 15 の銅膜形成用組成物を用いた場合、膜厚が 10 μm ~ 30 μm 程度の上記形状にパターニングされた膜が得られた。

【0194】

一方、比較例 10 ~ 比較例 14 の銅膜形成用組成物を用いた場合、後述する体積抵抗値の測定が可能となるような、均一な膜は得られなかった。

【0195】

< 銅膜の評価 >

[実施例 12]

実施例 1 ~ 実施例 10、比較例 5 ~ 比較例 9 および比較例 15 の銅膜形成用組成物を用い、上述の実施例 11 に示す方法で基材上に形成された膜を用い、それらの比抵抗値（体積抵抗値（ $\mu\Omega \cdot \text{cm}$ ））を評価した。比抵抗値の測定は、四探針抵抗測定機（商品名：Model sigma-5、NPS 社）を用いて行った。評価結果は、各銅膜形成用組成物に含まれる銅粒子の（TG/SS）値とともに、表 1 に示す。尚、比較例 6 および比較例 7 の銅膜形成用組成物を用いて形成された膜は、比抵抗値が大きいため、評価ができなかった。

20

【0196】

表 1 に示すように、実施例 1 ~ 実施例 10 の銅膜形成用組成物は、均一な薄膜として銅膜を形成することができ、また得られた銅膜は、1000 $\mu\Omega \cdot \text{cm}$ （1 $\text{m}\Omega \cdot \text{cm}$ ）以下の低い比抵抗値を示すことがわかった。

30

【0197】

【表 1】

銅膜形成用組成物	焼成膜厚 (μm)	体積抵抗値 ($\mu\Omega\cdot\text{cm}$)	TG/SS値
実施例1	15	65	0.2
実施例2	15	55	0.2
実施例3	16	60	0.2
実施例4	14	55	0.2
実施例5	15	70	0.2
実施例6	14	450	0.2
実施例7	14	250	0.2
実施例8	18	500	0.2
実施例9	17	550	0.23
実施例10	16	50	0.09
比較例5	25	100000	0.2
比較例6	16	評価不可	0.2
比較例7	15	評価不可	0.2
比較例8	10	70	0.2
比較例9	20	10000000	0.2
比較例15	21	3000	0.44

10

20

【0198】

以上、本発明の実施形態について説明したが、本発明は上記実施の形態に限定されるものではなく、本発明の要旨を逸脱しない範囲で種々変形して実施することができる。

【産業上の利用可能性】

【0199】

本発明の銅膜形成用組成物は、エレクトロニクス分野における回路基板の導電パターンの形成用の組成物として好適に使用できる。そして、本発明の銅膜および本発明の銅膜形成方法は、エレクトロニクス分野等における電子部品等の製造に用いることができる。例えば、本発明の銅膜および本発明の銅膜形成方法は、配線、回路基板、アンテナ、センサー、演算素子および表示素子の製造に用いることができる。さらに、本発明の銅膜形成用組成物は、導電性インクとしてインクジェット印刷、スクリーン印刷、フレキソ印刷、グラビアオフセット印刷、リバーソフセット印刷等の各種印刷に好適に用いることができる。

30

【符号の説明】

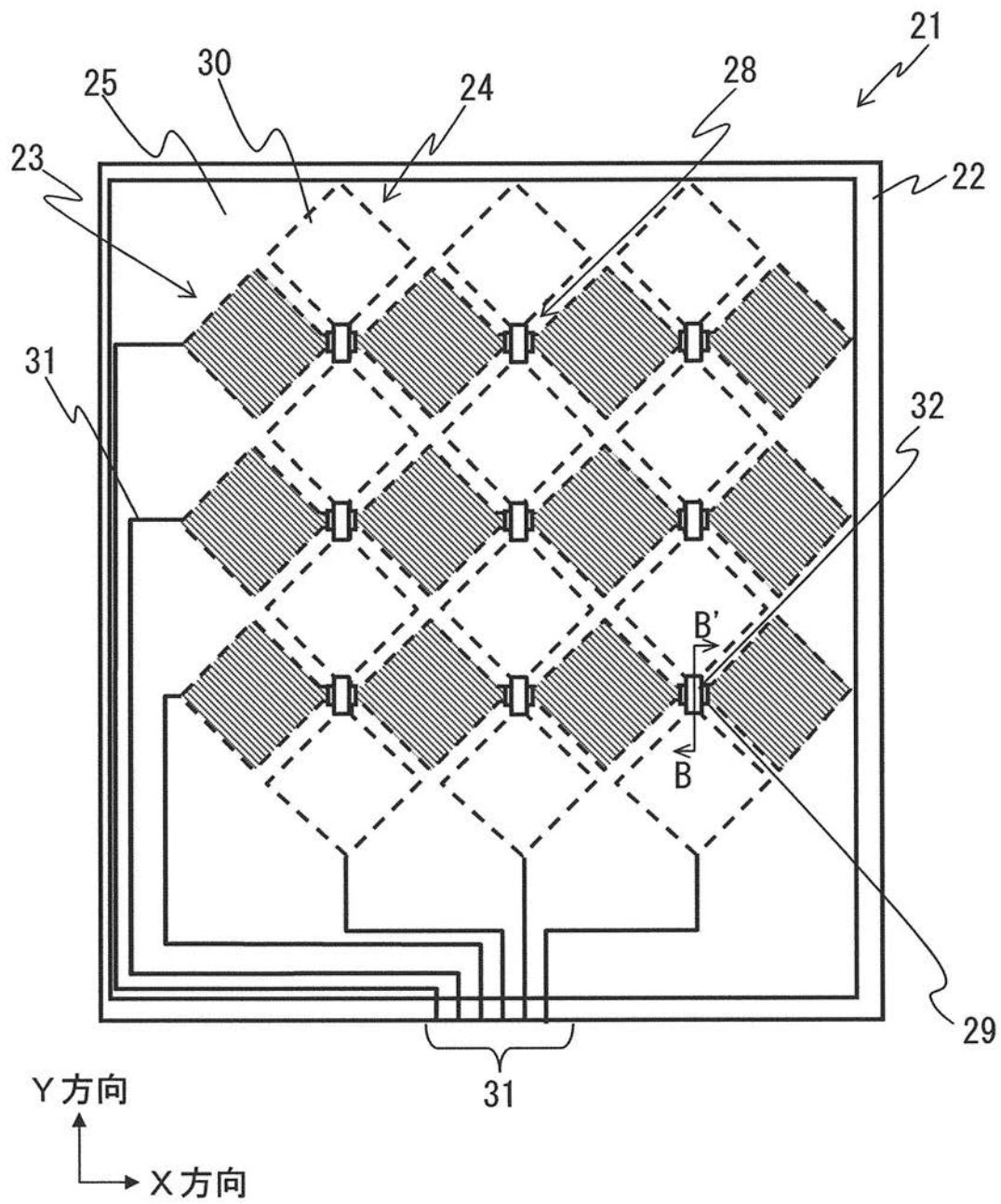
【0200】

- 21 タッチパネル
- 22 透明基板
- 23 第1検知電極
- 24 第2検知電極
- 25 絶縁膜
- 28 交差部
- 29 層間絶縁膜
- 30 電極パッド
- 31 引き出し配線
- 32 ブリッジ電極

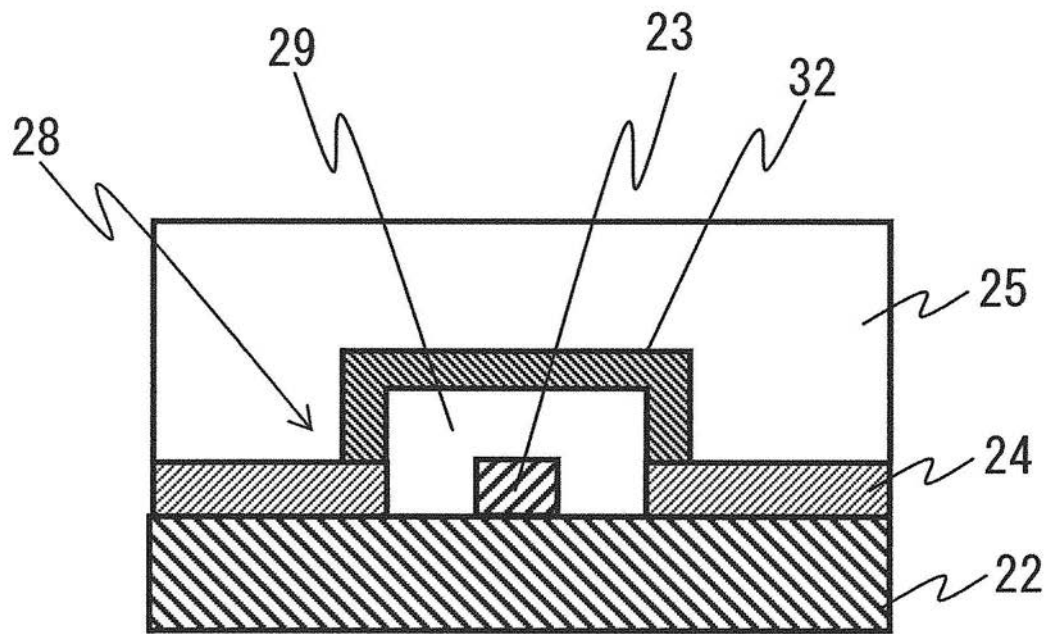
40

50

【図 1】



【図 2】



フロントページの続き

(72)発明者 大喜多 健三

東京都港区東新橋一丁目9番2号 JSR株式会社内

(72)発明者 有留 功

東京都港区東新橋一丁目9番2号 JSR株式会社内

Fターム(参考) 4K022 AA02 AA03 AA12 AA13 AA42 AA43 BA08 BA31 BA35 DA01
DB04 DB07 DB24
5E343 AA12 AA26 BB24 BB72 DD02 DD12 ER02 ER04 ER32 GG13