

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5976367号  
(P5976367)

(45) 発行日 平成28年8月23日 (2016. 8. 23)

(24) 登録日 平成28年7月29日 (2016. 7. 29)

(51) Int. Cl.	F 1				
<b>HO 1 B</b>	<b>1/22</b>	<b>(2006. 01)</b>	HO 1 B	1/22	A
<b>HO 1 B</b>	<b>1/00</b>	<b>(2006. 01)</b>	HO 1 B	1/00	E
<b>B 2 2 F</b>	<b>1/02</b>	<b>(2006. 01)</b>	HO 1 B	1/00	J
<b>B 2 2 F</b>	<b>1/00</b>	<b>(2006. 01)</b>	B 2 2 F	1/02	B
<b>HO 5 K</b>	<b>3/12</b>	<b>(2006. 01)</b>	B 2 2 F	1/00	K

請求項の数 8 (全 11 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2012-86828 (P2012-86828)	(73) 特許権者	000231464
(22) 出願日	平成24年4月5日 (2012. 4. 5)		株式会社アルバック
(65) 公開番号	特開2013-218829 (P2013-218829A)		神奈川県茅ヶ崎市萩園2500番地
(43) 公開日	平成25年10月24日 (2013. 10. 24)	(74) 代理人	110000305
審査請求日	平成27年1月16日 (2015. 1. 16)		特許業務法人青莪
		(72) 発明者	大澤 正人
			千葉県富里市美沢10-2 株式会社アルバック 千葉超材料研究所内
		(72) 発明者	橋本 夏樹
			千葉県富里市美沢10-2 株式会社アルバック 千葉超材料研究所内
		(72) 発明者	林 義明
			千葉県富里市美沢10-2 株式会社アルバック 千葉超材料研究所内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 導電性金属ペースト

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

低極性溶媒と、表面が炭素数6～18の脂肪酸および脂肪酸部分の炭素数6～18の脂肪族アミンのうち少なくとも何れか一方の分散剤で被覆された金属微粒子と、ポリイミドワニスとを含む導電性金属ペーストであって、

前記金属微粒子の平均粒子径が1nm～50nmの範囲内であり、

界面活性剤として脂肪酸アミドを更に含むことを特徴とする導電性金属ペースト。

【請求項2】

前記脂肪酸アミドは、メチレンビスステアリン酸アミド、メチレンビスパルミチン酸アミド、メチレンビスベヘン酸アミド、ヘキサメチレンビスステアリン酸アミド、エチレンビスステアリン酸アミド、エチレンビスベヘニン酸アミド、エチレンビス-12-ヒドロキシステアリン酸アミド、トリメチレン1,3ビスステアリン酸アミド、テトラメチレンビスステアリン酸アミド、ジステアリルセバシン酸アミド、ジステアリルアジピン酸アミド、エチレンビスオレイン酸アミド及びキシリレンビスステアリン酸アミド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記載の導電性金属ペースト。

【請求項3】

前記ポリイミドワニスがいミド閉環したものであることを特徴とする請求項1または2記載の導電性金属ペースト。

【請求項4】

ポリアミドを更に含むことを特徴とする請求項1～3のいずれか1項に記載の導電性金

属ペースト。

【請求項5】

前記低極性溶媒は、オクタン、ノナン、デカン、ウンデカン、ドデカン、トリデカン、テトラデカン、トルエン、キシレン、シクロドデカン、シクロドデセン、オクチルベンゼン及びドデシルベンゼンから選ばれる少なくとも1種の液状炭化水素からなることを特徴とする請求項1～4のいずれか1項に記載の導電性金属ペースト。

【請求項6】

平均粒子径が1～20 μmである金属フィラーを更に含むことを特徴とする請求項1～5のいずれか1項に記載の導電性金属ペースト。

【請求項7】

前記金属フィラーと前記金属微粒子との総和を100重量%とした場合に、前記金属フィラーが50～95重量%の範囲内であることを特徴とする請求項6記載の導電性金属ペースト。

【請求項8】

前記分散剤で被覆された前記金属微粒子の表面にシランカップリング剤が吸着していることを特徴とする請求項1～7のいずれか1項に記載の導電性金属ペースト。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、導電性金属ペーストに関し、特に、スクリーン印刷法にて金属配線や導電膜を形成するために利用されるものに関する。

【背景技術】

【0002】

電子デバイスの製造工程において金属配線や導電膜の形成に所謂スクリーン印刷法を用いることが従来から知られている。スクリーン印刷法では、ガラスやシリコン等からなる基板に対向させてスクリーン版を配置し、このスクリーン版に形成された開口パターンを介して基板表面に導電性金属ペーストを塗布することで、基板表面に前記開口パターンに対応した導電性金属ペーストが印刷される。そして、この印刷した導電性金属ペーストを焼成することで、導電性金属ペーストの金属微粒子表面を被覆する分散剤が脱離して金属微粒子同士が焼結して導電性を有する金属配線が得られる。

【0003】

ところで、近年では、電子デバイスの性能向上のため、金属配線の更なる低抵抗化が求められている。金属配線の更なる低抵抗化を図る方法は、例えば特許文献1で知られている。このものでは、金属固形分として金属微粒子と金属フィラーとの双方を含み、垂れや滲みを防止するワニス状樹脂を更に含む導電性金属ペーストを用い、この導電性金属ペーストを基板表面に、例えば1 μm以上の厚さで塗布するようにしている。上記導電性金属ペーストを1 μm以上の厚さで塗布するような場合、基板表面状態によっては垂れや滲みを完全に防止できず、しかも、焼成後における金属配線の基板への密着性が低下したりする。このことから、上記ワニス状樹脂のような添加剤の添加量を増やすことが考えられる。

【0004】

ここで、一般に、高い粘度を有する極性溶媒を用い、添加剤の添加量を増やすと、導電性金属ペーストの粘度が高くなり、基板表面に導電性金属ペーストを均一に塗布できない。他方、金属固形分濃度を低くすれば、導電性金属ペーストの粘度を低くできるが、焼成後の金属配線の厚さが薄くなる。そこで、金属固形分濃度を高く維持したまま、添加剤の添加量を増やすためには、極性溶媒よりも粘度が低い低極性溶媒を用いることが効果的である。然し、上記ワニス状樹脂のような添加剤は、通常、極性を有するものが多く、このように極性を有する添加剤は低極性溶媒中に十分に溶解させることが困難である。このため、導電性金属ペーストを厚く塗布したときに垂れや滲みの発生を確実に抑制することができないので、目的の線幅や膜厚の金属配線を形成することが困難である。また、より多

10

20

30

40

50

くの上記ワニス状樹脂をペースト中に均一に導入することも難しいため、焼成後の金属配線と基板との間の密着性が低下するという問題がある。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0005】

【特許文献1】国際公開第2002/035554号

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

本発明は、以上の点に鑑み、基板表面に導電性金属ペーストを厚く塗布したときに垂れや滲みの発生を確実に抑制でき、かつ、焼成後の金属配線と基板との間で優れた密着性が得られる導電性金属ペーストを提供することをその課題とするものである。

10

【課題を解決するための手段】

【0007】

上記課題を解決するために、本発明の導電性金属ペーストは、低極性溶媒と、表面が分散剤で被覆された金属微粒子と、ポリイミドワニスとを含む導電性金属ペーストであって、界面活性剤として脂肪酸アミドを更に含むことを特徴とする。

【0008】

本発明によれば、溶媒として極性溶媒よりも粘度が低い低極性溶媒を用いるため、金属固形分である金属微粒子の濃度を高く維持したままで、ポリイミドワニスの添加量を増やしても、導電性金属ペーストを均一に塗布できる。ここで、ポリイミドワニスは極性を有するため、ポリイミドワニスを低極性溶媒に溶解させることが難しい。

20

【0009】

そこで、本発明の導電性金属ペーストには、界面活性剤として脂肪酸アミドを更に含ませている。この脂肪酸アミドの親水基がポリイミドワニスに向くと共に疎水基が低極性溶媒に向くことで、低極性溶媒とポリイミドワニスとがエマルジョン化（乳化）する。これにより、低極性溶媒に十分な量のポリイミドワニスを溶解できる。従って、基板表面に導電性金属ペーストを厚く塗布しても、垂れや滲みの発生を抑制することができる。そして、上記の如く金属固形分濃度を高く維持できるという効果と相俟って厚膜の金属配線を形成でき、金属配線の低抵抗化を実現できる。更に、焼成後の金属配線と基板との間で優れた密着性が得られる。

30

【0010】

尚、金属微粒子としては、その平均粒子径が1nm～50nmの範囲内であるものを用いることができる。平均粒子径が1nm未満になると、比表面積が増大することに伴って金属微粒子表面に吸着する分散剤の量が増大するため、焼成時に分散剤の脱離が不十分になり、金属配線の抵抗値が高くなるという不具合が生じる。一方、平均粒子径が50nmを超えると、導電性金属ペースト中の金属微粒子の分散性が低下するという不具合が生じる。

【0011】

本発明において、前記脂肪酸アミドとしては、メチレンビスステアリン酸アミド、メチレンビスパルミチン酸アミド、メチレンビスベヘン酸アミド、ヘキサメチレンビスステアリン酸アミド、エチレンビスステアリン酸アミド、エチレンビスベヘニン酸アミド、エチレンビス-12-ヒドロキシステアリン酸アミド、トリメチレン1,3ビスステアリン酸アミド、テトラメチレンビスステアリン酸アミド、ジステアリルセバシン酸アミド、ジステアリルアジピン酸アミド、エチレンビスオレイン酸アミド及びキシリレンビスステアリン酸アミドから選ばれる少なくとも1種を単独でまたは組み合わせて用いることができる。

40

【0012】

本発明において、前記ポリイミドワニスとしてイミド閉環したものを用いれば、低極性溶媒に対するポリイミドワニスの溶解性を更に高めることができよ。

50

## 【0013】

本発明において、ポリアミドを更に含ませることが好ましい。これによれば、ポリアミドが金属微粒子に架橋して、チキソトロピック性を一層高めることができる。導電性金属ペーストを高速で塗布する場合でも、垂れや滲みを防止することができる。

## 【0014】

尚、金属微粒子表面を被覆する分散剤として、炭素数6～18の脂肪酸および炭素数6～18の脂肪族アミンのうち少なくとも何れか一方を用いることが好ましい。炭素数6未満の脂肪酸や脂肪族アミンでは、導電性金属ペースト中での金属微粒子の分散性が低下するという不具合が生じる。一方、炭素数19以上の脂肪酸や脂肪族アミンでは、焼成時に金属微粒子表面からの脂肪酸や脂肪族アミンの脱離が不十分となり、焼成後の金属配線の抵抗が高くなる（導電性が低下する）という不具合が生じることがある。

10

## 【0015】

本発明において、低極性溶媒としては、オクタン、ノナン、デカン、ウンデカン、ドデカン、トリデカン、テトラデカン、トルエン、キシレン、シクロドデカン、シクロドデセン、オクチルベンゼン、ドデシルベンゼンから選ばれる少なくとも1種の液状炭化水素を単独でまたは組み合わせて用いることができる。

## 【0016】

本発明において、平均粒子径が1～20 $\mu$ mである金属フィラーを更に含ませてもよい。この場合、金属フィラーと金属微粒子との総和を100重量%とすると、金属フィラーの比率を50～95重量%の範囲内とすることが好ましい。金属フィラーの比率が50重量%未満では、スクリーン印刷法により印刷される金属配線の膜厚を厚くすることが困難となるという不具合、さらには、金属配線の膜厚を厚くすることができても、焼成時に金属微粒子表面からの分散剤の脱離が不十分となり、焼成後の金属配線の抵抗が高くなるという不具合が生じる。一方、金属フィラーの比率が95重量%を超えると、金属微粒子を介した金属フィラー同士の焼結が不十分となり、焼成後の金属配線の抵抗が高くなるという不具合が生じる。

20

## 【0017】

本発明において、前記分散剤で被覆された金属微粒子の表面にシランカップリング剤を吸着させることが好ましい。シランカップリング剤としては、アミノアルキルトリアルコキシシランを用いることができる。これによれば、焼成後の金属配線と基板表面との間の密着性を更に向上させることができる。

30

## 【0018】

本発明において用いられる金属は、Ag、Au、Cu、Ni、Pd、In、Sn、Rh、Ru、Pt、Ir及びSnから選択された少なくとも1種の金属又はこれらの金属の少なくとも2種からなる合金であり、目的・用途に応じて適宜選択することができる。

## 【発明を実施するための形態】

## 【0019】

以下、本発明の実施形態の導電性金属ペーストについて、Agペーストを例に説明する。本実施形態のAgペーストは、低極性溶媒と、表面が分散剤で被覆されたAg微粒子と、ポリイミドワニスと、界面活性剤としての脂肪酸アミドとを含む。

40

## 【0020】

Ag微粒子としては、その平均粒子径が1nm～50nmの範囲内であるものを用いることができる。市販の製品の商品名としては、例えば、AgナノメタルインクAg1T、Au1T（株式会社アルバック製）を挙げることができる。平均粒子径が1nm未満になると、比表面積が増大してAg微粒子表面を被覆する分散剤の量が増大するため、焼成時に分散剤の脱離が不十分になり、Ag配線の抵抗値が高くなるという不具合が生じる。一方、平均粒子径が50nmを超えると、Agペースト中のAg微粒子の分散性が低下するという不具合が生じる。

50

## 【0021】

A g 微粒子表面を被覆する分散剤としては、炭素数6～18の脂肪酸および炭素数6～18の脂肪族アミンの少なくともいずれか一方を用いることが好ましい。炭素数6未満の脂肪酸や脂肪族アミンでは、A gペースト中でのA g微粒子の分散性が低下するという不具合が生じる。一方、炭素数19以上の脂肪酸や脂肪族アミンでは、焼成時にA g微粒子表面からの脂肪酸や脂肪族アミンの脱離が不十分となり、A g配線膜の抵抗値が高くなるという不具合が生じる。

## 【0022】

脂肪酸としては、例えば、カルボン酸を用いることができる。具体的には、炭素数6のヘキサン酸、2-エチル酪酸、ネオヘキサン酸(2,2-ジメチル酪酸)；炭素数7のヘプタン酸、2-メチルヘキサン酸、シクロヘキサンカルボン酸；炭素数8のオクタン酸、2-エチルヘキサン酸、ネオオクタン酸(2,2-ジメチルヘキサン酸)；炭素数9のノナン酸；炭素数10のデカン酸、ネオデカン酸(2,2-ジメチルオクタン酸)；炭素数11のウンデカン酸；炭素数12のドデカン酸；炭素数14のテトラデカン酸；及び炭素数16のパルミチン酸；及び炭素数18のステアリン酸、オレイン酸、リノール酸、リノレン酸から選択された少なくとも1種を単独でまたは組み合わせて用いることができる。

## 【0023】

脂肪族アミンとしては、例えば、炭素数6のヘキシルアミン、シクロヘキシルアミン、アニリン；炭素数7のヘプチルアミン；炭素数8のオクチルアミン、2-エチルヘキシルアミン；炭素数9のノニルアミン；炭素数10のデシルアミン；炭素数12のドデシルアミン；及び炭素数14のテトラドデシルアミンから選択された少なくとも1種を単独でまたは組み合わせて用いることができる。

## 【0024】

ポリイミドワニスとしては、イミド閉環したもの(例えば閉環率が40%以上のもの)を用いることが好ましい。これによれば、低極性溶媒に対するポリイミドワニスの溶解性を更に高めることができる。また、ポリイミドワニスは、耐熱性に優れるため、塗布したA gペーストを例えば200以上の温度で焼成しても劣化しない。

## 【0025】

脂肪酸アミドとしては、例えば、メチレンビスステアリン酸アミド、メチレンビスパルミチン酸アミド、メチレンビスベヘン酸アミド、ヘキサメチレンビスステアリン酸アミド、エチレンビスステアリン酸アミド、エチレンビスベヘニン酸アミド、エチレンビス-12-ヒドロキシステアリン酸アミド、トリメチレン1,3ビスステアリン酸アミド、テトラメチレンビスステアリン酸アミド、ジステアリルセバシン酸アミド、ジステアリルアジピン酸アミド、エチレンビスオレイン酸アミド及びキシリレンビスステアリン酸アミドから選択された少なくとも1種を単独でまたは組み合わせて用いることができる。市販の製品の商品名としては、例えば、DISPARLON A603-10X、A603-20X、6900-10X、6900-20X、PFA-131(楠本化成株式会社製)を挙げることができる。なお、脂肪酸アミドの製法は、例えば特開平11-293158号公報に開示されている。

## 【0026】

また、A g微粒子の表面にシランカップリング剤を吸着させることが好ましい。シランカップリング剤としては、例えば、アミノプロピルトリメトキシシランやアミノプロピルトリエトキシシラン等のアミノアルキルトリアルコキシシランのようなアミノ基及びアルコキシ基を有するものを用いることができる。これによれば、塗布したA gペーストを焼成する際に、アルコキシ基が加水分解してOH基となり、このOH基が脱水縮合することにより基板表面に対する優れた密着性が得られる一方で、アミノ基は金属表面と強く結合する。その結果、焼成後の金属配線と基板表面との間で優れた密着性が得られる。更に、このようにアミノ基が金属表面と強く結合することで、ポリイミドワニスによる作用と相俟って、A gペーストの垂れや滲みを効果的に抑制できる。

## 【0027】

低極性溶媒としては、例えば、オクタン、ノナン、デカン、ウンデカン、ドデカン、トリデカン、テトラデカン、トルエン、キシレン、シクロドデカン、シクロドデセン、オクチルベンゼン、ドデシルベンゼンから選ばれる少なくとも1種の液状炭化水素を単独でまたは組み合わせて用いることができる。

【0028】

本実施形態のAgペーストは、平均粒子径が $1\mu\text{m} \sim 20\mu\text{m}$ の範囲内であるAgフィラーを更に含むことができる。この場合、Ag微粒子とAgフィラーとの総和を100重量%とすると、Agフィラーの比率を50～95重量%の範囲内とすることが好ましい。Agフィラーの比率が50重量%未満（Ag微粒子の比率が50重量%以上）では、スクリーン印刷法により得られるAg配線の膜厚を例えば $10\mu\text{m}$ 以上に厚くすることが困難となる場合がある。また、Ag配線の膜厚を厚くすることができたとしても、焼成時にAg微粒子表面からの分散剤の脱離が不十分となり、焼成後のAg配線の抵抗が高くなる場合がある。一方、Agフィラーの比率が95重量%を超えると（Ag微粒子の比率が5重量%以下では）、Ag微粒子を介したAgフィラー同士の焼結が不十分となり、焼成後のAg配線の抵抗が高くなるという不具合が生じる。

10

【0029】

本実施形態のAgペーストに、ポリアミドを更に含ませることができる。このポリアミドがAg微粒子に架橋することで、Agペーストにチキソトロピック性が付与されるため、上記シリカの作用と相俟って、Agペーストのチキソトロピック性を高めることができる。ポリアミドとしては、二塩基酸とジアミンとの重縮合、二塩基酸誘導体またはダイマー酸とジアミンとの重縮合、ラクタムの開環重合等の公知の方法で合成される少なくとも1種のポリアミドワックスを単独でまたは組み合わせて用いることができる。市販の製品の商品名としては、例えば、DISPARLON 3900EF（楠本化成株式会社製）を挙げることができる。

20

【0030】

金属としては、上記Agの他に、例えば、Au、Cu、Ni、Pd、Rh、Ru、Pt、In及びSnから選択された少なくとも1種の金属又はこれらの金属の少なくとも2種からなる合金を、目的や用途に応じて適宜選択することができる。以下、導電性金属ペーストの製造方法について、Agペーストを製造する場合を例に説明する。

【0031】

まず、平均粒子径が $1\text{nm} \sim 50\text{nm}$ のAg微粒子の分散液をガラス製容器に収容し、エバポレータを用いてトルエン等の溶媒を除去する。これにより、表面が上記炭素数6～18の脂肪酸および炭素数6～18の脂肪族アミンの少なくともいずれか一方で被覆されたAg微粒子を得る。

30

【0032】

なお、Ag微粒子表面にシランカップリング剤を吸着させる場合には、平均粒子径が $1\text{nm} \sim 50\text{nm}$ のAg微粒子に、シランカップリング剤を加えて攪拌する。そして、この攪拌したものにアセトン等の極性溶媒を加えてAg微粒子を沈降させ、その上澄み液をデカンテーションなどにより流出させる（以降、この作業を「洗浄工程」という）。この洗浄工程を複数回繰り返し、溶媒を除去して、シランカップリング剤が表面に吸着したAg微粒子を得る。

40

【0033】

次に、上記のようにした得たAg微粒子と、イミド閉環したポリイミドワニスと、脂肪酸アミドと、炭化水素からなる低極性溶媒とを所定の割合で配合する。この場合、Ag微粒子の割合は60～90重量%、ポリイミドワニスの割合は0.4～1.6重量%、脂肪酸アミドの割合は0.5～3.0重量%、低極性溶媒の割合は5～30重量%の範囲内とすることが好ましい。そして、上記配合したものを3本ロールミルにより混練することで、Agペーストが得られる。

【0034】

尚、Agペーストを例えば $10\mu\text{m}$ 以上の厚さで塗布する場合には、Ag固形分として

50

上記 A g 微粒子と共に平均粒子径 1 ~ 20  $\mu\text{m}$  の A g フィラーを配合してもよい。この場合、A g フィラーと A g 微粒子との総和を 100 重量% とすると、A g フィラーの割合は 50 ~ 95 重量% の範囲内とすることが好ましい。また、ポリアミドを 0.2 ~ 4 重量% の割合で配合すれば、A g ペーストのチキソトロピック性を更に高めることができる。

#### 【0035】

以上説明した本実施形態の A g ペーストは、溶媒として極性溶媒よりも粘度が低い低極性溶媒を用いるため、A g 固形分濃度 (A g 微粒子及び A g フィラーの濃度) を高く維持したまま、ポリイミドワニスの添加量を増やしても、A g ペーストを均一に塗布できる。ここで、ポリイミドワニスは極性を有するため、ポリイミドワニスを低極性溶媒に溶解させることが難しい。

10

#### 【0036】

そこで、本実施形態の A g ペーストには、界面活性剤として脂肪酸アミドを更に含ませている。この脂肪酸アミドの親水基がポリイミドワニスに向くと共に疎水基が低極性溶媒に向くことで、低極性溶媒とポリイミドワニスとがエマルジョン化 (乳化) し、低極性溶媒に十分な量のポリイミドワニスを溶解できる。従って、基板表面に A g ペーストを厚く塗布しても、垂れや滲みの発生を確実に抑制することができる。そして、上記の如く A g 固形分濃度を高く保ちつつポリイミドワニスの添加量を増やすことができるという効果と相俟って、焼成後の A g 配線の膜厚を厚くでき、A g 配線の低抵抗化を実現することができる。さらに、焼成後の A g 配線と基板との間で優れた密着性が得られる。

#### 【0037】

20

以下、本発明の実施例について説明する。

##### (実施例 1)

平均粒子径 4 nm の A g 微粒子 (株式会社アルバック製の商品名「A g ナノメタルインク A g 1 T」) をガラス製容器に収容し、エバポレータを用いて溶媒であるトルエンを留去して A g 微粒子 (以下「A g 微粒子 1」という) を得た。この A g 微粒子 1 を 50 重量部、脂肪酸アミド (楠本化成製の商品名「DISPARLON A603-10X」) を 0.5 重量部、ポリイミドワニス (荒川化学製の商品名「コンポセラン H800」) を 1.0 重量部、及びドデシルベンゼンを 11.5 重量部配合した。そして、この配合したものを 3 本ロールミルにより混練して A g ペーストを得た。得られた A g ペーストをスクリーン印刷法によりガラス基板表面に印刷し、230 で 20 分焼成した。印刷された A g ペーストには垂れや滲みが見られなかった。焼成後の A g 配線について碁盤の目テープ剥離試験を行った結果、A g 配線の剥離は全く見られず、ガラス基板に対して優れた密着性が得られることが確認された。焼成後の A g 配線の膜厚は 3  $\mu\text{m}$ 、線幅は 100  $\mu\text{m}$ 、比抵抗は 16  $\mu \cdot \text{cm}$  であり、A g 配線の低抵抗化を実現できることが確認された。

30

#### 【0038】

##### (実施例 2)

上記実施例 1 で得た A g 微粒子 1 を 25 重量部、平均粒子径 2.1  $\mu\text{m}$  の A g フィラー (福田金属箔粉工業製の商品名「シルコート A g C - 2011」) を 25 重量部、脂肪酸アミド (楠本化成製の商品名「DISPARLON A603-10X」) を 0.5 重量部、ポリイミドワニス (荒川化学製の商品名「コンポセラン H800」) を 1.0 重量部、及びドデシルベンゼンを 10.5 重量部配合した。そして、上記実施例 1 と同様に、上記配合したものを 3 本ロールミルにより混練して A g ペーストを得て、この A g ペーストをスクリーン印刷法によりガラス基板表面に塗布して印刷し、230 で 30 分焼成した。上記実施例 1 と同様、印刷された A g ペーストには垂れや滲みが見られず、焼成後の A g 配線の剥離も全く見られなかった。焼成後の A g 配線の膜厚は 10  $\mu\text{m}$ 、線幅は 100  $\mu\text{m}$ 、比抵抗は 14  $\mu \cdot \text{cm}$  であり、配線幅の細い A g 配線の低抵抗化を実現できることが確認された。

40

#### 【0039】

##### (実施例 3)

上記実施例 1 で得た A g 微粒子 1 を 15 重量部、A g フィラー (福田金属箔粉工業製の

50

商品名「シルコートAgC-2011」)を35重量部、脂肪酸アミド(楠本化成製の商品名「DISPARLON A603-10X」)を0.5重量部、ポリイミドワニス(荒川化学製の商品名「コンポセラン H800」)を1.0重量部、及びドデシルベンゼンを9.5重量部配合した。そして、上記実施例1と同様に、配合したものを3本ロールミルにより混練してAgペーストを得て、このAgペーストをスクリーン印刷法によりガラス基板表面に塗布して印刷し、230で30分焼成した。上記実施例1と同様、印刷されたAgペーストには垂れや滲みが見られず、焼成後のAg配線の剥離も全く見られなかった。焼成後のAg配線の膜厚は17 $\mu\text{m}$ 、線幅は100 $\mu\text{m}$ 、比抵抗は12 $\mu\cdot\text{cm}$ であり、Ag配線の低抵抗化を実現できることが確認された。

【0040】

10

(実施例4)

上記実施例1で得たAg微粒子1を5重量部、Agフィラー(福田金属箔粉工業製の商品名「シルコートAgC-2011」)を45重量部、脂肪酸アミド(楠本化成製の商品名「DISPARLON A603-10X」)を0.5重量部、ポリイミドワニス(荒川化学製の商品名「コンポセラン H800」)を1.0重量部、及びドデシルベンゼンを8.5重量部配合した。そして、上記実施例1と同様に、配合したものを3本ロールミルにより混練してAgペーストを得て、このAgペーストをスクリーン印刷法によりガラス基板表面に塗布して印刷し、230で30分焼成した。上記実施例1と同様、印刷されたAgペーストには垂れや滲みが見られず、焼成後のAg配線の剥離も全く見られなかった。焼成後のAg配線の膜厚は20 $\mu\text{m}$ 、線幅は100 $\mu\text{m}$ 、比抵抗は10 $\mu\cdot\text{cm}$

20

【0041】

(実施例5)

上記実施例1で得たAg微粒子1を5重量部、Agフィラー(福田金属箔粉工業製の商品名「シルコートAgC-2011」)を45重量部、脂肪酸アミド(楠本化成製の商品名「DISPARLON A603-10X」)を0.5重量部、ポリイミドワニス(荒川化学製の商品名「コンポセラン H800」)を1.0重量部、ポリアミド(楠本化成製の商品名「DISPARLON 3900EF」)を0.6重量部、及びドデシルベンゼンを7.9重量部配合した。そして、上記実施例1と同様に、配合したものを3本ロールミルにより混練してAgペーストを得て、このAgペーストをスクリーン印刷法により

30

【0042】

(実施例6)

上記実施例1で得たAg微粒子1を5重量部、Agフィラー(福田金属箔粉工業製の商品名「シルコートAgC-2011」)を45重量部、脂肪酸アミド(楠本化成製の商品名「DISPARLON A603-10X」)を0.5重量部、閉環したポリイミドワニス(荒川化学製の商品名「コンポセラン AA」)を1.0重量部、ポリアミド(楠本化成製の商品名「DISPARLON 3900EF」)を0.6重量部、及びドデシルベンゼンを7.9重量部配合した。そして、上記実施例1と同様に、配合したものを3本ロールミルにより混練してAgペーストを得て、このAgペーストをスクリーン印刷法によりガラス基板表面に塗布して印刷し、230で30分焼成した。上記実施例1と同様、印刷されたAgペーストには垂れや滲みが見られず、焼成後のAg配線の剥離も全く見られなかった。焼成後のAg配線の膜厚は23 $\mu\text{m}$ 、線幅は100 $\mu\text{m}$ 、比抵抗は10 $\mu\cdot\text{cm}$

40

【0043】

(実施例7)

Ag微粒子(株式会社アルバック製の商品名「AgナノメタルインクAg1T」)10

50

0 g に、アミノプロピルトリエトキシシラン 10 g を加え、25 にて 12 時間攪拌した。この攪拌したものにアセトン 500 g を加えて A g 微粒子を沈降させ、上澄み液をデカンテーションなどにより流出させる「洗浄工程」を複数回繰り返し、プロピルトリエトキシシランが表面に吸着した A g 微粒子（以下「A g 微粒子 2」という）を得た。このようにして得た A g 微粒子 2 を 5 重量部、A g フィラー（福田金属箔粉工業製の商品名「シルコート A g C - 2011」）を 45 重量部、脂肪酸アミド（楠本化成製の商品名「DISPARLON A603-10X」）を 0.5 重量部、閉環したポリイミドワニス（荒川化学製の商品名「コンポセラン AA」）を 1.0 重量部、ポリアミド（楠本化成製の商品名「DISPARLON 3900EF」）を 0.6 重量部、及びドデシルベンゼンを 7.9 重量部配合した。そして、上記実施例 1 と同様に、配合したものを 3 本ロールミルにより混練して A g ペーストを得て、この A g ペーストをスクリーン印刷法によりガラス基板表面に塗布して印刷し、230 で 30 分焼成した。上記実施例 1 と同様、印刷された A g ペーストには垂れや滲みが見られず、焼成後の A g 配線の剥離も全く見られなかった。焼成後の A g 配線の膜厚は 24  $\mu\text{m}$ 、線幅は 100  $\mu\text{m}$ 、比抵抗は 9  $\mu \cdot \text{cm}$  であり、A g 配線の低抵抗化を実現できることが確認された。

10

【0044】

(実施例 8)

上記実施例 7 で得た A g 微粒子 2 を 2.5 重量部、A g フィラー（福田金属箔粉工業製の商品名「シルコート A g C - 2011」）を 47.5 重量部、脂肪酸アミド（楠本化成製の商品名「DISPARLON A603-10X」）を 0.5 重量部、閉環したポリイミドワニス（荒川化学製の商品名「コンポセラン AA」）を 1.0 重量部、ポリアミド（楠本化成製の商品名「DISPARLON 3900EF」）を 0.6 重量部、及びドデシルベンゼンを 7.9 重量部配合した。そして、上記実施例 1 と同様に、配合したものを 3 本ロールミルにより混練して A g ペーストを得て、この A g ペーストをスクリーン印刷法によりガラス基板表面に塗布して印刷し、230 で 30 分焼成した。上記実施例 1 と同様、印刷された A g ペーストには垂れや滲みが見られず、焼成後の A g 配線の剥離も全く見られなかった。焼成後の A g 配線の膜厚は 24  $\mu\text{m}$ 、線幅は 100  $\mu\text{m}$ 、比抵抗は 10  $\mu \cdot \text{cm}$  であり、A g 配線の低抵抗化を実現できることが確認された。

20

【0045】

次に、上記実施例に対する比較例について説明する。

30

(比較例 1)

脂肪酸アミド及びポリイミドワニスを含ませない点以外は上記実施例 6 と同様にして A g ペーストを得た。そして、上記実施例 1 と同様に、得られた A g ペーストをスクリーン印刷法によりガラス基板表面に塗布して印刷し、230 で 30 分焼成した。上記実施例とは異なり、印刷された A g ペーストには垂れや滲みが顕著に発生していた。しかも、焼成後の A g 配線について碁盤の目テープ剥離試験を行った結果、A g 配線の剥離が見られ、A g 配線と基板との間の密着性が低いことが確認された。なお、焼成後の A g 配線の膜厚は 14  $\mu\text{m}$ 、線幅は 100  $\mu\text{m}$ 、比抵抗は 11  $\mu \cdot \text{cm}$  であった。

【0046】

(比較例 2)

脂肪酸アミドを含ませない点以外は上記実施例 7 と同様にして A g ペーストを得ようとしたが、ポリイミドワニスをドデシルベンゼンに溶解させることができず、均一な A g ペーストを作製することができなかった。

40

【0047】

(比較例 3)

A g 微粒子を含ませない点以外は上記実施例 7 と同様にして A g ペーストを得た。そして、上記実施例 1 と同様に、得られた A g ペーストをスクリーン印刷法によりガラス基板表面に塗布して印刷し、230 で 30 分焼成した。印刷された A g ペーストには垂れや滲みが見られず、焼成後の A g 配線について碁盤の目テープ剥離試験を行った結果、A g 配線の剥離は全く見られなかった。焼成後の A g 配線の膜厚は 14  $\mu\text{m}$ 、線幅は 100  $\mu$

50

mであったが、比抵抗は  $47 \mu \cdot \text{cm}$  と大幅に増大した。これより、Ag配線の低抵抗化を実現できないことが判った。

---

フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I  
H 0 5 K 3/12 6 1 0 G

(72)発明者 金澤 圭祐  
千葉県富里市美沢10-2 株式会社アルバック 千葉超材料研究所内

(72)発明者 崎尾 進  
千葉県富里市美沢10-2 株式会社アルバック 千葉超材料研究所内

審査官 高木 康晴

(56)参考文献 国際公開第02/035554(WO,A1)  
特開2009-040969(JP,A)  
特開昭63-317333(JP,A)  
国際公開第05/116152(WO,A1)  
特開2007-246897(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl.,DB名)

H 0 1 B 1 / 1 8 - 1 / 2 4  
H 0 1 B 1 3 / 0 0  
B 2 2 F 9 / 0 0 - 9 / 3 0  
C 0 5 D 1 / 0 0 - 1 0 / 1 0  
H 0 5 K 1 / 0 0  
H 0 5 K 3 / 0 0