



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2012년10월25일
(11) 등록번호 10-1194201
(24) 등록일자 2012년10월18일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
H01B 1/22 (2006.01) *H01B 5/00* (2006.01)
(21) 출원번호 10-2006-7027261
(22) 출원일자(국제) 2005년07월14일
 심사청구일자 2010년07월12일
(85) 번역문제출일자 2006년12월26일
(65) 공개번호 10-2007-0033373
(43) 공개일자 2007년03월26일
(86) 국제출원번호 PCT/JP2005/013090
(87) 국제공개번호 WO 2006/006687
 국제공개일자 2006년01월19일
(30) 우선권주장
 JP-P-2004-00208914 2004년07월15일 일본(JP)

(56) 선행기술조사문헌

JP08311655 A*

JP2004111163 A*

*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

전체 청구항 수 : 총 1 항

심사관 : 김준규

(54) 발명의 명칭 도전성 미립자, 도전성 미립자의 제조 방법, 및 이방성도전 재료

(57) 요 약

본 발명은 금 피막의 세공이 적어 우수한 도전성을 갖는 도전성 미립자, 도금욕의 안정성이 우수하고, 노시안계인 그 도전성 미립자의 제조 방법, 및 그 도전성 미립자를 이용한 이방성 도전 재료를 제공하는 것을 목적으로 한다. 본 발명은 하지 니켈 피막의 표면에 무전해 금 도금에 의해 금 피막이 형성된 도전성 미립자로서, 그 도전성 미립자를, 질산을 이용하여 용출 시험을 실시했을 때의, 니켈의 용출량이 30 ~ 100 μ g/g 인 도전성 미립자, 하지 니켈 피막의 표면에서 산화 반응을 일으키고, 석출 금속인 금의 표면에서는 산화 반응을 일으키지 않는 환원제를 하지 니켈 피막의 표면에 존재시키고, 염화 금 나트륨을 환원시켜 금을 석출시키는 그 도전성 미립자의 제조 방법, 그 도전성 미립자가 수지 바인더에 분산되어 이루어지는 이방성 도전 재료이다.

특허청구의 범위

청구항 1

삭제

청구항 2

하지 니켈 피막의 표면에서 산화 반응을 일으키고, 석출 금속인 금의 표면에서는 산화 반응을 일으키지 않는 환원제를 하지 니켈 피막의 표면에 존재시키고, 금염을 환원시켜 금을 석출시키는 것을 특징으로 하는 도전성 미립자의 제조 방법으로서,

상기 도전성 미립자는 하지 니켈 피막의 표면에 무전해 금 도금에 의해 금 피막이 형성되고,

상기 도전성 미립자를 질산을 이용하여 용출 시험을 실시했을 때, 니켈의 용출량이 $30 \sim 100\mu\text{g/g}$ 인 것을 특징으로 하는 도전성 미립자의 제조 방법.

청구항 3

삭제

명세서

기술 분야

[0001]

본 발명은 도전성 미립자, 도전성 미립자의 제조 방법, 및 이방성 도전 재료에 관한 것으로, 상세하게는, 금 피막의 세공이 적어 우수한 도전성을 갖는 도전성 미립자, 그 도전성 미립자의 제조 방법, 및 그 도전성 미립자를 이용한 이방성 도전 재료에 관한 것이다.

배경기술

[0002]

종래, 도전성 미립자로서 금, 은, 니켈 등의 금속 입자가 이용되어 왔지만, 비중이 크고, 형상이 일정하지 않기 때문에, 바인더 수지 중에 균일하게 분산되지 않는 경우가 있어, 이방성 도전 재료의 도전성에 편차를 일으키는 원인이 되고 있었다.

[0003]

이것에 대해서, 심재 입자로서 수지 입자, 유리 비즈 등의 비도전성 입자의 표면에 무전해 도금에 의해 니켈 또는 니켈-금 등의 금속 피막을 형성한 도전성 미립자가 보고되어 있다 (예를 들어, 특허 문현 1 참조).

[0004]

특허 문현 1에는 실질적으로 구상인 수지 분말 입자를 무전해 도금법에 의해 금속 피복을 형성한 도전성 무전해 도금 분체가 개시되어 있다.

[0005]

한편, 니켈 피막을 갖는 도전성 미립자에 금 도금을 실시하는 경우, 종래, 치환형 무전해 금 도금이 실시되어 있었다.

[0006]

그러나, 치환형 무전해 금 도금은 하지 니켈과 금의 이온화 경향의 차이를 이용한 석출 방법으로, 도금욕 조성은 비교적 단순하여 관리가 용이하지만, 반면, 하지 니켈이 피복된 시점에서 반응이 정지하기 때문에, 석출 막 두께는 얇아지고, 또한 하지의 용해에 기인하는 세공 (핀홀) 이 다수 존재한다는 문제가 있었다.

[0007]

이 때문에, 치환형 무전해 금 도금이면서 두께를 늘릴 수 있는 고속 치환형 무전해 금 도금액 (예를 들어, 특허 문현 2 참조) 이나, 치환 및 환원이 동시에 일어나는 무전해 금 도금액 (예를 들어, 특허 문현 3 참조) 이 보고되어 있다.

[0008]

그러나, 이들 도금액을 이용한 방법은 니켈 등의 오염 물질에 매우 민감하여 도금욕의 안정성이 부족하다는 문제가 있었다.

[0009]

또, 통상, 금 도금에는 도금욕의 안정성이 우수하다는 점에서 시안화 금 등을 이용한 시안욕이 이용되고 있지만, 시안욕은 강알칼리로 사용되므로 심재 입자 등으로의 침식이 강하다는 문제나, 환경에 유해하다는 문제가 있어, 노 (NO) 시안계 무전해 금 도금이 요구되고 있었다.

[0010]

특허 문현 1 : 일본 공개특허공보 평8-311655호

[0011] 특허 문헌 2 : 일본 공개특허공보 평5-295558호

[0012] 특허 문헌 3 : 일본 공개특허공보 평4-371583호

발명의 상세한 설명

[0013] 발명의 개시

[0014] 발명이 해결하고자 하는 과제

[0015] 본 발명은 상기 현상을 감안하여, 금 피막의 세공이 적어 우수한 도전성을 갖는 도전성 미립자, 도금욕의 안정성이 우수하고, 노시안계인 그 도전성 미립자의 제조 방법, 및 그 도전성 미립자를 이용한 이방성 도전 재료를 제공하는 것을 목적으로 한다.

[0016] 과제를 해결하기 위한 수단

[0017] 상기 목적을 달성하기 위해 청구항 1에 기재된 발명은, 하지 니켈 피막의 표면에 무전해 금 도금에 의해 금 피막이 형성된 도전성 미립자로서, 그 도전성 미립자를, 질산을 이용하여 용출 시험을 실시했을 때의, 니켈의 용출량이 $30 \sim 100\mu\text{g/g}$ 인 도전성 미립자를 제공한다.

[0018] 또, 청구항 2에 기재된 발명은, 하지 니켈 피막의 표면에서 산화 반응을 일으키고, 석출 금속인 금의 표면에서는 산화 반응을 일으키지 않는 환원제를 하지 니켈 피막의 표면에 존재시키고, 금염을 환원시켜 금을 석출시키는 청구항 1에 기재된 도전성 미립자의 제조 방법을 제공한다.

[0019] 또, 청구항 3에 기재된 발명은, 청구항 1에 기재된 도전성 미립자가 수지 바인더에 분산되어 이루어지는 이방성 도전 재료를 제공한다.

[0020] 이하, 본 발명의 상세를 설명한다.

[0021] 본 발명의 도전성 미립자는, 하지 니켈 피막의 표면에 무전해 금 도금에 의해 금 피막이 형성된 도전성 미립자이다.

[0022] 본 발명의 도전성 미립자는, 니켈 피막을 갖고 있는 것이고, 심재 입자의 표면에 니켈 피막을 형성함으로써 얻을 수 있다.

[0023] 상기 심재 입자의 재질은, 적당한 탄성을, 탄성 변형성 및 복원성을 갖는 것이면, 유기계 재료이어도 무기계 재료이어도 되며, 특별히 한정되지 않지만, 수지 입자 등의 유기계 재료인 것이 바람직하다.

[0024] 상기 유기계 재료로는, 특별히 한정되지 않고, 예를 들어 페놀 수지, 아미노 수지, 폴리에스테르 수지, 우레아 수지, 멜라민 수지, 에폭시 수지, 디비닐벤젠 중합체 ; 디비닐벤젠-스티렌 공중합체, 디비닐벤젠-(메트)아크릴산 에스테르 공중합체 등의 디비닐벤젠계 중합체 ; (메트)아크릴산 에스테르 중합체 등을 들 수 있다. 상기 (메트)아크릴산 에스테르 중합체는 필요에 따라 가교형, 비가교형의 어느 것이나 사용해도 되고, 이들을 혼합하여 사용해도 된다. 그 중에서도, 디비닐벤젠계 중합체, (메트)아크릴산 에스테르계 중합체가 바람직하게 사용된다. 여기에서, (메트)아크릴산 에스테르란 메타크릴산 에스테르 또는 아크릴산 에스테르를 의미한다.

[0025] 상기 무기계 재료로는, 예를 들어 금속, 유리, 세라믹스, 금속 산화물, 금속 규산염, 금속 탄화물, 금속 질화물, 금속 탄산염, 금속 황산염, 금속 인산염, 금속 황화물, 금속 산염, 금속 할로겐화물, 탄소 등을 들 수 있다.

[0026] 이들 심재 입자는 단독으로 이용되어도 되고, 2 종류 이상이 병용되어도 된다.

[0027] 심재 입자의 표면에 니켈 피막을 형성하는 방법으로는, 특별히 한정되지 않고, 예를 들어 무전해 도금, 전기 도금, 용융 도금, 증착 등의 방법을 들 수 있다. 심재 입자가 수지 입자 등의 비도전성인 경우에는, 무전해 도금에 의해 형성하는 방법이 바람직하게 사용된다.

[0028] 심재 입자의 표면에 니켈 피막이 형성된 입자로는, 통상의 분산 수법에 의해 수중에 혼탁시킬 수 있는 것이면 그 형상은 특별히 한정되는 것이 아니고, 예를 들어 구상, 섬유상, 중공상, 침상 등의 특정한 형상을 갖는 입자이어도 되고, 부정 형상의 입자이어도 된다. 그 중에서도, 양호한 전기적 접속을 얻기 위해 심재 입자의 표면에 니켈 피막이 형성된 입자는 구상이 바람직하다.

[0029] 심재 입자의 표면에 니켈 피막이 형성된 입자의 입경은, 특별히 한정되는 것은 아니지만, $1 \sim 100\mu\text{m}$ 가 바람직

하고, 2 ~ 20 μ m 가 보다 바람직하다.

[0030] 본 발명의 도전성 미립자는, 상기 니켈 피막을 하지로 하여, 그 표면에 무전해 금 도금에 의해 금 피막이 형성된 것이고, 도전성 미립자를, 질산을 이용하여 용출 시험을 실시했을 때의, 니켈의 용출량이 30 ~ 100 μ g/g 이어야 한다.

[0031] 본 발명의 도전성 미립자를, 질산을 이용하여 용출 시험을 실시했을 때의, 니켈의 용출량이 30 ~ 100 μ g/g 이면, 무전해 금 도금에 의해 형성된 금 피복에, 하지 니켈 피복의 용해에 기인하는 세공 (핀홀) 이 거의 없는 도전성 미립자를 얻을 수 있다. 따라서, 금 피막의 세공이 적어 우수한 도전성을 갖는 도전성 미립자가 된다.

[0032] 본 발명에 있어서, 질산을 이용한 용출 시험은 금 도금이 실시된 도전성 미립자를, 1 중량% 의 질산 용액에 15분간 침지하여 용출된 니켈량을 중화 적정에 의해 측정하는 방법에 의해 실시할 수 있다. 구체적으로는, 예를 들어 시료 1g 을 1 중량% 의 질산 용액에 침지하고, 용해된 니켈을 중화 적정에 의해 니켈 용해량을 조사함으로써 실시할 수 있다.

[0033] 니켈 피막의 표면에 무전해 금 도금에 의해 금 피막을 형성하는 방법으로는, 니켈의 용출량이 30 ~ 100 μ g/g 이 되는 방법이면 특별히 한정되지 않지만, 금 피막의 세공을 적게 할 수 있으므로, 예를 들어 하지 촉매형의 환원형 무전해 금 도금에 의한 방법이 바람직하게 사용된다. 또, 하지 촉매형의 환원형 무전해 금 도금에 의한 방법에 추가하여, 예를 들어 자기 촉매형의 환원형 무전해 금 도금에 의한 방법, 및 치환형 무전해 금 도금에 의한 방법 중 적어도 어느 하나의 방법을 병용해도 된다.

[0034] 상기의, 하지 촉매형의 환원형 무전해 금 도금에 의한 방법은, 하지 니켈 피막의 표면에서 산화 반응을 일으키고, 석출 금속인 금의 표면에서는 산화 반응을 일으키지 않는 환원제를 하지 니켈 피막의 표면에 존재시키고, 금염을 환원시켜 금을 석출시킴으로써 금 피막을 형성하는 방법이다.

[0035] 상기의, 하지 촉매형의 환원형 무전해 금 도금에 의하면, 치환형 무전해 금 도금과 같이, 용출된 하지 니켈 이온에 의해 도금욕이 오염되지 않고, 또 자기 촉매형의 환원형 무전해 금 도금과 같이, 도금욕 중에 금이 분해석출되지 않아 도금욕의 안정성은 양호해진다.

[0036] 상기 금염으로는 특별히 한정되지 않고, 예를 들어 $KAu(CN)_2$ 등의 시안화 금, $NaAuCl_4 \cdot 2H_2O$ 등의 염화 금나트륨, 염화 금산 등의 할로겐화 금염, 아황산 금 등의 노시안계 금염 등을 들 수 있다.

[0037] 상기 노시안계 금염을 이용함으로써, 노시안계 무전해 금 도금을 실시할 수 있어, 시안욕과 같이 강알칼리로 사용되지 않기 때문에 심재 입자 등으로의 침식이 없어 환경도 배려한 것이 된다. 상기 노시안계 금염 중에서도, 양호한 금 도금 피막을 형성할 수 있는 점에서 염화 금 나트륨, 염화 금산 등의 염화 금염이 바람직하다.

[0038] 따라서, 본 발명의 도전성 미립자의 제조 방법은, 하지 니켈 피막의 표면에서 산화 반응을 일으키고, 석출 금속인 금의 표면에서는 산화 반응을 일으키지 않는 환원제를 하지 니켈 피막의 표면에 존재시키고, 염화 금 나트륨을 환원시켜 금을 석출시키는 것이 바람직하다.

[0039] 상기의, 도전성 미립자의 제조 방법 또한 본 발명의 하나이다.

[0040] 다음으로, 하지 촉매형의 환원형 무전해 금 도금의 구체적인 방법에 대해 설명한다.

[0041] 상기의, 하지 촉매형의 환원형 무전해 금 도금에 의한 방법은 하지인 니켈 피막의 니켈을 촉매로 하여 금 도금 피막을 석출시키는 방법이다.

[0042] 하지를 촉매로 하고 있는 금 도금 방법이기 때문에, 한번 금 도금이 실시된 부위에는 금 도금이 실시되지 않는다는 점에서 매우 균일하고 일정한 금 도금 막두께를 갖는 도전성 미립자를 얻을 수 있다.

[0043] 하지인 니켈 피막으로는, 예를 들어 순수 니켈 금속 피막 뿐만 아니라, 니켈-인 합금 피막, 니켈-붕소 합금 피막 등을 들 수 있다.

[0044] 상기 니켈-인 합금 피막의 인 함유량으로는, 특별히 한정되지 않지만, 0.5 ~ 15 중량% 가 바람직하다.

[0045] 또, 상기 니켈-붕소 합금 피막의 붕소 함유량으로는, 특별히 한정되지 않지만, 0.5 ~ 3 중량% 가 바람직하다.

- [0046] 하지 촉매형의 환원형 무전해 금 도금용으로는, 예를 들어 염화 금염을 기본으로 하는 도금용에 착화제로서 티오황산염, 환원제로서 아황산염, 및 완충제로서 인산수소암모늄이 첨가된 도금용 등을 들 수 있다. 또한, 상기 도금용에 히드록실아민이 첨가된 도금용은 보다 균일한 금 석출이 가능한 점에서 보다 바람직하게 사용된다.
- [0047] 상기 티오황산염 중에서도 티오황산암모늄이 바람직하다. 또, 상기 아황산염 중에서도 아황산 암모늄이 바람직하다.
- [0048] 상기 도금용 중의 염화 금염의 농도는 $0.01 \sim 0.1\text{mol/L}$ 이 바람직하고, $0.01 \sim 0.03\text{mol/L}$ 이 보다 바람직하다.
- [0049] 상기 도금용 중의 착화제로서 티오황산염의 농도는 $0.08 \sim 0.8\text{mol/L}$ 이 바람직하고, $0.08 \sim 0.24\text{mol/L}$ 이 보다 바람직하다.
- [0050] 상기 도금용 중의 환원제로서 아황산염의 농도는 $0.3 \sim 2.4\text{mol/L}$ 이 바람직하고, $0.3 \sim 1\text{mol/L}$ 이 보다 바람직하다.
- [0051] 상기 도금용 중의, 금 석출을 안정시키는 히드록실아민의 농도는 $0.1 \sim 0.3\text{mol/L}$ 이 바람직하고, $0.1 \sim 0.15\text{mol/L}$ 이 보다 바람직하다.
- [0052] 또, 상기 도금용 중의, pH 를 조정하기 위한 pH 조정제로는, 예를 들어 알칼리성측으로 조정하는 경우에는 수산화 나트륨, 암모니아 등을 들 수 있고, 그 중에서도 수산화 나트륨이 바람직하고, 산성측으로 조정하는 경우에는 황산, 염산 등을 들 수 있고, 그 중에서도 황산이 바람직하다.
- [0053] 상기 도금용의 pH 는 반응 구동력을 높이기 위해 높은 것이 좋고, $8 \sim 10$ 이 바람직하다.
- [0054] 또한, 상기 도금용의 욕온은 반응 구동력을 높이기 위해 높은 것이 좋은데, 너무 높으면 욕분해가 일어나는 경우가 있기 때문에 $50 \sim 70^\circ\text{C}$ 가 바람직하다.
- [0055] 또, 상기 도금용은 수용액 중에 입자가 균일하게 분산되어 있지 않으면 반응에 의한 응집이 생기기 쉬워지므로, 입자를 균일하게 분산시키고, 응집을 일으키지 않도록 초음파 및 교반기의 적어도 어느 하나를 이용하여 분산시키는 것이 바람직하다.
- [0056] 또한, 상기와 같이 물리적인 방법으로 응집을 억제할 뿐만 아니라, 화학적으로 응집을 억제하기 위해, 폴리에틸렌글리콜 등의 계면 활성제를 병용하는 것이 보다 바람직하다.
- [0057] 본 발명의 이방성 도전 재료는 상기 기술한 본 발명의 도전성 미립자가 수지 바인더에 분산되어 이루어지는 것이다.
- [0058] 상기 이방성 도전 재료로는, 본 발명의 도전성 미립자가 수지 바인더에 분산되어 있으면 특별히 한정되는 것이 아니고, 예를 들어 이방성 도전 페이스트, 이방성 도전 잉크, 이방성 도전 점접착제, 이방성 도전 필름, 이방성 도전 시트 등을 들 수 있다.
- [0059] 본 발명의 이방성 도전 재료의 제작 방법으로는, 특별히 한정되는 것은 아니지만, 예를 들어 절연성 수지 바인더 중에 본 발명의 도전성 미립자를 첨가하고, 균일하게 혼합하여 분산시키고, 예를 들어 이방성 도전 페이스트, 이방성 도전 잉크, 이방성 도전 점접착제 등으로 하는 방법이나, 절연성 수지 바인더 중에 본 발명의 도전성 미립자를 첨가하고, 균일하게 혼합하여 도전성 조성물을 제작한 후, 이 도전성 조성물을 필요에 따라 유기 용매 중에 균일하게 용해(분산)시키거나, 또는 가열 용융시켜 이형지나 이형 필름 등의 이형재의 이형 처리면에 소정의 필름 두께가 되도록 도포하고, 필요에 따라 건조나 냉각 등을 실시하여, 예를 들어 이방성 도전 필름, 이방성 도전 시트 등으로 하는 방법 등을 들 수 있고, 제작하고자 하는 이방성 도전 재료의 종류에 대응하여 적당한 제작 방법을 취하면 된다. 또, 절연성 수지 바인더와, 본 발명의 도전성 미립자를 혼합하지 않고 따로 따로 이용하여 이방성 도전 재료로 해도 된다.
- [0060] 상기 절연성 수지 바인더의 수지로는, 특별히 한정되는 것은 아니지만, 예를 들어 아세트산 비닐계 수지, 염화 비닐계 수지, 아크릴계 수지, 스티렌계 수지 등의 비닐계 수지 ; 폴리올레핀계 수지, 에틸렌-아세트산 비닐 공중합체, 폴리아미드계 수지 등의 열가소성 수지 ; 애폭시계 수지, 우레탄계 수지, 폴리이미드계 수지, 불포화 폴리에스테르계 수지 및 이들의 경화제로 이루어지는 경화성 수지 ; 스티렌-부타디엔-스티렌 블록 공중합체, 스티렌-이소프렌-스티렌 블록 공중합체, 이들의 수소 첨가물 등의 열가소성 블록 공중합체 ; 스티렌-부타디엔 공중합 고무, 클로로프렌 고무, 아크릴로니트릴-스티렌 블록 공중합 고무 등의 엘라스토머류(고무류) 등을 들 수

있다. 이들 수지는 단독으로 이용되어도 되고, 2 종 이상이 병용되어도 된다. 또, 상기 경화성 수지는 상온 경화형, 열경화형, 광경화형, 습기 경화형 등의 어느 경화 형태이어도 된다.

[0061] 본 발명의 이방성 도전 재료에는 절연성 수지 바인더, 및 본 발명의 도전성 미립자에 첨가하는 데에 있어서, 본 발명의 과제 달성을 저해하지 않는 범위에서 필요에 따라, 예를 들어 중량제, 연화제 (가소제), 점접착성 향상제, 산화 방지제 (노화 방지제), 열안정제, 광안정제, 자외선 흡수제, 착색제, 난연제, 유기 용매 등의 각종 첨가제의 1 종 또는 2 종 이상이 병용되어도 된다.

발명의 효과

[0063] 본 발명의 도전성 미립자는 상기 기술한 구성으로 이루어지므로, 금 피막의 세공이 적어 우수한 도전성을 갖는 것을 얻는 것이 가능해졌다. 또, 본 발명의 도전성 미립자의 제조 방법은, 금 피막의 세공이 적어 우수한 도전성을 갖는 도전성 미립자를, 도금욕의 안정성이 우수하고, 노시안계에서 얻는 것이 가능해졌다. 또한, 본 발명의 도전성 미립자를 이용한 이방성 도전 재료는 우수한 도전성을 갖는 것이 되었다.

발명을 실시하기 위한 최선의 형태

[0065] 이하, 실시예를 들어 본 발명을 보다 상세하게 설명한다. 또한, 본 발명은 이하의 실시예로 한정되는 것은 아니다.

실시예

(실시예 1)

[0067] 입경 $4\mu\text{m}$ 인 디비닐벤젠계 중합체 수지 입자 (세키스이 화학 공업사 제조) 를, 이온 흡착제의 10 중량% 용액으로 5 분간 처리하고, 그 후, 황산 팔라듐 0.01 중량% 수용액으로 5 분간 처리하고, 추가로 디메틸아민보란을 첨가하여 환원 처리를 실시하고, 여과, 세정하고, 니켈 도금액에 담궈 반응시킴으로써, 니켈 도금이 실시된 미립자를 얻었다.

[0068] 다음으로, 염화 금 나트륨 10g 과 이온 교환수 1000mL 를 함유하는 용액을 조정하고, 얻어진 니켈 도금이 실시된 미립자 10g 을 혼합하여 수성 혼탁액을 조정하였다.

[0069] 얻어진 수성 혼탁액에, 티오황산암모늄 30g, 아황산 암모늄 80g, 및 인산수소암모늄 40g 을 투입하여 도금액을 조제하였다.

[0070] 얻어진 도금액에 히드록실아민 10g 을 투입한 후, 암모니아를 이용하여 pH 를 10 으로 맞추고, 옥온을 60°C 로 하고, 15 ~ 20 분 정도 반응시킴으로써 금 피복이 형성된 도전성 미립자를 얻었다.

[0071] 얻어진 도전성 미립자를 1 중량% 의 질산 용액에 15 분간 침지하고, 용출된 니켈량을 중화 적정에 의해 측정하고, 질산을 이용한 용출 시험을 실시한 결과, 니켈의 용출량은 52 $\mu\text{g}/\text{g}$ 이었다.

(실시예 2)

[0073] 실시예 1 에서 얻어진 니켈 도금이 실시된 미립자에, 염화 금산 16g 과 이온 교환수 1000mL 를 함유하는 용액을 조제하고, 얻어진 니켈 도금이 실시된 미립자 10g 을 혼합하여 수성 혼탁액을 조제하였다.

[0074] 얻어진 수성 혼탁액에, 티오황산암모늄 30g, 아황산 암모늄 80g, 및 인산수소암모늄 40g 을 투입하여 도금액을 조제하였다. 얻어진 도금액에 아미노피리딘 5g 을 투입한 후, 암모니아를 이용하여 pH7 로 맞추고, 옥온을 60°C 로 하고, 15 ~ 20 분 정도 반응시킴으로써 금 피복이 형성된 도전성 미립자를 얻었다.

[0075] 얻어진 도전성 미립자를 1 중량% 의 질산 용액에 15 분간 침지하고, 용출된 니켈량을 중화 적정에 의해 측정하고, 질산을 이용한 용출 시험을 실시한 결과, 니켈의 용출량은 52 $\mu\text{g}/\text{g}$ 이었다.

(비교예 1)

[0077] 실시예 1 과 동일하게 하여 니켈 도금이 실시된 미립자를 얻었다.

[0078] 다음으로, 시안화 금칼륨 7g 과 이온 교환수 1000mL 를 함유하는 용액을 조제하고, 얻어진 니켈 도금이 실시된 미립자 10g 을 혼합하여 수성 혼탁액을 조제하였다.

[0079] 얻어진 수성 혼탁액에, EDTA?4Na 30g, 및 시트르산 1 수화물 20g 을 투입하여 도금액을 조제하였다.

[0080] 얻어진 도금액을, 암모니아로 pH 를 5.5 로 맞추고, 옥온을 70°C 로 하고, 20 ~ 30 분 정도 반응시킴으로써,

치환 금 도금으로 금 피복이 형성된 도전성 미립자를 얻었다.

[0081] 얻어진 도전성 미립자를, 실시예 1 과 동일하게 하여 질산을 이용한 용출 시험을 실시한 결과, 니켈의 용출량은 $213\mu\text{g/g}$ 이었다.

[0082] (실시예 3)

[0083] 수지 바인더의 수지로서 에폭시 수지 (유카 웰에폭시사 제조, 「에피코트 828」) 100 중량부, 트리스디메틸아미노에틸페놀 2 중량부, 및 톨루엔 100 중량부에, 실시예 1에서 얻어진 도전성 미립자를 첨가하고, 유성식 교반기를 이용하여 충분히 혼합한 후, 이형 필름 상에 건조 후의 두께가 $7\mu\text{m}$ 가 되도록 도포하고, 톨루엔을 증발시켜 도전성 미립자를 함유하는 접착 필름을 얻었다. 또한, 도전성 미립자의 배합량은 필름 중의 함유량이 5 만개/ cm^2 로 하였다.

[0084] 그 후, 도전성 미립자를 함유하는 접착 필름을, 도전성 미립자를 함유시키지 않고 얻은 접착 필름과 상온에서 접착하여 두께 $17\mu\text{m}$ 이고 2 층 구조인 이방성 도전 필름을 얻었다.

[0085] (비교예 2)

[0086] 비교예 1에서 얻어진 도전성 미립자를 첨가한 것 이외에는 실시예 3과 동일하게 하여 이방성 도전 필름을 얻었다.

[0087] (이방성 도전 재료의 도전성 평가)

[0088] 얻어진 이방성 도전 필름을 $5 \times 5\text{mm}$ 의 크기로 절단하였다. 또, 일방에 저항 측정용 주회선을 갖는, 폭 $200\mu\text{m}$, 길이 1mm , 높이 $0.2\mu\text{m}$, L/S $20\mu\text{m}$ 의 알루미늄 전극이 형성된 유리 기판을 2 장 준비하였다. 이방성 도전 필름을 일방의 유리 기판의 대략 중앙에 접착한 후, 타방의 유리 기판을 이방성 도전 필름이 접착된 유리 기판의 전극 패턴과 겹쳐지도록 위치를 맞춰 접착하였다.

[0089] 2 장의 유리 기판을, 압력 10N, 온도 180°C 의 조건에서 열압착한 후, 전극간의 저항값을 측정하였다. 실시예 3, 비교예 2에서 얻어진 이방성 도전 필름에 대해 각각 측정하였다.

[0090] 또, 제작한 시험편에 대해서 PCT 시험 (80°C , 95%RH의 고온 고습 환경 하에서 1000 시간 유지) 을 실시한 후, 전극간의 저항값을 측정하였다.

[0091] 평가 결과를 표 1에 나타낸다.

표 1

	전극간의 저항값 (Ω) (통상)	전극간의 저항값 (Ω) (PCT 시험후) (80°C , 95%RH, 1000 시간후)	평가
실시예 3	2.7	6.2	○
비교예 2	12.3	32.1	×

[0093] 표 1로부터, 실시예 1에서 얻어진 도전성 미립자를 이용한 실시예 3의 이방성 도전 필름은, 비교예 1에서 얻어진 도전성 미립자를 이용한 비교예 2의 이방성 도전 필름에 비해 접속 저항값이 낮다. 또, PCT 시험 후의 저항값의 상승 정도는 실시예 3이 비교예 2에 비해 낮다. 낮은 저항값의 요인은 금 도금 피막의 세공이 적기 때문인 것으로 생각된다.

산업상 이용 가능성

[0094] 본 발명에 의하면, 금 피막의 세공이 적어 우수한 도전성을 갖는 도전성 미립자, 도금의 안정성이 우수하고, 노시안계인 그 도전성 미립자의 제조 방법, 및 그 도전성 미립자를 이용한 이방성 도전 재료를 제공할 수 있다.