世界知的所有権機関
国際事務局

PCT

特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(51) 国際特許分類7
H05B 3/12, H01B 5/00, 1/22, H01L 21/027

A1

(11) 国際公開番号 WO00/69217

(43) 国際公開日 2000年11月16日(16.11.00)

(21) 国際出願番号 PCT/JP00/02875

(22) 国際出願日 2000年5月1日(01.05.00)

(30) 優先権データ
特願平11/126974 1999年5月7日(07.05.99) JP
特願2000/127369 2000年4月27日(27.04.00) JP

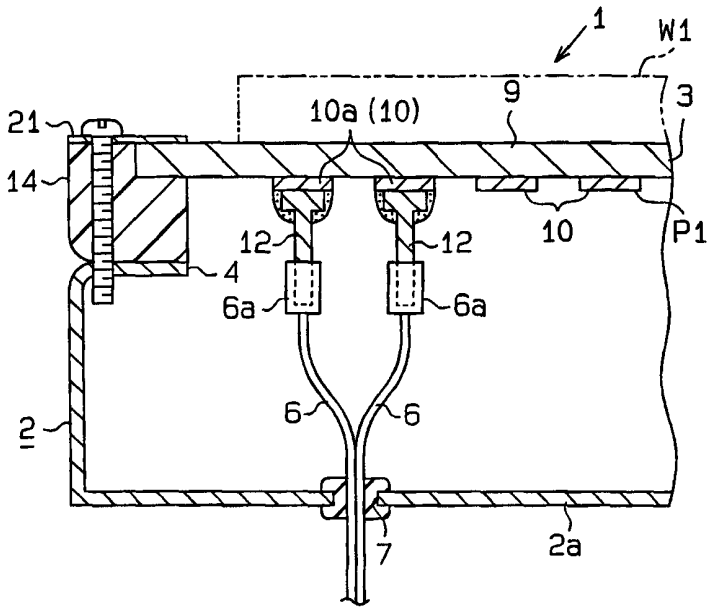
(71) 出願人（米国を除くすべての指定国について）
イビデン株式会社(IBIDEN CO., LTD.)[JP/JP]
〒503-0917 岐阜県大垣市神田町2-1 Gifu, (JP)
(72) 発明者；および
(75) 発明者／出願人（米国についてのみ）
周 延伶(ZHOU, Yanling)[CN/JP]
〒501-0695 岐阜県揖斐郡揖斐川町北方1の1
イビデン株式会社 大垣北工場内 Gifu, (JP)
(74) 代理人
恩田博宣(ONDA, Hironori)
〒500-8731 岐阜県岐阜市大宮町2丁目12番地の1 Gifu, (JP)

(81) 指定国 CN, KR, US, 欧州特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE)

添付公開書類
国際調査報告書

(54)Title: HOT PLATE AND CONDUCTIVE PASTE

(54)発明の名称 ホットプレート及び導体ペースト



(57) Abstract
A hot plate including a conductor pattern layer that can hardly separate. The hot plate (3) includes a conductor pattern layer (10, 10a) on a ceramic substrate (9). The conductor pattern layer (10, 10a) consists of scalelike particles of precious metal.

(57)要約

剥離しにくい導体パターン層を有するホットプレート。ホットプレート３は、セラミック基板９に導体パターン層１０，１０ａを備えたものである。導体パターン層１０，１０ａは、略鱗片状の貴金属粒子からなる。

PCTに基づいて公開される国際出願のパンフレット第一頁に掲載されたPCT加盟国を同定するために使用されるコード(参考情報)

AE アラブ首長国連邦
AG アンティグア・バーブーダ
AL アルバニア
AM アルメニア
AT オーストリア
AU オーストラリア
AZ アゼルバイジャン
BA ボズニア・ヘルツェゴビナ
BB バルバドス
BE ベルギー
BF ブルギナ・ファソ
BG ブルガリア
BJ ベナン
BR ブラジル
BY ベラルーシ
CA カナダ
CF 中央アフリカ
CG コンゴー
CH スイス
CI コートジボアール
CM カメルーン
CN 中国
CR コスタ・リカ
CU キューバ
CY キプロス
CZ チェッコ
DE ドイツ
DK デンマーク
DM ドミニカ
DZ アルジェリア
EE エストニア
ES スペイン
FI フィンランド
FR フランス
GA ガボン
GB 英国
GD グレナダ
GE グルジア
GH ガーナ
GM ガンビア
GN ギニア
GR ギリシャ
GW ギニア・ビサオ
HR クロアチア
HU ハンガリー
ID インドネシア
IE アイルランド
IL イスラエル
IN インド
IS アイスランド
IT イタリア
JP 日本
KE ケニア
KG キルギスタン
KP 北朝鮮
KR 韓国
KZ カザフスタン
LC セントルシア
LI リヒテンシュタイン
LK スリ・ランカ
LR リベリア
LS レソト
LT リトアニア
LU ルクセンブルグ
LV ラトヴィア
MA モロッコ
MC モナコ
MD モルドヴァ
MG マダガスカル
MK マケドニア旧ユーゴスラヴィア共和国
ML マリ
MN モンゴル
MR モーリタニア
MW マラウイ
MX メキシコ
MZ モザンビーク
NE ニジェール
NL オランダ
NO ノールウェー
NZ ニュー・ジーランド
PL ポーランド
PT ポルトガル
RO ルーマニア
RU ロシア
SD スーダン
SE スウェーデン
SG シンガポール
SI スロヴェニア
SK スロヴァキア
SL シエラ・レオネ
SN セネガル
SZ スワジランド
TD チャード
TG トーゴー
TJ タジキスタン
TM トルクメニスタン
TR トルコ
TT トリニダッド・トバゴ
TZ タンザニア
UA ウクライナ
UG ウガンダ
US 米国
UZ ウズベキスタン
VN ヴェトナム
YU ユーゴースラヴィア
ZA 南アフリカ共和国
ZW ジンバブエ

明細書

ホットプレート及び導体ペースト

技術分野

本発明は、セラミック基板を使用したホットプレート及び導体ペーストに関するものである。

背景技術

半導体製造プロセスにおいて、例えば感光性樹脂塗布工程を経たシリコンウェハを加熱乾燥させる場合、セラミック基板を利用したホットプレートが近年よく用いられるようになってきている。

セラミック基板の片側面には導体層が所定パターン状に形成され、その導体パターン層の一部には端子接続用パッドが形成される。このような導体パターン層は、特開平４－３００２４９号公報にあるように導電性の貴金属ペーストを基板上に印刷塗布した後、加熱して焼き付けることで形成される。導体ペースト中には、通常、１種類の貴金属粒子（例えば平均粒径５μｍ程度かつ略球状の銀粒子）が含まれている。パッドには端子ピンがはんだ付けされ、その端子ピンには配線を介して電源が接続される。

そして、ホットプレートの上面側に被加熱物であるシリコンウェハを載置し、この状態で通電を行なうことにより、シリコンウェハが１００℃～８００℃に加熱されるようになっている。

ところが、上記従来の貴金属ペーストを基板に印刷して焼き付けを行なった場合、導体パターン層中にボイドができやすく、剥離が生じやすかった。そのため、剥離しにくい導体パターン層に対する要請も強かった。

また、導体パターン層の発熱量を増やすため、比抵抗値を大きくする必要があった。

発明の開示

本発明の第１の目的は、剥離しにくい導体層を有するホットプレートを提供することにある。

本発明の第２の目的は、比抵抗が大きくて剥離しにくい導体層を有するホットプレートを提供することにある。

本発明の第３の目的は、上記の優れたホットプレートの製造に好適な導体ペーストを提供することにある。

本発明の第１の態様では、セラミック基板に導体層を備えてなるホットプレートが提供される。導体層は、略鱗片状の貴金属粒子からなる。本発明の導体層は、略球状の貴金属粒子のみからなる従来の導体層に比べ、粒子同士が面接触になりやすく焼き付け後に貴金属粒子が密に詰まった状態になりやすい。それに対して球状の貴金属粒子の場合には点接触になるため、導体層にボイドが生じやすくなる。このように本発明においては、導体層におけるボイド率が確実に減少し、各粒子間の接合面積が大きくなる。この結果、導体層に十分な引っ張り強度が確保され、剥離しにくい導体層を得ることができる。また、面粗度Ｒａも１μｍ以下にすることができ、導体パターン層の抵抗値のばらつきを低減することができる。

略鱗片状の貴金属粒子の平均粒径は６μｍ以下であることが好ましい。このように設定することにより、ボイド率の低減及び引っ張り強度の向上をより確実に達成することができる。特に６μｍを越えると導体層（抵抗体）の厚さのばらつきが大きくなり（面粗度Ｒａが大きくなり）、抵抗値にばらつきが発生しやすくなる。

略鱗片状の貴金属粒子は、金粒子、銀粒子、白金粒子及びパラジウム粒子のうちから選ばれる少なくとも１種であることが好ましい。これらの金属粒子は高温に晒されても比較的酸化しにくく、しかも充分大きな抵抗値を示すため、発熱のための抵抗体として好適な導体層を容易に得ることができる。

略鱗片状の貴金属粒子における長径と短径とのアスペクト比は１．５以上であることが好ましい。アスペクト比は１．５以上であると、粒子同士が面接触になりやすく、逆に、アスペクト比が１．５未満であると、粒子同士が点接触となり、ボイド率の低減及び引っ張り強度の向上を十分に達成できなくなるおそれがある。

本発明の第２の態様では、セラミック基板に導体層を備えてなるホットプレートが提供される。導体層は、略粒状の貴金属粒子及び略鱗片状の貴金属粒子からなる。本発明の導体層は、略球状の貴金属粒子のみからなる従来の導体層に比べ、焼き付け後に貴金属粒子が密に詰まった状態になりやすい。ゆえに、導体層におけるボイド率が減少する。一方、略粒状の貴金属粒子を使用しているため、粒子同士が完全に面接触にならず、一定の抵抗値が得られる。このため、剥離しにくく、抵抗値の高い抵抗体を得ることができる。また、緻密になりやすいため抵抗値のばらつきもなく、加熱面の温度均一性も高い。

粒状粒子の形状としては、球状、微結晶状又は破砕粒子状がある。これらの中では、特に球状が最適である。粒子径を制御しやすく、抵抗値の再現性に優れるからである。

略粒状の貴金属粒子の平均粒径は３μｍ以下であり、略鱗片状の貴金属粒子は平均粒径が６μｍ以下であることが好ましい。このように設定することにより、ボイド率の低減及び引っ張り強度の向上、抵抗値の向上をより確実に達成することができる。

略鱗片状の貴金属粒子は、平均粒径の異なる２種以上のものからなることが好ましい。この場合、導体層におけるボイド率がいっそう減少する。従って、剥離しにくい導体層を確実に得ることができる。

略粒状の貴金属粒子の５倍～２５倍の略鱗片状の貴金属粒子が導体層に含まれることが好ましい。この場合、導体層におけるボイド率がよりいっそう減少する。従って、剥離しにくい導体層をより確実に得ることができる。略鱗片状の貴金属粒子の略粒状の貴金属粒子に対する含有比が５倍未満であると、略粒状の貴金属粒子が相対的に多くなる結果、ボイド率を充分に低減しにくくなる。また、含有比が２５倍を超えると、逆に略鱗片状の貴金属粒子が相対的に多くなる結果、抵抗値が小さくなりすぎるおそれがある。

本発明の第３の態様では、略鱗片状の貴金属粒子、酸化物及び有機ビヒクルからなる導電ペーストが提供される。

本発明の第４の態様では、略粒状の貴金属粒子、略鱗片状の貴金属粒子、酸

化物及び有機ビヒクルからなる導電ペーストが提供される。

略鱗片状の貴金属粒子は、金粒子、銀粒子、白金粒子及びパラジウム粒子のうちから選ばれる少なくとも１種であることが好ましい。

略鱗片状の貴金属粒子は、平均粒径の異なる２種以上のものからなることが好ましい。

略粒状の貴金属粒子の５倍～２５倍の略鱗片状の貴金属粒子が導電ペーストに含まれていることが好ましい。

略粒状の貴金属粒子の平均粒径は３μｍ以下であり、略鱗片状の貴金属粒子は平均粒径が６μｍ以下であることが好ましい。

図面の簡単な説明

図１は、本発明の一実施形態のホットプレートユニットの概略断面図。

図２は、図１のホットプレートユニットの要部拡大断面図。

図３は、導体パターン層中における貴金属粒子の様子（貴金属粒子が鱗片状のもの１種のみの場合）を示す概念図。

図４は、導体パターン層中における貴金属粒子の様子（貴金属粒子が鱗片状のもの及び球状のもの２種の場合）を示す概念図。

図５（ａ）は球状の貴金属粒子（即ちＡ粒子）、図５（ｂ）は鱗片状の貴金属粒子（即ちＢ粒子）、図５（ｃ）は鱗片状の貴金属粒子（即ちＣ粒子）、図５（ｄ）は鱗片状の貴金属粒子（即ちＤ粒子）のＳＥＭによる拡大写真。

発明を実施するための最良の形態

以下、本発明を具体化した一実施形態のホットプレートユニット１を図１～図５に基づき詳細に説明する。

図１に示されるホットプレートユニット１は、ケーシング２及びホットプレート３を主要な構成要素として備えている。

ケーシング２は有底状の金属製部材であって、断面円形状の開口部４をその上部側に備えている。なお、ケーシング２は有底状のものに限定されず、底無し状の

ものであってもよい。当該開口部４には環状のシールリング１４を介してホットプレート３が取り付けられる。ケーシング２の底部２ａの外周部には電流供給用のリード線６を挿通するためのリード線引出用孔７が形成され、各リード線６はそこからケーシング２の外部に引き出されている。

セラミック基板９からなる本実施形態のホットプレート３は、感光性樹脂が塗布されたシリコンウェハＷ１を５０℃～３００℃にて乾燥させるための低温用ホットプレート３である。なお、このホットプレートユニット１は、３００℃～８００℃の使用温度領域を有する。

セラミック基板９としては、耐熱性に優れかつ熱伝導率が高いという性質を有する窒化物セラミック基板を選択することがよく、具体的には窒化アルミニウム基板、窒化珪素基板、窒化ホウ素基板又は窒化チタン基板を選択することがよい。これらの中でも、特に窒化アルミニウム基板を選択することが望ましく、次いで窒化珪素基板を選択することが望ましい。その理由は、これらのものは熱伝導率が高い部類に属するからである。また、窒化物セラミック以外に、酸化物セラミックや炭化物セラミックを基板材料として使用することができる。特に炭化物セラミックは、熱伝導率が高く有利である。炭化物セラミックとしては、炭化珪素、炭化硼素又は炭化チタンを使用することができる。

本実施形態のセラミック基板９は、円盤状をした厚さ約１ｍｍ～２５ｍｍ程度の板状物であって、ケーシング２の外形寸法より若干小径となるように設計されている。

図１，図２に示されるように、窒化アルミニウム等からなるセラミック基板９の下面側には、導体パターン層としての配線抵抗１０が同心円状ないし渦巻き状に形成されている。配線抵抗１０の端部にはパッド１０ａが形成されている。なお、配線抵抗１０及びパッド１０ａは、セラミック基板９の表面に導電性の貴金属ペースト（導体ペーストと同義、抵抗体を形成する抵抗体ペーストとなる。以下実施の形態では貴金属ペーストと表記する）Ｐ１ を印刷した後、それを加熱して焼き付けたものである。なお、本実施形態のホットプレート３では、導体パターン層形成層の反対側、即ち上面側をシリコンウェハＷ１の加熱面としている。このような構

成の利点は、ホットプレート３に温度ムラが生じにくくなり、シリコンウェハＷ１を均一に加熱できるようになることである。

貴金属ペーストＰ１に由来する本実施形態の配線抵抗１０及びパッド１０ａは、１種の貴金属粒子Ｇ２のみ（具体的には鱗片状の貴金属粒子Ｇ２のみ）を主成分として含み、さらにガラスフリット等の副成分を含んでいる。図３には、鱗片状の貴金属粒子Ｇ２の様子が概念的に示されている。ガラスフリットの量は、貴金属粒子Ｇ２の量に比べて極めて少ない。よって、図示及び説明の便宜上、同図にてガラスフリットはあえて省略されている。

この場合、鱗片状の貴金属粒子Ｇ２は平均粒径が６μｍ以下であることがよく、特には３μｍ～５μｍ程度であることがよい。平均粒径を上記好適範囲に設定することにより、ボイド率の低減及び引っ張り強度の向上をより確実に達成することができるからである。

鱗片状の貴金属粒子Ｇ２は、金粒子（Ａｕ粒子）、銀粒子（Ａｇ粒子）、白金粒子（Ｐｔ粒子）及びパラジウム粒子（Ｐｄ粒子）のうちから選ばれる少なくとも１種であることが好ましい。これらの貴金属は高温に晒されても比較的酸化しにくく、通電により発熱させるにあたって充分大きな抵抗値を示すからである。勿論、これらの貴金属は、単独で用いられてもよいほか、２種、３種または４種を下記のごとく組み合わせて用いてもよい。即ち、Ａｇ－Ａｕ，Ａｇ－Ｐｔ，Ａｇ－Ｐｄ，Ａｕ－Ｐｔ，Ａｕ－Ｐｄ，Ｐｔ－Ｐｄ，Ａｇ－Ａｕ－Ｐｔ，Ａｇ－Ａｕ－Ｐｄ，Ａｕ－Ｐｔ－Ｐｄ，Ａｇ－Ａｕ－Ｐｔ－Ｐｄ、の組み合わせにして用いてもよい。

本実施形態において、鱗片状の貴金属粒子Ｇ２とは、少なくとも貴金属粒子Ｇ１のような球状を呈していない板状または棒状の粒子であって、長径と短径との比、言い換えれば長径と厚さとのアスペクト比が１．５以上のものが望ましい。ちなみに、本実施形態において球状の貴金属粒子Ｇ１とは、アスペクト比が１．０～１．５（ただし１．５は含まない）程度のものが望ましい。粒状粒子としては、例えば球状、微結晶状又は樹枝状がある。なお、アスペクト比については、上記範囲内の値に限定されるものではない。本発明の効果を損なわない範囲であれば、鱗片状粒子や粒状粒子を選択することも許容されうる。

鱗片状の貴金属粒子Ｇ２のアスペクト比が１．５以上であると、アスペクト比が１．０に近い球状のものと形状的に差がつきやすくなる。この結果、粒子形状による効果が期待できるようになり、ボイド率の低減及び引っ張り強度の向上を十分に達成できるからである。

また、本実施形態の配線抵抗１０及びパッド１０ａは、形状の異なる複数種の貴金属粒子Ｇ１，Ｇ２を主成分として含み、さらにガラスフリット等の副成分を含んでいるものであってもよい。より具体的にいうと、配線抵抗１０は、鱗片状の貴金属粒子Ｇ２のみならず粒状の貴金属粒子Ｇ１（つまり２種の貴金属粒子Ｇ１，Ｇ２）を含んで構成されている。図４には、これら貴金属粒子Ｇ１，Ｇ２の様子が概念的に示されている。ガラスフリットの量は、貴金属粒子Ｇ１，Ｇ２の量に比べて極めて少ない。よって、図示及び説明の便宜上、同図にてガラスフリットはあえて省略されている。

この場合、粒状の貴金属粒子Ｇ１は平均粒径が３μｍ以下であることがよく、特には０．５μｍ～２μｍ程度であることがよい。鱗片状の貴金属粒子Ｇ２は平均粒径が６μｍ以下であることがよく、特には３μｍ～５μｍ程度であることがよい。また、鱗片状の貴金属粒子Ｇ２は、平均粒径の異なる２種以上のものからなるもの１あってもよい。

配線抵抗１０及びパッド１０ａ中において、鱗片状の貴金属粒子Ｇ２は粒状の貴金属粒子Ｇ１よりも多く含まれている。より具体的にいうと、粒状の貴金属粒子Ｇ１の５倍～２５倍の鱗片状の貴金属粒子Ｇ２が含まれることがよく、特には６倍～２０倍含まれていることがよい。

鱗片状の貴金属粒子Ｇ２の略粒状の貴金属粒子Ｇ１に対する含有比が小さすぎると、粒状の貴金属粒子Ｇ１が相対的に多くなる結果、条件設定によってはボイド率を充分に低減できなくなる場合がありうるからである。また、含有比が大きすぎると、逆に鱗片状の貴金属粒子Ｇ２が相対的に多くなる結果、ペースト印刷性が低下するおそれがある。よって、印刷厚さにばらつきが生じやすくなり、配線抵抗１０及びパッド１０ａを精度よく均一厚さに形成することが困難になる。また、条件設定によってはボイド率を充分に低減できなくなる場合もありうる。

ここで、粒状の貴金属粒子Ｇ１も、鱗片状の貴金属粒子Ｇ２と同じ理由により、金粒子、銀粒子、白金粒子及びパラジウム粒子のうちから選ばれる少なくとも１種であることが望ましい。勿論、これらの貴金属は、単独で用いられてもよいほか、２種、３種または４種を下記のごとく組み合わせて用いてもよい。即ち、Ａｇ－Ａｕ，Ａｇ－Ｐｔ，Ａｇ－Ｐｄ，Ａｕ－Ｐｔ，Ａｕ－Ｐｄ，Ｐｔ－Ｐｄ，Ａｇ－Ａｕ－Ｐｔ，Ａｇ－Ａｕ－Ｐｄ，Ａｕ－Ｐｔ－Ｐｄ，Ａｇ－Ａｕ－Ｐｔ－Ｐｄ、の組み合わせにして用いてもよい。

なお、粒状の貴金属粒子Ｇ１及び鱗片状の貴金属粒子Ｇ２の金属種を、同種のもの同士の組み合わせにしてもよいほか、異種のもの同士の組み合わせにしてもよい。

図１，図２に示されるように、各パッド１０ａには、導電性材料からなる端子ピン１２の基端部がはんだ付けされている。その結果、各端子ピン１２と配線抵抗１０との電気的な導通が図られている。各端子ピン１２の先端部には、リード線６の先端部にあるソケット６ａが嵌着されている。従って、リード線６及び端子ピン１２を介して配線抵抗１０に電流を供給すると、配線抵抗１０の温度が上昇し、ホットプレート３全体が加熱される。

次に、このホットプレート３を製造する手順の一例を簡単に説明する。

窒化アルミニウム等に代表されるセラミックの粉体に、必要に応じてイットリアなどの焼結助剤やバインダーを添加してなる混合物を作製し、これを好ましくは３本ロールにより均一に混練する。この混練物を材料として、厚さ数ｍｍ程度の板状生成形体をプレス成形により作製する。

作製された生成形体に対してパンチングまたはドリリングによる穴あけを行い、図示しないピン挿通孔を形成する。次いで、穴あけ工程を経た生成形体を乾燥、仮焼成及び本焼成して完全に焼結させることにより、セラミック焼結体製の基板９を作製する。焼成工程はホットプレス装置によって行われることがよく、その温度は１５００℃～２０００℃程度に設定されることがよい。この後、焼成されたセラミック基板９を所定径（本実施形態では２３０ｍｍφ）にかつ円形状に切り出し、これを好ましくはバフ研磨装置を用いて表面研削加工する。

上記工程を経た後、あらかじめ調製しておいた貴金属ペーストＰ１を、セラミック基板９の下面側に好ましくはスクリーン印刷により均一に塗布する。

ここで使用される貴金属ペーストＰ１は、上記１種の貴金属粒子Ｇ２（または上記２種の貴金属粒子Ｇ１及びＧ２）のほかに、ガラスフリット、有機ビヒクルとしての樹脂バインダ、溶剤を含んでいる。

ガラスフリットの量は、貴金属粒子Ｇ２（またはＧ１及びＧ２）の量の１／５以下であることが好ましく、特には１／１０～１／１００程度であることがいっそう好ましい。その理由は、貴金属ペーストＰ１における導電成分が多くなるほど、比抵抗の低減を達成するうえで好都合となるからである。

具体的にいうと、貴金属ペーストＰ１中において貴金属粒子Ｇ２（またはＧ１及びＧ２）は合計で６０重量%～８０重量%ほど含まれ、ガラスフリットは１重量%～１０重量%ほど含まれている。

ガラスフリットとしては、ほう珪酸亜鉛（SiO_2：B_2O_3：ZnO_2）をベースとし、それに対し少量の金属酸化物を添加したものが用いられている。金属酸化物の具体例としては、酸化アルミニウム（Al_2O_3）、酸化イットリウム（Y_2O_3）、酸化鉛（ＰｂＯ）、酸化カドミウム（ＣｄＯ）、酸化クロム（Cr_2O_3）、酸化銅（ＣｕＯ）、酸化ビスマス（Bi_2O_3）から選択される１種または２種以上のものである。

その他、貴金属ペーストＰ１中には、有機ビヒクルとしての樹脂バインダが３重量%～１５重量%ほど含まれ、溶剤が１０重量%～３０重量%ほど含まれている。樹脂バインダの例としては、例えばエチルセルロース等のセルロース類がある。溶剤は印刷性や分散性の向上を目的として添加される成分であって、その具体例としてはアセテート類、ブチルセロソルブ等のセロソルブ類、又はブチルカルビトール等のカルビトール類が挙げられる。

セラミック基板９上に塗布された貴金属ペーストＰ１を約７５０℃の温度で所定時間加熱すると、貴金属ペーストＰ１中の溶剤が揮発し、配線抵抗１０及びパッド１０ａが焼き付けられる。溶融したガラスフリットはセラミック基板９に近づく方向に移動する傾向があり、逆に貴金属粒子Ｇ２（またはＧ１及びＧ２）はセラミ

ック基板９から離れる方向に移動する傾向がある。

その後、パッド１０ａにはんだＳ１を介して端子ピン１２を接合して、ホットプレート３を完成させ、さらにこれをケーシング２の開口部４に取り付ければ、図１に示す所望のホットプレートユニット１が完成する。

以下、いくつかの実施例及び比較例を紹介する。

（実施例及び比較例）

［サンプルの作製（貴金属粒子の金属種が同じ場合）］

実施例１～６、比較例１～３では、窒化アルミニウム粉末（平均粒径１．１μｍ）１００重量部に、Y_2O_3（平均粒径０．４μｍ）４重量部、有機ビヒクルとしてのアクリル系樹脂バインダ（三井化学社製、商品名：ＳＡ－５４５，酸価１．０）８重量部を添加して混合した。このようにして得た混合物を均一に混練してなる混練物をプレス成形用型に入れてプレスすることにより、板状生成形体を作製した。

次いで、穴あけ加工及び乾燥を行った後、成形体を窒素雰囲気中で３５０℃、４時間の脱脂を行い、バインダを熱分解させた。さらに、脱脂された成形体を１６００℃、３時間の条件でホットプレス焼成し、セラミック基板９として窒化アルミニウム基板を得た。なお、ホットプレスの圧力は１５０ｋｇ／ｃｍ^{2}に設定した。

この後、基板切り出し及び表面研削加工を行った後、ペースト塗布工程を行った。同工程では、下記のごとき組成の貴金属ペーストＰ１を用い、かつ塗布時の厚さを２５μｍ程度に設定し、上記の手順に準拠して９種のサンプルを作製した。

・貴金属粒子：　銀粒子が合計で７０重量％、

・ガラスフリット：　５重量％（但しベースであるほう珪酸亜鉛を８０重量％含むもの）、

・樹脂バインダとしてのエチルセルロース：　５重量％、

・溶剤としてのブチルカルビトール：　１５重量％。

銀粒子Ｇ１，Ｇ２としては、表１に示す４種のものを適宜組み合わせて用いるようにした。そして、サンプル１～６を実施例１～６として位置づけ、サンプル７，８，９を比較例１、試験例１，２として位置付けた。以下、球状の銀粒子として、昭栄化学工業株式会社製「Ａｇ－１２６」を使用した、鱗片状の銀粒子として、昭

栄化学工業株式会社製「Ａｇ－５２０、Ａｇ－５３０、Ａｇ－５４０」（それぞれＢ，Ｃ，Ｄ粒子）を使用した。「Ａ粒子」は平均粒径が１．００μｍかつ球状の銀粒子Ｇ１である（図５(a) 参照）。

Ａ粒子以外の３種は全て鱗片状の銀粒子Ｇ２である（図５(b) ～(d) 参照）。「Ｂ粒子」「Ｃ粒子」「Ｄ粒子」の平均粒径は、順に３．９４μｍ、４．７８μｍ、７．７３μｍである。これらの粒子のアスペクト比（長径／厚さ）は、順に約７．８、９．５、１５であった。

具体的にいうと、実施例１，２，４，５では、球状の銀粒子Ｇ１及び鱗片状の銀粒子Ｇ２の２種を用いるとともに、鱗片状の銀粒子Ｇ２については粒径の異なるもの２つ（即ちＢ粒子及びＣ粒子）を組み合わせて用いている。

実施例３では、球状の銀粒子Ｇ１及び鱗片状の銀粒子Ｇ２の２種を用いるとともに、鱗片状の銀粒子Ｇ２については１つのみ（即ちＣ粒子のみ）用いている。

実施例６では、鱗片状の銀粒子Ｇ２のみを用いるとともに、当該鱗片状の銀粒子Ｇ２については粒径の異なるもの２つ（即ちＢ粒子及びＣ粒子）を組み合わせて用いている。つまり、これについては球状の銀粒子Ｇ１を全く用いていない。

比較例１では、従来と同様に、球状の銀粒子Ｇ１を１種のみ含む貴金属ペーストＰ１を用いて配線抵抗１０の形成を行なっている。試験例１，２では、２種の銀粒子Ｇ１，Ｇ２を含む貴金属ペーストＰ１を用いて配線抵抗１０の形成を行なっているものの、鱗片状の銀粒子Ｇ２として平均粒径の大きなＤ粒子を用いている。表１には、配線抵抗１０中における４つの粒子の体積率（ｗｔ％）が示されている。

［比較試験及びその結果］

得られた９種のサンプルの各々について、焼き付け工程後における配線抵抗１０を任意の位置にて基板厚さ方向に沿って切断し、その切断面を光学顕微鏡を用いて１０００倍で写真撮影をした。このようにして撮影された拡大写真に基づき、ボイド部分の面積／ペースト断面積の値を計測し、この値を焼成後ボイド率（％）とした。その結果を表１に示す。なお、焼成後ボイド率（％）が高いということは、銀粒子Ｇ１，Ｇ２が密に詰まっていて、各銀粒子Ｇ１，Ｇ２間の接合面積が大きくなっていることを意味する。

また、配線抵抗１０表面の面粗度（Ｒａ）を、表面形状測定器（ＫＬＡ・Ｔｅｎｃｏｒ社製　商品名：Ｐ－１１）を用いて常法に従い測定した。その結果も同じく表１に示す。なお、面粗度が小さくて表面が平滑であるということは、配線抵抗１０が均一厚さであって、抵抗値が均一でばらつきが小さいことを意味する。

さらに、従来公知の手法による引っ張り強度試験を行い、配線抵抗１０の引っ張り強度（ｋｇｆ／２ｍｍ□）を測定した。言うまでもなくこの値が大きければ、導体パターン層１０の密着性が高くなり剥離が生じにくくなる。

表１

ｻﾝﾌﾟﾙNo.	A粒子(球状, 1.00 μm)	B粒子（鱗片状, 3.94 μm）	C粒子（鱗片状, 4.78 μm）	D粒子（鱗片状, 7.73 μm）	焼成後ボイド率（%）	面粗度Ｒａ（μm）	引っ張り強度(kgf/2mm□)
1(実施例1)	5 wt%	15 wt%	80 wt%	0 wt%	5.8	0.5	11.5
2(実施例2)	5	80	15	0	7.6	0.5	12.5
3(実施例3)	5	0	95	0	9.8	0.5	9.9
4(実施例4)	15	25	60	0	6.6	0.7	10.8
5(実施例5)	15	80	5	0	8.1	0.8	10.2
6(実施例6)	0	20	80	0	6.0	0.3	13.5
7(比較例1)	100	0	0	0	12.8	1.5	3.5
8(試験例1)	5	25	0	70	10.5	1.0	8.0
9(試験例2)	25	5	0	70	10.5	1.0	8.0

表１から明らかなように、比較例１の焼成後ボイド率は、１２％以上という高い値を示した。これに対し実施例３では、焼成後ボイド率が、僅かであるが９．８％と低くなることが確認された。また、実施例１，２，４，５，６については、比較例１、試験例１，２に比べて大幅に焼成後ボイド率が低くなることが確認された。中でもとりわけ実施例６で好結果が得られ、それに次いで実施例１，４で好結果が得られた。

そして、比較例１、試験例１，２では面粗度Ｒａの値が１．０μｍを以上であったのに対し、各実施例１～６ではいずれも１．０μｍ より低くなることが確認され

た。中でもとりわけ実施例６で好結果が得られ、それに次いで実施例１，２，３で好結果が得られた。

また、各実施例１～６の配線抵抗１０の観察を別途行なったところ、ふくれが認められることもなく、密着性が低下している様子も特になかった。

そして、比較例１では引っ張り強度の値が３．５ｋｇｆ／２ｍｍ□前後という極めて低い値であった。これに対し、各実施例１～６では、比較例のほぼ２倍以上の値が得られることが確認された。中でもとりわけ実施例２で好結果が得られ、それに次いで実施例１，６で好結果が得られた。以上の結果からして、鱗片状粒子には引っ張り強度を向上させる効果があると考えられる。

［サンプルの作製（貴金属粒子の金属種が異なる場合）］

実施例７では、窒化珪素粉末（平均粒径１．１μｍ）４５重量部に、Y_2O_3（平均粒径０．４μｍ）２０重量部、Al_2O_3（平均粒径０．５μｍ）１５重量部、SiO_2（平均粒径０．５μｍ）２０重量部、有機ビヒクルとしてのアクリル系樹脂バインダ（三井化学社製、商品名：ＳＡ－５４５，酸値１．０）８重量部を混合した。このようにして得た混合物を均一に混練してなる混練物をプレス成形用型に入れてプレスすることにより、板状生成形体を作製した。

次いで、穴あけ加工及び乾燥を行った後、成形体を窒素雰囲気中で３５０℃、４時間の脱脂を行い、バインダーを熱分解させた。さらに、脱脂された成形体を１６００℃、３時間の条件でホットプレス焼成し、セラミック基板９として窒化珪素基板を得た。なお、ホットプレスの圧力は１５０ｋｇ／ｃｍ^{2}に設定した。

この後、基板切り出し及び表面研削加工を行った後、ペースト塗布工程を行った。ここでは貴金属ペーストＰ１として、下記のごとき組成のものを用い、かつ塗布時の厚さを２５μｍ 程度に設定してサンプル１０を作製した。

・貴金属粒子：　銀粒子Ｇ２が５６．６重量部、
パラジウム粒子Ｇ１が１０．３重量部、

・酸化物ガラス成分：　SiO_2が１．０重量部、B_2O_3が２．５重量部、
ＺｎＯが５．６重量部、ＰｂＯが０．６重量部、
RuO_2を２．１重量部、

・樹脂バインダ：　３．４重量%、

・溶剤としてのブチルカルビトール：　１７．９重量%。

ここで「銀粒子Ｇ２」としては、平均粒径３．９４μmの鱗片状の銀粒子（即ち上記Ｂ粒子）を用いた。「パラジウム粒子Ｇ１」としては、平均粒径５．１２μmの球状のパラジウム粒子（昭栄化学工業製　Ｐｄ－２１５）を用いた。

そして、塗布された貴金属ペーストＰ１を約７５０℃の温度で所定時間加熱することにより、配線抵抗１０及びパッド１０ａを焼き付け、実施例７のホットプレート３を完成させた。なお、導体パターン層１０中における２つの粒子の重量比、即ち銀粒子Ｇ２：パラジウム粒子Ｇ１は、５５：１５であった。

［比較試験及びその結果］

得られた実施例７のサンプルについて、実施例１～６について行なったのと同様の比較試験を行なった。その結果、焼成後ボイド率が７．８%、面粗度Ｒａが０．７μm、引っ張り強度が１０．８ｋｇｆ／２mm□であった。

従って、本実施形態の前記実施例によれば以下のような効果を得ることができる。

（１）上記実施例１～５，７の配線抵抗１０及びパッド１０ａは、球状の貴金属粒子Ｇ１及び鱗片状の貴金属粒子Ｇ２からなっている。また、上記実施例６の配線抵抗１０及びパッド１０ａは、鱗片状の貴金属粒子Ｇ２のみからなっている。

従って、球状の貴金属粒子Ｇ１のみを含んで構成されたもの（例えば比較例１）に比べ、焼き付け後に貴金属粒子Ｇ２（またはＧ１及びＧ２）が密に詰まった状態になりやすいと考えられる。ゆえに、配線抵抗１０におけるボイド率が減少し、セラミック基板９との密着性が高くなる。一方、貴金属粒子Ｇ２（またはＧ１及びＧ２）間が点接触になる。このため、配線抵抗１０における抵抗値の著しい低下が防止され、抵抗体としての機能を損なうことがなくなる。

（２）また、上記実施例１，２，４，５のように、鱗片状の銀粒子Ｇ２を平均粒径の異なる２種にすれば、引っ張り強度が１０ｋｇｆ／２mm□以上の配線抵抗１０を得ることができる。

（３）上記実施例６のように、鱗片状の銀粒子Ｇ２を平均粒径の異なる２種にし

かつ球状の貴金属粒子Ｇ１を全く含ませないようにすれば、ボイド率を極めて低い値にすることができ、密着性を格段に向上させることができる。

（４）本実施形態の各実施例１～７では、窒化アルミニウム基板または窒化珪素基板をセラミック基板９として用いているため、耐熱性及び熱伝導性に優れたホットプレート３を実現することができる。

なお、本発明の実施形態は以下のように変更してもよい。

・ 実施形態において使用した窒化アルミニウム基板や窒化珪素基板のような窒化物セラミック基板の代わりに、例えばアルミナ基板のような酸化物セラミック基板、炭化珪素基板のような炭化物セラミック基板を使用することもできる。

・ セラミック基板９はプレス成形法を経て製造されたもののみに限定されることはなく、例えばドクターブレード装置を利用したシート成形法を経て製造されたものでもよい。シート成形法を採用した場合、例えば積層されたシート間に配線抵抗１０を配設することができるので、高温用のホットプレート３を比較的容易に実現することができる。

・ 導体パターン層は実施形態において例示した配線抵抗１０やパッド１０ａのみに限定されることはなく、それ以外のもの、つまり発熱用の抵抗体ではない導体パターン層であってもよい。

・ セラミック基板９に対して貴金属ペーストＰ１を塗布する方法としては、スクリーン印刷法のみならず、例えば捺印法を採用することができる。

請求の範囲

1． セラミック基板に導体層を備えてなるホットプレートにおいて、前記導体層は、略鱗片状の貴金属粒子からなることを特徴とするホットプレート。

2． 前記略鱗片状の貴金属粒子の平均粒径は６μm以下であることを特徴とする請求項１に記載のホットプレート。

3． 前記略鱗片状の貴金属粒子は、金粒子、銀粒子、白金粒子及びパラジウム粒子のうち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または２に記載のホットプレート。

4． 前記略鱗片状の貴金属粒子における長径と短径とのアスペクト比は１．５以上であることを特徴とする請求項１乃至３のいずれか１項に記載のホットプレート。

5． セラミック基板に導体層を備えてなるホットプレートにおいて、前記導体層は、略粒状の貴金属粒子及び略鱗片状の貴金属粒子からなることを特徴とするホットプレート。

6． 前記略粒状の貴金属粒子の平均粒径は３μm以下であり、前記略鱗片状の貴金属粒子は平均粒径が６μm以下であることを特徴とする請求項５に記載のホットプレート。

7． 前記略鱗片状の貴金属粒子は、平均粒径の異なる２種以上のものからなることを特徴とする請求項５または６に記載のホットプレート。

8． 前記略粒状の貴金属粒子の５倍～２５倍の前記略鱗片状の貴金属粒子が

前記導体層中に含まれることを特徴とする請求項５乃至７のいずれか１項に記載のホットプレート。

９．　略鱗片状の貴金属粒子、酸化物及び有機ビヒクルからなる導電ペースト。

１０．　略粒状の貴金属粒子、略鱗片状の貴金属粒子、酸化物及び有機ビヒクルからなる導電ペースト。

１１．　前記略鱗片状の貴金属粒子は、金粒子、銀粒子、白金粒子及びパラジウム粒子のうち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９または１０に記載の導電ペースト。

１２．　前記略鱗片状の貴金属粒子は、平均粒径の異なる２種以上のものからなることを特徴とする請求項９乃至１１のいずれか１項に記載の導電ペースト。

１３．　前記略粒状の貴金属粒子の５倍～２５倍の前記略鱗片状の貴金属粒子が導電ペーストに含まれることを特徴とする請求項１０乃至１２のいずれか１項に記載の導電ペースト。

１４．　前記略粒状の貴金属粒子の平均粒径は３μｍ以下であり、前記略鱗片状の貴金属粒子は平均粒径が６μｍ以下であることを特徴とする請求項１０乃至１３のいずれか１項に記載の導電ペースト。

Fig.1

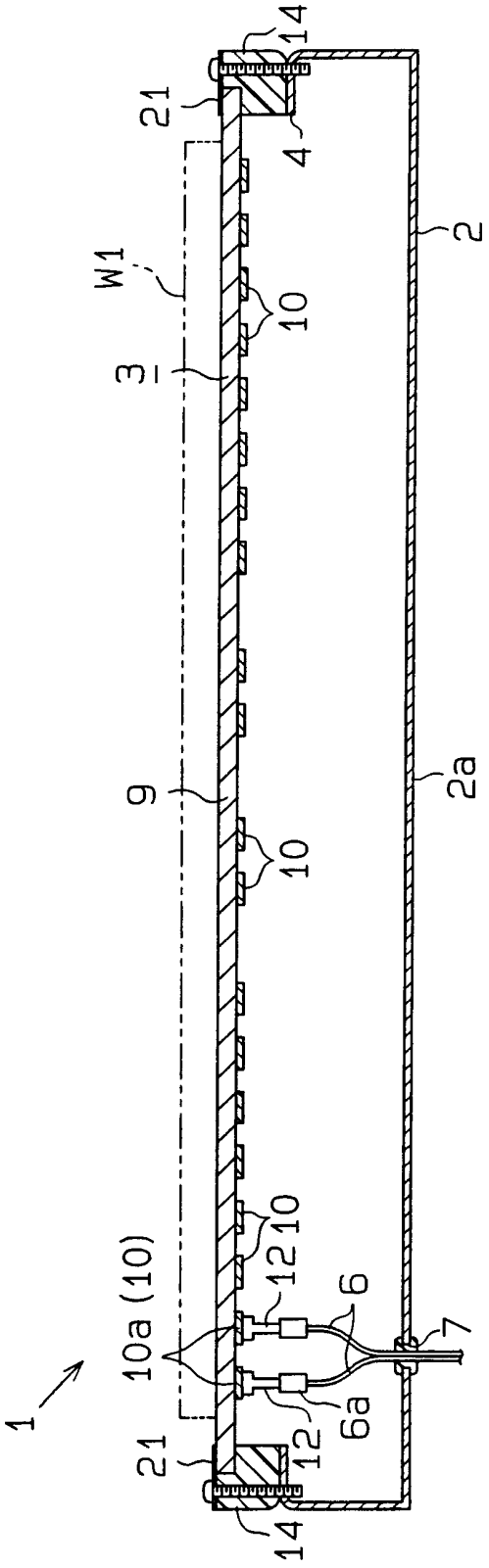


Fig.2

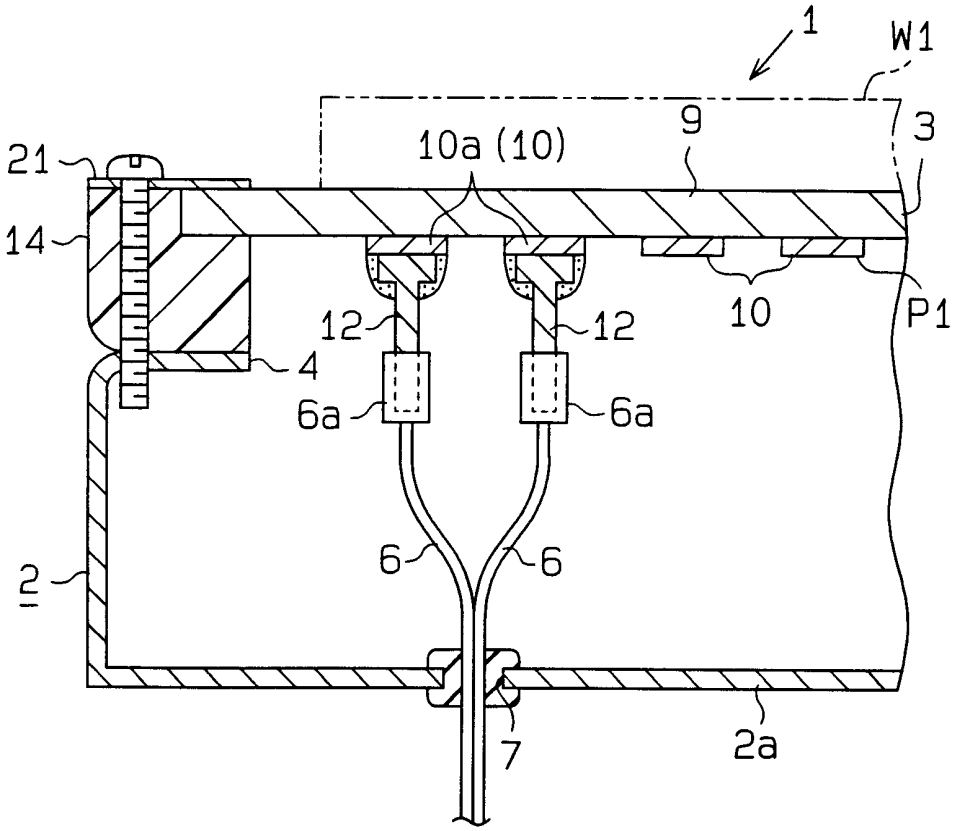


Fig.3

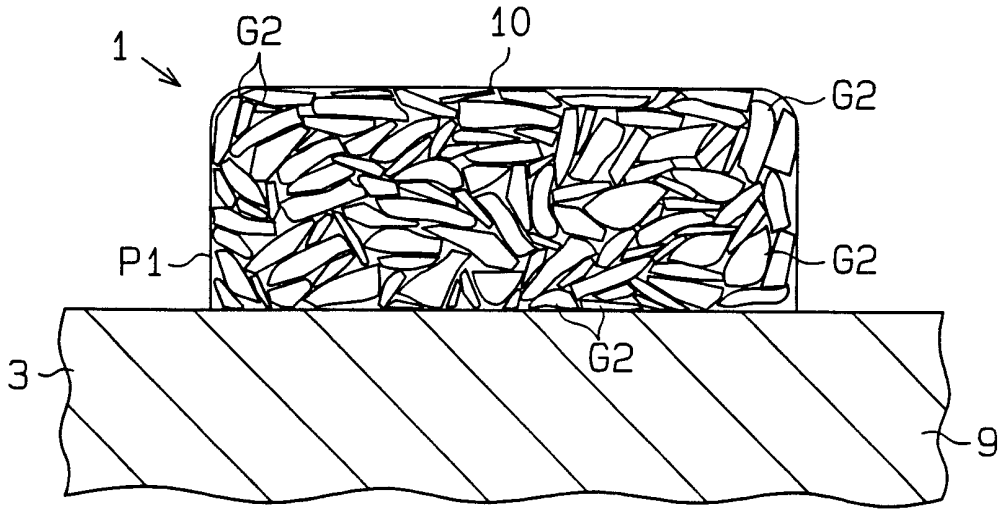


Fig.4

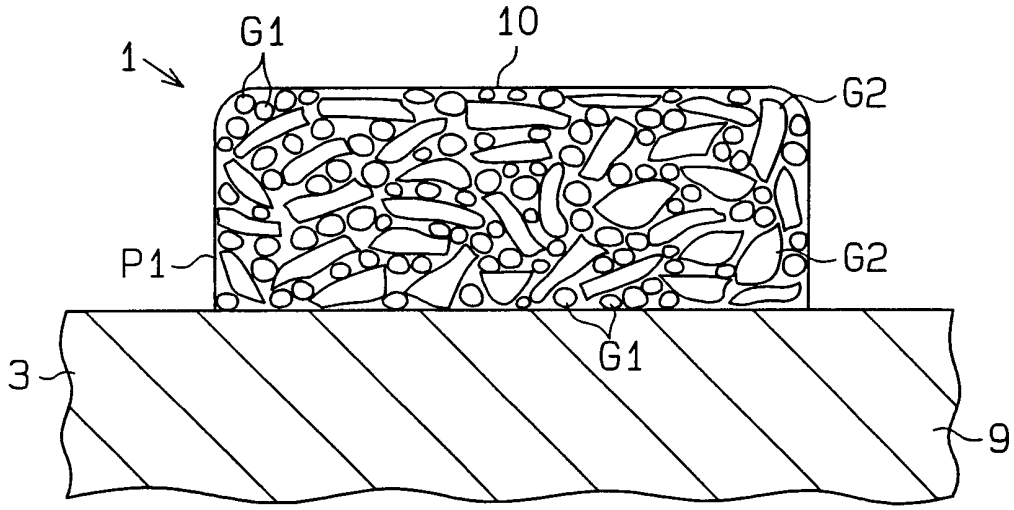
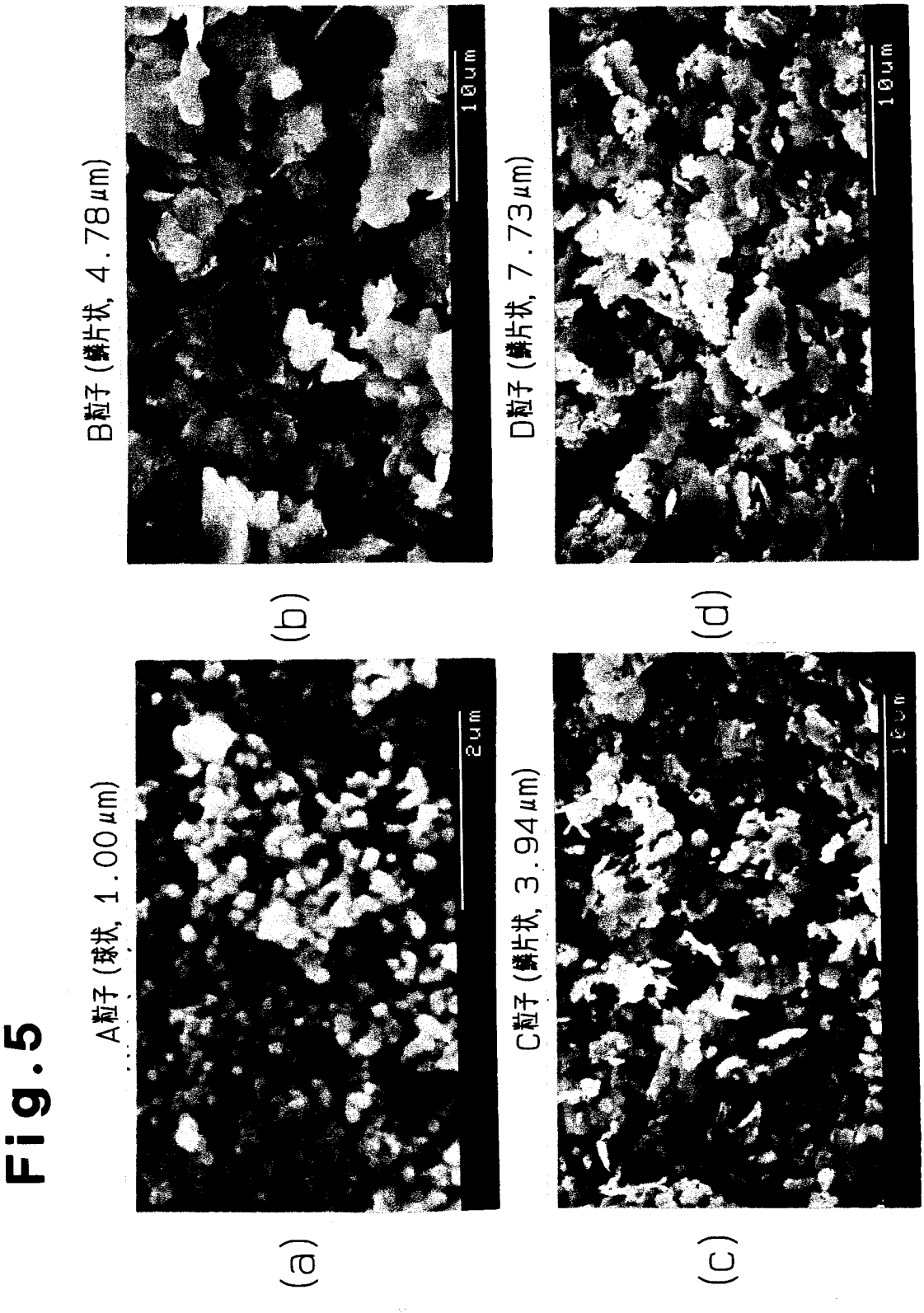


Fig.5


A粒子（球状，1.00μm）
2um
(a)
B粒子（鱗片状，4.78μm）
10um
(b)
C粒子（鱗片状，3.94μm）
10um
(c)
D粒子（鱗片状，7.73μm）
10um
(d)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP00/02875

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
Int.Cl[7] H05B3/12, H01B5/00, H01B1/22, H01L21/027

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
Int.Cl[7] H05B3/12, H01B5/00, H01B1/22, H01L21/027

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched
Jitsuyo Shinan Koho 1926-2000 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2000
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2000

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP, 11-40330, A (IBIDEN CO., LTD.), 12 February, 1999 (12.02.99) (Family: none)	1-8
Y	JP, 5-94716, A (Asahi Chemical Industry Co., Ltd.), 16 April, 1993 (16.04.93) (Family: none)	1-14
Y	JP, 1-315903, A (TDK Corporation), 20 December, 1989 (20.12.89) (Family: none)	1-14
Y	JP, 9-331141, A (Matsushita Electric Ind. Co., Ltd.), 22 December, 1997 (22.12.97) (Family: none)	1-14

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
"E" earlier document but published on or after the international filing date
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed
"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
06 July, 2000 (06.07.00)	18 July, 2000 (18.07.00)
Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office	Authorized officer
Facsimile No.	Telephone No.

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (July 1992)

国際調査報告

国際出願番号　ＰＣＴ／ＪＰ００／０２８７５

Ａ．　発明の属する分野の分類（国際特許分類（ＩＰＣ））

Ｉｎｔ　Ｃｌ[7] H05B3/12, H01B5/00, H01B1/22, H01L21/027

Ｂ．　調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（ＩＰＣ））

Ｉｎｔ　Ｃｌ[7] H05B3/12, H01B5/00, H01B1/22, H01L21/027

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報　１９２６－２０００
日本国公開実用新案公報　１９７１－２０００
日本国登録実用新案公報　１９９４－２０００

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

Ｃ．　関連すると認められる文献

引用文献のカテゴリー＊	引用文献名　及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する請求の範囲の番号
Ｙ	ＪＰ，１１－４０３３０，Ａ（イビデン株式会社），１２．０２月．１９９９（１２．０２．９９）（ファミリーなし）	１－８
Ｙ	ＪＰ，５－９４７１６，Ａ（旭化成工業株式会社），１６．０４月．１９９３（１６．０４．９３）（ファミリーなし）	１－１４
Ｙ	ＪＰ，１－３１５９０３，Ａ（ティーディーケイ株式会社），２０．１２月．１９８９（２０．１２．８９）（ファミリーなし）	１－１４

☒ Ｃ欄の続きにも文献が列挙されている。　☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

＊　引用文献のカテゴリー
「Ａ」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「Ｅ」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「Ｌ」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）
「Ｏ」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「Ｐ」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日の後に公表された文献
「Ｔ」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「Ｘ」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Ｙ」特に関連のある文献であって、当該文献と他の１以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「＆」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日	国際調査報告の発送日
０６．０７．００	18.07.00

国際調査機関の名称及びあて先	特許庁審査官（権限のある職員）	
日本国特許庁（ＩＳＡ／ＪＰ） 郵便番号１００－８９１５ 東京都千代田区霞が関三丁目４番３号	豊島　唯	３Ｌ
	電話番号　０３－３５８１－１１０１　内線　３３３７	

様式ＰＣＴ／ＩＳＡ／２１０（第２ページ）（１９９８年７月）

国際調査報告

国際出願番号　ＰＣＴ／ＪＰ００／０２８７５

Ｃ（続き）．　関連すると認められる文献

引用文献のカテゴリー＊	引用文献名　及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する請求の範囲の番号
Ｙ	ＪＰ，９－３３１１４１，Ａ（松下電器産業株式会社），２２．１２月．１９９７（２２．１２．９７）（ファミリーなし）	１－１４