



**(19) 대한민국특허청(KR)**  
**(12) 등록특허공보(B1)**

(45) 공고일자 2020년01월02일  
(11) 등록번호 10-2061720  
(24) 등록일자 2019년12월26일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
B22F 9/24 (2006.01) B22F 1/02 (2006.01)  
C03C 8/14 (2006.01) H01B 1/22 (2006.01)  
(52) CPC특허분류  
B22F 9/24 (2013.01)  
B22F 1/02 (2013.01)  
(21) 출원번호 10-2017-0143177  
(22) 출원일자 2017년10월31일  
심사청구일자 2017년10월31일  
(65) 공개번호 10-2019-0048316  
(43) 공개일자 2019년05월09일  
(56) 선행기술조사문헌  
KR1020070085446 A\*  
(뒷면에 계속)

(73) 특허권자  
엘에스니꼬동제련 주식회사  
울산광역시 울주군 온산읍 산암로 148  
(72) 발명자  
이미영  
부산광역시 해운대구 세실로 174,103-1602 (좌동, 삼성아파트)  
김영환  
경상북도 구미시 형곡로36길 15-3(형곡동, 효성장미빌라2차) 304호  
(뒷면에 계속)  
(74) 대리인  
특허법인 태웅

전체 청구항 수 : 총 8 항

심사관 : 정영훈

**(54) 발명의 명칭 표면 처리된 은 분말 및 이의 제조방법**

**(57) 요약**

본 발명은 은 분말의 표면처리방법 및 표면처리된 은 분말 제조방법으로서, 은 분말을 음이온계 계면활성제를 포함하는 제1 처리제 및 지방산 또는 지방산염을 포함하는 제2 처리제를 이용하여 표면처리함으로써 칩소비가 낮고 이를 포함하는 도전성 페이스트를 제공하여 고속인쇄 및 미세패턴 인쇄에 유리한 도전성 페이스트를 제공한다.

(52) CPC특허분류

*C03C 8/14* (2013.01)

*H01B 1/22* (2013.01)

*B22F 2301/255* (2013.01)

(72) 발명자

**진우민**

울산광역시 울주군 온산읍 신온7길 14

**강태훈**

울산광역시 남구 남산로12번길 7-7 태화강서희스타  
힐스

**최재원**

부산광역시 기장군 기장읍 기장대로 82-8, 111동  
1004호

**이창근**

울산광역시 울주군 온산읍 신온7길 14, 102-203호

(56) 선행기술조사문헌

KR1020140093670 A

JP2000231828 A

KR1020120099587 A\*

KR1020170019727 A\*

\*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

## 명세서

### 청구범위

#### 청구항 1

용제에 은 분말을 분산시키고 음이온계 계면활성제를 포함하는 제1 처리제를 넣고 혼합 교반하여 은 분말에 코팅시키는 제1 표면처리단계(S41); 및

상기 제1 처리제가 코팅된 은 분말의 표면에 지방산 또는 지방산염을 포함하는 제2 처리제가 코팅되도록 표면처리하는 제2 표면처리단계(S42);를 포함하고,

상기 음이온계 계면활성제는 방향족 알코올 포스페이트(Aromatic alcohol phosphate), 지방족 알코올 포스페이트(Fatty alcohol phosphate), 디알킬 설푸석시네이트(Dialkyl sulfosuccinate) 및 폴리펩티드(Polypeptide)로 구성되는 군에서 선택되는 어느 1종 이상을 포함하고,

상기 제1 표면처리단계(S41)는 은 분말 100 중량부에 대하여 상기 제1 처리제가 0.1 내지 2.0 중량부로 혼합되고, 상기 제2 표면처리단계(S42)는 상기 제1 처리제로 코팅된 은 분말 100 중량부에 대하여 상기 제2 처리제가 0.1 내지 1.0 중량부로 혼합되는,

은 분말의 표면처리방법.

#### 청구항 2

제1항에 있어서,

상기 지방산은 라우르산(lauric acid), 미리스틴산(myristic acid), 팔미틴산(palmitic acid), 스테아린산(Stearic Acid), 베헨산(behenic acid), 올레인산(oleic acid), 리놀산(linolic acid) 및 아라키돈산(arachidonic acid)으로 구성되는 군에서 선택되는 적어도 1종 이상을 포함하는,

은 분말의 표면처리방법.

#### 청구항 3

제1항에 있어서,

상기 지방산염은 지방산이 수산화칼슘(calcium hydroxide), 수산화나트륨(sodium hydroxide), 암모니아(ammonia), 메틸아민(methylamine), 디에틸아민(dimethylamine), 트리메틸아민(trimethylamine), 에틸아민(ethylamine), 디에틸아민(diethylamine), 트리에틸아민(triethylamine), 에탄올아민(ethanolamine), 디에탄올아민(diethanolamine) 또는 트리에탄올아민(triethanolamine)과 염을 형성한 지방산염을 포함하는,

은 분말의 표면처리방법.

#### 청구항 4

제1항에 있어서,

상기 제1 표면처리단계(S41)는 용제에 은 분말을 넣어 분산시킨 은 분말 분산액을 제조하고, 용제에 상기 제1 처리제를 넣고 교반하여 제1 코팅액을 제조한 후, 상기 은 분말 분산액에 상기 제1 코팅액을 넣고 혼합 교반하는 단계인,

은 분말의 표면처리방법.

#### 청구항 5

제1항에 있어서,

상기 제2 표면처리단계(S42)는 상기 제1 처리제가 코팅된 은 분말을 용제에 분산시킨 후 제2 처리제를 포함하는 알코올 용액을 첨가하고 교반하는 단계인,

은 분말의 표면처리방법

#### 청구항 6

제1항 내지 제5항 중 어느 한 항의 은 분말의 표면처리방법으로 처리된, 평균 입자 크기(D50)가 1.0 내지 3.0  $\mu$ m 인 도전성 페이스트용 은 분말로서,

상기 은 분말, 용제, 유기 바인더, 및 유리프릿을 포함하는 도전성 페이스트를 제조한 후,

상기 도전성 페이스트를 25℃에서 점도(Pa·s)를 측정한 경우, 10rpm에서 측정된 점도에 대한 1rpm에서 측정된 점도의 비가 0.8 내지 1.5인 도전성 페이스트용 은 분말.

#### 청구항 7

제6항에 있어서,

상기 도전성 페이스트는 25℃에서 점도(Pa·s)를 측정한 경우,

10rpm에서 측정된 점도가 350 내지 500 Pa·s 인,

도전성 페이스트용 은 분말.

#### 청구항 8

제6항의 도전성 페이스트용 은 분말;

유리 프릿; 및

용제 및 유기 바인더를 포함하는 유기 비히클;을 포함하는 태양전지 전극용 도전성 페이스트.

#### 청구항 9

삭제

#### 청구항 10

삭제

#### 청구항 11

삭제

#### 청구항 12

삭제

#### 청구항 13

삭제

#### 청구항 14

삭제

**발명의 설명**

**기술 분야**

[0001] 본 발명은 표면 처리된 은 분말 및 이의 제조방법에 관한 것으로서, 태양전지용 전극이나 적층 콘덴서의 내부전극, 회로 기판의 도체 패턴 등 전자 부품에서 전극을 형성시키기 위한 도전성 페이스트에 사용되기 적합한 은 분말 및 이의 제조방법에 관한 것이다.

**배경 기술**

[0002] 도전성 금속 페이스트는 도막 형성이 가능한 도포 적성을 갖고 건조 또는 소성된 도막에 전기가 흐르는 페이스트로서, 수지계 바인더와 용매로 이루어지는 비히클 중에 도전성 필러(금속 필러) 단독 또는 글라스 프릿과 함께 분산시킨 유동성 조성물이며, 전기 회로의 형성이나 세라믹 콘덴서의 외부 전극의 형성 등에 널리 사용되고 있다.

[0003] 특히, 은 페이스트(Silver Paste)는 복합계 도전성 페이스트 중에서 가장 화학적으로 안정하고 도전성이 우수하여 전도성 접착 및 코팅용 그리고 미세회로 형성 등 여러 분야에 있어서 상당히 그 응용범위가 넓다. PCB(Printed Circuit Board) 등과 같은 신뢰성을 특별히 중요시하는 전자부품에 있어서 은 페이스트의 용도는 STH(Silver Through Hole)용 접착 또는 코팅재 등으로 사용되며, 적층 콘덴서에서는 내부전극용으로, 최근에는 실리콘계 태양전지에서 전극 재료로 널리 사용되고 있다.

[0004] 더욱 구체적으로 태양전지의 전면전극은 주로 은(Ag) 분말을 주재료로 한 도전성 페이스트가 반사 방지막상에 그리드 패턴(grid pattern)으로 인쇄된 다음, 소결되어 형성된다. 이때, 전면 전극은 열처리를 통한 소결 과정에서 반사 방지막을 침투하여 N형 실리콘층과 오믹 컨택(ohmic contact)을 형성함으로써, 태양전지의 직렬 저항을 낮춰 변환 효율을 상승시킨다.

[0005] 도전성 페이스트의 유변물성(rheology)은 인쇄 특성(도포 적성)을 결정짓는 주요 인자인데, 전자부품의 소형화가 진행되고, 전극 패턴의 고밀도화나 미세패턴화에 대응하기 위해서는 인쇄 특성에 영향을 주는 도전성 페이스트의 유변물성이 중요하며, 특히 태양전지용 스크린 인쇄된 전극은 전극의 좁은 선포와 높은 두께, 즉 종횡비(aspect ratio)의 증가를 요구하기 때문에 도전성 페이스트의 유변물성이 더욱 중요하다.

[0006] 도전성 페이스트를 구성하고 있는 필러, 수지계 바인더, 용제, 첨가제 등의 상호작용에 의해 형성되는 망목(Network) 구조에 의해 유변물성을 포함하는 특성이 달라지게 된다. 특히 도전성 페이스트에 가장 많은 양을 차지하는 은 분말은 그 표면에 코팅된 표면처리제의 종류 및 함량에 따라 은 분말과 다른 구성 성분들과의 상호작용력을 다르게 하여 형성되는 망목 구조의 형태를 결정 짓는데 중요한 역할을 하게 된다. 따라서 페이스트의 인쇄 특성 및 유변 물성을 제어하기 위해서는 은 분말의 표면처리제 종류 및 함량에 따른 표면 화학적 특성을 제어하는 기술이 필요하게 된다.

[0007] 종래 선행 특허(일본공개 특허 제2016-33259호)에서는 스크린 인쇄를 통한 미세 패턴 형성을 위해 칩소비(낮은 rpm 점도/높은 rpm 점도)가 높은 도전성 페이스트를 얻을 수 있는 은가루 및 그 제조 방법을 제공하고 있다.

[0008] 그러나 최근에는 태양전지용 스크린 인쇄의 인쇄 속도가 고속화되고, 패턴도 더욱 미세화 되면서 도전성 페이스트의 판 빠짐성이 중요한 특징이 되고, 이로 인해 높은 칩소비를 갖는 도전성 페이스트의 경우, 페이스트의 슬립(Slip)성이 감소하고 끈적임(tacky)이 증가하여 인쇄 품질이 저하되는 문제점이 있다.

**발명의 내용**

**해결하려는 과제**

[0009] 본 발명은 상기와 같은 문제점을 해결하기 위하여 도전성 페이스트에 사용되는 은 분말의 표면처리방법을 제공함으로써, 상기 표면 처리된 은 분말을 포함하여 높은 rpm 점도에 대한 낮은 rpm 점도의 비율인 칩소비가 낮고 고속인쇄 및 미세패턴 인쇄에 유리한 도전성 페이스트를 제공하는 것이다.

[0010] 그러나 본 발명의 목적들은 상기에 언급된 목적으로 제한되지 않으며, 언급되지 않은 또 다른 목적들은 아래의 기재로부터 당업자에게 명확하게 이해될 수 있을 것이다.

**과제의 해결 수단**

- [0011] 본 발명은 용제에 은 분말을 분산시키고 음이온계 계면활성제를 포함하는 제1 처리제를 넣고 혼합 교반하여 은 분말에 코팅시키는 제1 표면처리단계(S41); 및 상기 제1 처리제가 코팅된 은 분말의 표면에 지방산 또는 지방산염을 포함하는 제2 처리제가 코팅되도록 표면처리하는 제2 표면처리단계(S42);를 포함하는 은 분말의 표면처리 방법을 제공한다.
- [0012] 또한 상기 음이온계 계면활성제는 방향족 알코올 포스페이트(Aromatic alcohol phosphate), 지방족 알코올 포스페이트(Fatty alcohol phosphate), 디알킬 설푸석시네이트(Dialkyl sulfosuccinate) 및 폴리펩티드(Polypeptide)로 구성되는 군에서 선택되는 어느 1종 이상을 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [0013] 또한 상기 지방산은 라우르산(lauric acid), 미리스틴산(myristic acid), 팔미틴산(palmitic acid), 스테아린산(Stearic Acid), 베헨산(behenic acid), 올레인산(oleic acid), 리놀산(linolic acid) 및 아라키돈산(arachidonic acid)으로 구성되는 군에서 선택되는 적어도 1종 이상을 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [0014] 또한 상기 지방산염은 지방산이 수산화칼슘(calcium hydroxide), 수산화나트륨(sodium hydroxide), 암모니아(ammonia), 메틸아민(methylamine), 디에틸아민(dimethylamine), 트리메틸아민(trimethylamine), 에틸아민(ethylamine), 디에틸아민(diethylamine), 트리에틸아민(triethylamine), 에탄올아민(ethanolamine), 디에탄올아민(diethanolamine) 또는 트리에탄올아민(triethanolamine)과 염을 형성한 지방산염을 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [0015] 또한 상기 제1 표면처리단계(S41)는 용제에 은 분말을 넣어 분산시킨 은 분말 분산액을 제조하고, 용제에 상기 제1 처리제를 넣고 교반하여 제1 코팅액을 제조한 후, 상기 은 분말 분산액에 상기 제1 코팅액을 넣고 혼합 교반하는 단계인 것을 특징으로 한다.
- [0016] 또한 상기 제1 표면처리단계(S41)는 은 분말 100 중량부에 대하여 상기 제1 처리제가 0.1 내지 2 중량부로 혼합되도록 은 분말 분산액 및 제1 코팅액을 혼합하는 단계인 것을 특징으로 한다.
- [0017] 또한 상기 제2 표면처리단계(S42)는 상기 제1 처리제가 코팅된 은 분말을 용제에 분산시킨 후 제2 처리제를 포함하는 알코올 용액을 첨가하고 교반하는 단계인 것을 특징으로 한다.
- [0018] 또한 상기 제2 표면처리단계(S42)는 상기 제1 처리제로 코팅된 은 분말 100 중량부에 대하여 상기 제2 처리제가 0.1 내지 1.0 중량부로 혼합되도록 제2 처리제를 포함하는 알코올 용액을 첨가하는 단계인 것을 특징으로 한다.
- [0019] 또한 본 발명은 은 이온, 암모니아(NH<sub>3</sub>) 및 질산(HNO<sub>3</sub>)을 포함하는 제1 반응액 및 환원제를 포함하는 제2 반응액을 제조하는 반응액제조단계(S21) 및 제1 반응액 및 제2 반응액을 반응시켜 은 분말을 얻는 석출단계(S22)를 포함하는 은 염 환원단계(S2); 및 상기 얻어진 은 분말을 음이온계 계면활성제를 포함하는 제1 처리제를 이용하여 1차 처리하고, 지방산 또는 지방산염을 포함하는 제2 처리제를 이용하여 2차 처리하는 표면처리단계(S4);를 포함하는 표면 처리된 은 분말을 제조하는 은 분말 제조방법을 제공한다.
- [0020] 또한 본 발명은 평균 입자 크기(D50)가 1.0 내지 3.0 μm 인 은 분말로서, 상기 은 분말은 음이온계 계면활성제를 포함하는 제1 처리제를 이용하여 1차 표면처리되고, 지방산 또는 지방산염을 포함하는 제2 처리제를 이용하여 2차 표면처리된 은 분말인 도전성 페이스트용 은 분말을 제공한다.
- [0021] 또한 본 발명은 상기 도전성 페이스트용 은 분말을 포함하는 금속 분말; 및
- [0022] 용제 및 유기 바인더를 포함하는 유리 비히클; 을 포함하는 도전성 페이스트를 제공한다.
- [0023] 또한 상기 도전성 페이스트는 25℃에서 점도(Pa·s)를 측정할 경우, 10rpm에서 측정된 점도에 대한 1rpm에서 측정된 점도의 비가 0.8 내지 1.5 인 것을 특징으로 한다.
- [0024] 또한 상기 도전성 페이스트는 25℃에서 점도(Pa·s)를 측정할 경우, 10rpm에서 측정된 점도가 350 내지 500 Pa·s 인 것을 특징으로 한다.
- [0025] 또한 상기 도전성 페이스트용 은 분말을 포함하는 금속 분말; 유리 프릿; 및 용제 및 유기 바인더를 포함하는 유기 비히클;을 포함하는 태양전지 전극용 도전성 페이스트를 제공한다.

**발명의 효과**

- [0026] 본 발명은 은 분말을 음이온계 계면활성제를 포함하는 제1 처리제 및 지방산 또는 지방산염을 포함하는 제2 처리제를 이용하여 표면처리함으로써 척소비가 낮고, 이를 포함하는 도전성 페이스트를 제공하여 고속인쇄 및 미

세페턴 인쇄에 유리한 도전성 페이스트를 제공할 수 있다.

**발명을 실시하기 위한 구체적인 내용**

- [0027] 이하에 본 발명을 상세하게 설명하기에 앞서, 본 명세서에 사용된 용어는 특정의 실시예를 기술하기 위한 것일 뿐 첨부하는 특허청구의 범위에 의해서만 한정되는 본 발명의 범위를 한정하려는 것은 아님을 이해하여야 한다. 본 명세서에 사용되는 모든 기술용어 및 과학용어는 다른 언급이 없는 한은 기술적으로 통상의 기술을 가진 자에게 일반적으로 이해되는 것과 동일한 의미를 가진다.
- [0028] 본 명세서 및 청구범위의 전반에 걸쳐, 다른 언급이 없는 한 포함(comprise, comprises, comprising)이라는 용어는 언급된 물건, 단계 또는 일군의 물건, 및 단계를 포함하는 것을 의미하고, 임의의 어떤 다른 물건, 단계 또는 일군의 물건 또는 일군의 단계를 배제하는 의미로 사용된 것은 아니다.
- [0029] 한편, 본 발명의 여러 가지 실시예들은 명확한 반대의 지적이 없는 한 그 외의 어떤 다른 실시예들과 결합될 수 있다. 특히 바람직하거나 유리하다고 지시하는 어떤 특징도 바람직하거나 유리하다고 지시한 그 외의 어떤 특징 및 특징들과 결합될 수 있다. 이하, 첨부된 도면을 참조하여 본 발명의 실시예 및 이에 따른 효과를 설명하기로 한다.
- [0030] 본 발명은 제조 과정에서 음이온계 계면활성제를 포함하는 제1 표면처리제 및 지방산 또는 지방산염을 포함하는 제2 표면처리제를 이용하여 은 분말을 표면처리함으로써 제조되는 은 분말을 포함하는 도전성 페이스트의 유변 물성을 제어하여, 고속인쇄 및 미세패턴 인쇄에 특히 적합한 도전성 페이스트를 제공한다.
- [0031] 본 발명의 일실시예에 따른 은 분말의 제조방법은 은 염 제조단계(S1); 은 염 환원단계(S2); 여과 및 세척 등 정제단계(S3); 및 표면처리단계(S4);를 포함하여 이루어진다. 본 발명에 따른 은 분말의 제조방법은 표면처리단계(S4)를 반드시 포함하고, 이외의 단계는 생략 가능하다. 즉 본 발명의 일실시예에 따른 표면처리단계(S4)는 상기 단계를 통해 제조된 은 분말뿐만 아니라 일반적인 방법이나 종래의 방법으로 제조되는 은 분말에도 범용적으로 적용될 수 있다.
- [0032] 본 발명의 일실시예에 따른 은 염 제조단계(S1)는 잉곳, 립, 그래놀 형태의 은(silver, Ag)을 산처리하여 은 이온(Ag<sup>+</sup>)을 포함하는 은 염(silver salt) 용액을 제조하는 단계로서, 본 단계를 거쳐 은 염 용액을 직접 제조하여 은 분말을 제조할 수 있으나, 시중에서 구입한 질산은(AgNO<sub>3</sub>), 은 염 착체 또는 은 중간체 용액을 이용하여 이 후 단계를 진행할 수 있다.
- [0033] 본 발명의 일실시예에 따른 은 염 환원단계(S2)는 은 염 용액에 환원제 및 암모니아를 첨가하여 은 이온을 환원시켜 은 입자(silver particle)를 석출하는 단계로서, 은 이온, 암모니아 및 질산을 포함하는 제1 반응액 및 환원제를 포함하는 제2 반응액을 제조하는 반응액제조단계(S21) 및 제1 반응액 및 제2 반응액을 반응시켜 은 분말을 얻는 석출단계(S22)를 포함한다.
- [0034] 본 발명의 일실시예에 따른 반응액제조단계(S21)는 은 이온을 포함하는 은 염 용액에 암모니아 및 질산을 첨가하고 교반하여 용해시켜 제1 반응액을 제조한다.
- [0035] 상기 은 이온은 은 양이온의 형태로 포함되는 물질이라면 제한되지 않는다. 일례로 질산은(AgNO<sub>3</sub>), 은 염 착체 또는 은 중간체일 수 있다. 바람직하게는 질산은(AgNO<sub>3</sub>)을 사용하는 것이 좋다. 이하 은 이온을 포함하는 질산은(AgNO<sub>3</sub>)을 사용하는 것을 일 예시로 서술한다.
- [0036] 암모니아(NH<sub>3</sub>)는 수용액 형태로 사용될 수 있으며, 25% 암모니아 수용액을 사용하는 경우 질산은(AgNO<sub>3</sub>) 100 중량부에 대하여 100 내지 150 중량부로 첨가한다. 암모니아 수용액이 100 중량부 미만으로 첨가되는 경우 반응 pH가 낮아서 은 이온이 모두 환원되지 않거나, 균일한 입자 분포를 형성시키는데 문제가 있으며, 150 중량부를 초과하여 첨가되는 경우 제조된 은 분말 중 유기물 함량이 지나치게 높아지는 문제점이 있다. 바람직하게는 질산은(AgNO<sub>3</sub>) 100 중량부에 대하여 25% 암모니아 수용액을 120 내지 140 중량부로 첨가하는 것이 좋다. 상기 암모니아는 그 유도체를 포함한다.
- [0037] 질산(HNO<sub>3</sub>)은 수용액 형태로 사용될 수 있으며, 60% 질산 수용액을 사용하는 경우 질산은(AgNO<sub>3</sub>) 100 중량부에 대하여 40 내지 120 중량부로 첨가한다. 질산(HNO<sub>3</sub>)이 40 중량부 미만으로 첨가되는 경우 은 분말의 크기(size)를 조절 하는데 어려움이 있으며, 질산(HNO<sub>3</sub>)이 120 중량부를 초과하여 첨가되는 경우 유기물 함량이 크게 증

가하는 문제점이 있다. 바람직하게는 질산은(AgNO<sub>3</sub>) 100 중량부에 대하여 60% 질산 수용액을 80 내지 100 중량부로 첨가하는 것이 좋다. 상기 질산은 그 유도체를 포함한다.

- [0038] 은 이온, 암모니아 및 질산을 포함하는 제1 반응액은 물 등의 용제에 은 이온, 암모니아 수용액 및 질산 수용액을 첨가하고 교반하여 용해시켜 수용액 상태로 제조될 수 있으며, 또한 슬러리 형태로 제조될 수 있다.
- [0039] 본 발명의 일실시예에 따른 반응액제조단계(S21)는 또한 환원제를 포함하는 제2 반응액을 제조한다.
- [0040] 상기 환원제는 아스코르브산, 알칸올아민, 하이드로퀴논, 히드라진 및 포르말린으로 이루어지는 군으로부터 선택되는 1종 이상일 수 있으며, 이 중에서 하이드로퀴논을 바람직하게 선택할 수 있다. 환원제의 함량은 제1 반응액에 포함되는 질산은(AgNO<sub>3</sub>) 100 중량부에 대하여 10 내지 20 중량부로 포함되는 것이 바람직하다. 10 중량부 미만을 사용하는 경우, 은 이온이 모두 환원되지 않을 수 있고, 20 중량부를 초과하여 사용하는 경우 유기물 함량이 증가하는 문제가 있다. 바람직하게는 질산은 100 중량부에 대하여 환원제를 14 내지 16 중량부 사용하여 제2 반응액을 제조하는 것이 좋다.
- [0041] 환원제를 포함하는 제2 반응액은 물 등의 용매에 환원제를 첨가하고 교반하여 용해시켜 수용액 상태로 제조될 수 있다.
- [0042] 본 발명의 일실시예에 따른 석출단계(S22)는 제1 반응액 및 제2 반응액을 반응시켜 은 분말을 얻는 단계로서, 반응액제조단계(S21)에 의해 제조된 제1 반응액을 교반하는 상태에서 제2 반응액을 천천히 적가하거나, 일괄 첨가하여 반응시킬 수 있다. 바람직하기로는 일괄 첨가한 후 5분 내지 10분간 더 교반하여 혼합액 중에서 입자를 성장시키는 것이 빠른 시간 내에 환원 반응이 일괄 종료되어 입자끼리의 응집을 방지하고 분산성을 높일 수 있어 좋다.
- [0043] 본 발명의 일실시예에 따른 정제단계(S3)는 은 염 환원단계(S2)를 통해 은 입자 석출 반응을 완료한 후 수용액 또는 슬러리 내에 분산되어 있는 은 분말을 여과 등을 이용하여 분리하고 세척하는 단계(S31)를 포함한다. 더욱 구체적으로는 은 분말 분산액 중의 은 입자를 침강시킨 후, 분산액의 상등액을 버리고 원심분리기를 이용하여 여과하고, 여재를 순수로 세정한다. 세척을 하는 과정은 분말을 세척한 세척수를 완전히 제거를 해야 이루어진다. 선택적으로 여과 전에 반응 완료 용액에 상기 언급된 분산제를 첨가하여 은 분말의 응집을 방지하는 것도 가능하다.
- [0044] 또한 본 발명의 일실시예에 따른 정제단계(S3)는 세척 후 건조 및 해쇄단계(S34)를 더 포함할 수 있다.
- [0045] 본 발명의 일실시예에 따른 표면처리단계(S4)는 상기 단계를 통해 제조된 은 분말뿐만 아니라 일반적인 방법이나 종래의 방법으로 제조되는 은 분말에 범용적으로 처리될 수 있는 방법이다. 표면처리단계(S4)는 음이온계 계면활성제를 포함하는 제1 처리제와 지방산 또는 지방산염을 포함하는 제2 처리제를 이용하여 은 분말을 표면처리함으로써 제조되는 은 분말을 포함하는 도전성 페이스트의 유변물성을 제어할 수 있다.
- [0046] 표면처리단계(S4)는 제1 처리제를 이용한 제1 표면처리단계(S41) 및 제2 처리제를 이용한 제2 표면처리단계(S42)를 포함한다.
- [0047] 제1 표면처리단계(S41)는 은 분말의 친수 표면을 소수화하는 단계로서, 용제에 은 분말을 분산시키고 음이온계 계면활성제를 포함하는 제1 처리제를 넣고 혼합 교반하여 은 분말에 코팅시키는 단계이다.
- [0048] 제1 처리제는 방향족 알코올 포스페이트(Aromatic alcohol phosphate), 지방족 알코올 포스페이트(Fatty alcohol phosphate), 디알킬 설프옥시네이트(Dialkyl sulfosuccinate) 및 폴리펩티드(Polypeptide)로 구성되는 군에서 선택되는 어느 1종 이상을 포함한다. 바람직하게는 지방족 알코올 포스페이트를 포함하는 것이 좋다.
- [0049] 용제는 물, 에탄올, 이소프로필알코올, 에틸렌글리콜 헥실에테르, 디에틸렌글리콜, 부틸에테르 프로필렌글리콜, 프로필에테르 등을 사용할 수 있으며, 바람직하게는 물을 사용한다.
- [0050] 제1 표면처리단계(S41)는 은 분말의 표면에 제2 처리제가 더욱 잘 코팅되도록 하기 위하여 제1 처리제로 1차 처리하는 단계로서, 용제에 은 분말을 넣어 분산시킨 은 분말 분산액을 제조하고, 용제에 제1 처리제를 넣고 교반하여 제1 코팅액을 제조한 후, 상기 은 분말 분산액에 제1 코팅액을 넣고 혼합 교반하는 단계이다.
- [0051] 은 분말 분산액은 은 분말 질량 대비 2 내지 5배 질량의 용제에 은 분말을 넣은 후 교반기를 이용하여 2000 내지 5000rpm으로 10 내지 30분간 교반하여 얻는다. 바람직하게는 3000 내지 4000rpm으로 15 내지 25분간 교반하여 은 분말 분산액을 얻는 것이 좋다.



- [0052] 제1 코팅액은 제1 처리제 질량 대비 5 내지 20배 질량의 용제에 제1 처리제를 넣은 후 초음파로 5 내지 20분간 교반하여 제조한다.
- [0053] 상기 제조된 은 분말 분산액에 제1 코팅액을 넣고 교반기를 이용하여 2000 내지 5000rpm으로 10 내지 30분간 교반하여 제1 표면처리한다. 이때 은 분말 100 중량부에 대하여 제1 처리제가 0.1 내지 2 중량부로 처리되도록 은 분말 분산액 및 제1 코팅액을 첨가한다. 0.1 중량부 미만으로 처리하는 경우 은 분말 표면에 흡착되는 제1 표면처리제 양이 적어 본 발명에서 목적으로 하는 낮은 칩소비를 갖는 도전성 페이스트의 제조가 어렵다는 문제가 있고, 2 중량부 초과하여 처리하는 경우 표면처리 공정에서 과량의 거품이 발생하여 작업성이 나쁘고, 은 분말 표면에 과량의 표면처리제가 흡착되어 제조되는 전극의 전기 전도성을 저하시킬 수 있는 문제점이 있다. 바람직하게는 은 분말 100 중량부에 대하여 제1 처리제를 0.5 내지 1.5 중량부 처리하는 것이 좋다.
- [0054] 제2 표면처리단계(S42)는 제1 처리제가 코팅된 은 분말의 표면에 제2 처리제가 코팅되도록 제2 처리제로 2차 처리하는 단계로서, 상기 제1 처리제가 코팅된 은 분말을 2배 내지 5배 질량의 용제에 분산시킨 후 제2 처리제를 포함하는 알코올 용액을 첨가하고 교반한 후 여과, 세정 및 건조하여 제2 표면처리된 은 분말을 얻는 단계이다.
- [0055] 제2 표면처리단계(S42)는 제2 처리제로서 지방산 또는 지방산염을 포함하는 알코올 용액에 은 분말을 넣고 교반한다. 이 때 용액 전체 중량에 대하여 지방산 또는 지방산염이 5 내지 20 wt%로 용해된 알코올 용액을 사용한다. 알코올은 메탄올, 에탄올, n-프로판올, 벤질알코올, 테르피네올(Terpineol) 등을 사용할 수 있으며, 바람직하게는 에탄올을 사용한다.
- [0056] 상기 1차 표면처리된 은 분말이 분산된 용액에 제2 처리제를 포함하는 알코올 용액을 넣고 교반기를 이용하여 2000 내지 5000rpm 10 내지 30분간 교반하여 제2 표면처리한다. 이 때 제1 처리제로 코팅된 은 분말 100 중량부에 대하여 제2 처리제가 0.1 내지 1.0 중량부 혼합되도록 한다. 제2 처리제가 0.1 중량부 미만으로 혼합되는 경우 은 분말 표면에 흡착되는 제2 처리제 양이 적어 분말 간에 응집이 발생하고, 도전성 페이스트 제조 시 비히클과의 낮은 상용성으로 인해 페이스트의 분산성이 저하되어 품질 안정성이 감소하며, 원하는 페이스트의 레올로지 특성을 얻기 어려운 문제가 있고, 1.0 중량부 초과하여 혼합되는 경우, 은 분말 표면에 과량의 표면처리제가 흡착되어 제조되는 전극의 전기 전도성을 저하시킬 수 있는 문제점이 있다. 바람직하게는 은 분말 100 중량부에 대하여 제2 처리제가 0.1 내지 0.5 중량부 혼합되도록 하는 것이 좋다.
- [0057] 상기 지방산은 라우르산(lauric acid), 미리스틴산(myristic acid), 팔미틴산(palmitic acid), 스테아린산(Stearic Acid), 베헨산(behenic acid), 올레인산(oleic acid), 리놀산(linolic acid) 및 아라키돈산(arachidonic acid)으로 구성되는 군에서 선택되는 적어도 1종 이상을 포함한다. 바람직하게는 스테아린산 또는 올레인산을 사용하는 것이 좋다.
- [0058] 상기 지방산염은 상기 지방산이 수산화칼슘(calcium hydroxide), 수산화나트륨(sodium hydroxide), 암모니아(ammonia), 메틸아민(methylamine), 디에틸아민(dimethylamine), 트리메틸아민(trimethylamine), 에틸아민(ethylamine), 디에틸아민(diethylamine), 트리에틸아민(triethylamine), 에탄올아민(ethanolamine), 디에탄올아민(diethanolamine) 또는 트리에탄올아민(triethanolamine)과 염을 형성한 지방산염을 포함한다. 바람직하게는 스테아린산 또는 올레인산이 암모니아수와 염을 형성한 암모늄스테아레이트(ammonium stearate) 또는 암모늄올레이트(ammonium oleate)를 사용하는 것이 좋다.
- [0059] 표면처리단계(S4) 이후에 상기 정제단계(S3)를 한 번 더 거쳐 최종적으로 표면 처리된 은 분말을 얻을 수 있다.
- [0060] 본 발명의 일실시예에 따른 은 분말 제조방법에 따라 제조된 은 분말은 평균 입자 크기(D50)가 0.5 내지 5.0  $\mu\text{m}$ , 더욱 구체적으로는 1.0 내지 3.0  $\mu\text{m}$ 이다. 하기 식 1과 같이 1차 표면처리 후 은 분말의 유기물 함량(%)과 1차 표면 처리 전 은 분말의 유기물 함량(%)의 차이로 측정되는 제1 처리제의 흡착량은 0.05-0.2%이며, 하기 식 2와 같이 2차 표면처리 후 은 분말의 유기물 함량(%)과 2차 표면 처리 전(1차 표면 처리 후) 은 분말의 유기물 함량(%)의 차이로 측정되는 제2 처리제의 흡착량은 0.05% 이상이다.
- [0061] [식 1]
- [0062] 제1 처리제 흡착량(%) = 1차 표면처리 후 은 분말 유기물 함량(%) - 1차 표면처리 전 은 분말 유기물 함량(%)
- [0063] [식 2]
- [0064] 제2 처리제 흡착량(%) = 2차 표면처리 후 은 분말 유기물 함량(%) - 2차 표면처리 전 은 분말 유기물 함량(%)
- [0065] 본 발명은 또한 본 발명의 일실시예에 따라 제조되는 은 분말을 포함하는 도전성 페이스트를 제공한다. 도전성

페이스트는 금속 분말 및 유기 비히클을 포함한다.

- [0066] 상기 금속 분말로는 본 발명의 일실시예에 따라 표면처리된 은 분말을 사용한다. 금속 분말의 함량은 인쇄 시 형성되는 전극 두께 및 전극의 선저항을 고려할 때 도전성 페이스트 조성물 총 중량을 기준으로 85 내지 95 중량% 포함되는 것이 바람직하다.
- [0067] 상기 유기 비히클은 용제에 유기 바인더가 5 내지 15 중량%로 혼합된 것으로서, 도전성 페이스트 조성물 총 중량을 기준으로 5 내지 15 중량% 포함되는 것이 바람직하다.
- [0068] 상기 유기 바인더는 셀룰로오스 에스테르계 화합물로 셀룰로오스 아세테이트, 셀룰로오스 아세테이트 부틸레이트 등을 예로 들 수 있으며, 셀룰로오스 에테르 화합물로는 에틸 셀룰로오스, 메틸 셀룰로오스, 하이드록시 프로필 셀룰로오스, 하이드록시 에틸 셀룰로오스, 하이드록시 프로필 메틸 셀룰로오스, 하이드록시 에틸 메틸 셀룰로오스 등을 예로 들 수 있으며, 아크릴계 화합물로는 폴리 아크릴아미드, 폴리 메타 아크릴레이트, 폴리 메틸 메타 아크릴레이트, 폴리 에틸 메타 아크릴레이트 등을 예로 들 수 있으며, 비닐계로는 폴리비닐 부티랄, 폴리비닐 아세테이트 그리고 폴리비닐 알코올 등을 예로 들 수 있다. 상기 유기 바인더들은 적어도 1종 이상 선택되어 사용될 수 있다.
- [0069] 조성물의 희석을 위해 사용되는 용제로서는 메탄올, 에탄올, n-프로판올, 벤질알코올, 테르피네올(Terpineol) 등의 알코올류; 아세톤, 메틸에틸케톤, 시클로헥산, 이소프로판, 아세틸아세톤 등의 케톤류; N,N-디메틸포름아미드, N,N-디메틸아세트아미드 등의 아미드류; 테트라히드로푸란, 디옥산, 메틸셀로솔브, 디글림, 부틸카르비톨 등의 에테르류; 아세트산 메틸, 아세트산 에틸, 탄산 디에틸, TXIB(1-이소프로필-2,2-디메틸트리메틸렌디소부티레이트), 아세트산 카르비톨, 아세트산 부틸카르비톨 등의 에스테르류; 디메틸술폰, 술포란 등의 술폰류 및 술포늄염; 염화메틸렌, 클로로포름, 사염화탄소, 1,1,2-트리클로로에탄 등의 지방족 할로겐화 탄화수소; 벤젠, 톨루엔, o-크실렌, p-크실렌, m-크실렌, 모노클로로벤젠, 디클로로벤젠 등의 방향족류 등으로 이루어진 화합물 중에서 적어도 1종 이상 선택되어 사용되는 것이 좋다.
- [0070] 또한 태양전지 전극 형성용으로 사용되는 경우 본 발명에 따른 도전성 페이스트는 금속 분말, 유리 프리트 및 유기 비히클을 포함하여 이루어진다.
- [0071] 상기 금속 분말로는 본 발명의 일실시예에 따라 표면처리된 은 분말을 사용한다. 금속 분말의 함량은 인쇄 시 형성되는 전극 두께 및 전극의 선저항을 고려할 때 도전성 페이스트 조성물 총 중량을 기준으로 85 내지 95 중량% 포함하는 것이 바람직하다.
- [0072] 상기 유리 프리트의 조성이나 입경, 형상에 있어서 특별히 제한을 두지 않는다. 유연 유리 프리트뿐만 아니라 무연 유리 프리트도 사용 가능하다. 바람직하기로는 유리 프리트의 성분 및 함량으로서, 산화물 환산 기준으로 PbO는 5 ~ 29 mol%, TeO<sub>2</sub>는 20 ~ 34 mol%, Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>는 3 ~ 20 mol%, SiO<sub>2</sub> 20 mol% 이하, B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 10 mol% 이하, 알칼리 금속(Li, Na, K 등) 및 알칼리 토금속(Ca, Mg 등)은 10 ~ 20 mol%를 함유하는 것이 좋다. 상기 각 성분의 유기적 함량 조합에 의해 전극 선포 증가를 막고 고면저항에서 접촉저항을 우수하게 할 수 있으며, 단락전류 특성을 우수하게 할 수 있다.
- [0073] 유리 프리트의 평균 입경은 제한되지 않으나 0.5 내지 10 $\mu$ m 범위 내의 입경을 가질 수 있으며, 평균 입경이 다른 다종이 입자를 혼합하여 사용할 수도 있다. 바람직하기로는 적어도 1종의 유리 프리트는 평균 입경(D50)이 2 $\mu$ m 이상 10  $\mu$ m 이하인 것을 사용하는 것이 좋다. 이를 통해 소 성시 반응성이 우수해지고, 특히 고온에서 n층의 데미지를 최소화할 수 있으며 부착력이 개선되고 개방전압(Voc)을 우수하게 할 수 있다. 또한, 소성시 전극의 선포가 증가하는 것을 감소시킬 수 있다.
- [0074] 유리 프리트의 함량은 도전성 페이스트 조성물 총중량을 기준으로 1 내지 5 중량%가 바람직한데, 1 중량% 미만이면 불완전 소성이 이루어져 전기 비저항이 높아질 우려가 있고, 5 중량% 초과하면 은 분말의 소성체 내에 유리 성분이 너무 많아져 전기 비저항이 역시 높아질 우려가 있다.
- [0075] 상기 유기 비히클로는 제한되지 않으나 유기 바인더와 용제 등이 포함될 수 있다. 때로는 용제가 생략될 수 있다. 유기 비히클은 제한되지 않으나 도전성 페이스트 조성물 총 중량을 기준으로 1 내지 10 중량%가 바람직하다.
- [0076] 유기 비히클은 금속 분말과 유리 프리트 등이 균일하게 혼합된 상태를 유지하는 특성이 요구되며, 예를 들면 스크린 인쇄에 의해 도전성 페이스트가 기재에 도포될 때에, 도전성 페이스트를 균질하게 하여, 인쇄 패턴의 흐려짐 및 흐림을 억제하고, 또한 스크린판으로부터의 도전성 페이스트의 토출성 및 판분리성을 향상시키는 특성이 요

구된다.

[0077] 유기 비히클에 포함되는 유기 바인더는 제한되지 않으나 셀룰로오스 에스테르계 화합물로 셀룰로오스 아세테이트, 셀룰로오스 아세테이트 부틸레이트 등을 예로 들 수 있으며, 셀룰로오스 에테르 화합물로는 에틸 셀룰로오스, 메틸 셀룰로오스, 하이드록시 플로필 셀룰로오스, 하이드록시 에틸 셀룰로오스, 하이드록시 프로필 메틸 셀룰로오스, 하이드록시 에틸 메틸 셀룰로오스 등을 예로 들 수 있으며, 아크릴계 화합물로는 폴리 아크릴아미드, 폴리 메타 아크릴레이트, 폴리 메틸 메타 아크릴레이트, 폴리 에틸 메타 아크릴레이트 등을 예로 들 수 있으며, 비닐계로는 폴리비닐 부티랄, 폴리비닐 아세테이트 그리고 폴리비닐 알코올 등을 예로 들 수 있다. 상기 유기 바인더들은 적어도 1종 이상 선택되어 사용될 수 있다.

[0078] 조성물의 희석을 위해 사용되는 용제로서는 알파-터피네올, 텍사놀, 디옥틸 프탈레이트, 디부틸 프탈레이트, 시클로헥산, 헥산, 톨루엔, 벤질알코올, 디옥산, 디에틸렌글리콜, 에틸렌 글리콜 모노 부틸 에테르, 에틸렌 글리콜 모노 부틸 에테르 아세테이트, 디에틸렌 글리콜 모노 부틸 에테르, 디에틸렌 글리콜 모노 부틸 에테르 아세테이트 등으로 이루어진 화합물 중에서 적어도 1종 이상 선택되어 사용되는 것이 좋다.

[0079] 본 발명에 의한 도전성 페이스트 조성물은 필요에 따라 통상적으로 알려져 있는 첨가제, 예를 들면, 분산제, 가소제, 점도 조정제, 계면활성제, 산화제, 금속 산화물, 금속 유기 화합물 등을 더 포함할 수 있다.

[0080] 본 발명은 또한 상기 도전성 페이스트를 기재 위에 도포하고, 건조 및 소성하는 것을 특징으로 하는 태양전지의 전극 형성 방법 및 상기 방법에 의하여 제조된 태양전지 전극을 제공한다. 본 발명의 태양전지 전극 형성방법에서 상기 특성의 은 분말을 포함하는 도전성 페이스트를 사용하는 것을 제외하고, 기재, 인쇄, 건조 및 소성은 통상적으로 태양전지의 제조에 사용되는 방법들이 사용될 수 있음은 물론이다. 일례로 상기 기재는 실리콘 웨이퍼일 수 있다.

[0081] **제조예 1 은 분말의 제조**

[0082] 상온의 순수 5150g에 질산은 995g, 암모니아(농도 25%) 1225g 및 질산 (농도 60%) 983g 을 넣고 교반하여 용해시켜 제1 수용액을 조제하였다. 한편 상온의 순수 7800g에 하이드로퀴논 156g을 넣고 교반하여 용해시켜 제2 수용액을 조제하였다. 이어서, 제1 수용액을 교반한 상태로 하고, 이 제1 수용액에 제2 수용액을 일괄 첨가하여, 첨가 종료 후부터 5분간 더 교반하여 혼합액 중에서 입자를 성장시켰다. 그 후 교반을 멈추고, 혼합액 중의 입자를 침강시킨 후, 혼합액의 상등액을 버리고 혼합액을 원심분리기를 이용하여 여과하고, 여재를 순수로 세척하여 평균 입자 크기(D50)가 1.0 내지 3.0 μm 인 은 분말을 얻었다.

[0083] **실시에 및 비교예 은 분말의 표면처리**

[0084] (1) 실시에 1

[0085] 5L 비이커에 DMW(De-Mineralized Water) 2L와 상기 제조예에서 제조된 은 분말 500g을 넣은 후, Homo-mixer를 이용하여 4000rpm에 20분간 은 분말을 분산시켜 은 슬러리를 제조하였다. 한편, 50ml 비이커에 30ml 순수를 넣고, PS-810E(ADEKA社)(Fatty alcohol phosphate) 5g을 투입하여 초음파로 10분간 교반하여 제1 코팅액을 제조하였다. 은 슬러리에 제1 코팅액을 넣고 4000 rpm으로 20분간 교반하여 은 분말을 1차 표면처리한 뒤, 원심분리를 통해 순수로 추가 세척함으로써 1차 코팅된 은 분말을 제조하였다.

[0086] 다음으로, 상기 은 분말을 다시 순수 2L에 분산시킨 후, 15ml 에탄올에 용해된 스테아린산 암모늄(ammonium stearate) 용액인 제2 코팅액을 첨가하여 4000rpm으로 20분간 교반하여 은 분말을 2차 표면처리한 뒤, 동일 공정으로 세척함으로써 표면처리된 은 분말을 제조하였다.

[0087] 이후, 80℃에서 12시간 동안 열풍 건조하고 Jetmill을 통해 해쇄함으로써 은 분말을 완성하였다.

[0088] (2) 실시에 2 내지 15, 비교예 1 내지 13

[0089] 표면처리한 코팅액의 조성을 하기 표 1과 같이 변경한 것 이외에는 실시에 1과 동일한 방법으로 수행하여 표면 처리된 은 분말을 제조하였다.

[0090] 또한 표면처리를 하지 않은 비교예 1 및 표면처리한 코팅액의 조성을 하기 표 1과 같이 변경한 것 이외에는 실시에 1과 동일한 방법으로 수행하여 표면 처리된 은 분말인 비교예 2 내지 13를 제조하였다.

표 1

	은 분말(g)	제1 처리제		제2 처리제	
		성분	함량(g)	성분	함량(g)
실시예1	500	Fatty alcohol phosphate	5	Ammonium stearate	1.5
실시예2	500	Aromatic alcohol phosphate	5	Ammonium stearate	1.5
실시예3	500	Dialkyl sulfosuccinate	5	Ammonium stearate	1.5
실시예 4	500	Polypeptide	5	Ammonium stearate	1.5
실시예 5	500	Fatty alcohol phosphate	5	Stearic acid	1.5
실시예 6	500	Fatty alcohol phosphate	5	Oleic acid	1.5
실시예 7	500	Fatty alcohol phosphate	5	Ammonium oleate	1.5
실시예 8	500	Fatty alcohol phosphate	5	Triethanolamine myristate	1.5
실시예 9	500	Fatty alcohol phosphate	0.5	Ammonium stearate	1.5
실시예 10	500	Fatty alcohol phosphate	2.5	Ammonium stearate	1.5
실시예 11	500	Fatty alcohol phosphate	7.5	Ammonium stearate	1.5
실시예 12	500	Fatty alcohol phosphate	10	Ammonium stearate	1.5
실시예 13	500	Fatty alcohol phosphate	5	Ammonium stearate	0.5
실시예 14	500	Fatty alcohol phosphate	5	Ammonium stearate	2.5
실시예 15	500	Fatty alcohol phosphate	5	Ammonium stearate	5
비교예 1	500	-	-	-	-
비교예 2	500	Polyoxyethylene quaternary ammonium	0.045	Stearic acid	3.8
비교예 3	500	Stearic acid	8	Hexadecylamine	1.8
비교예 4	500	Fatty alcohol phosphate	5	-	-
비교예 5	500	oleic acid	5	-	-
비교예 6	500	-	-	Sodium myristate	2.5
비교예 7	500	-	-	Ammonium stearate	0.3
비교예 8	500	Quaternary ammonium salt (Cirrasol G-265)	0.5	Ammonium stearate	0.3
비교예 9	500	Polyvinyl Pyrrolidone	0.5	Ammonium stearate	0.3
비교예 10	500	Fatty alcohol phosphate	0.25	Ammonium stearate	1.5
비교예 11	500	Fatty alcohol phosphate	12	Ammonium stearate	1.5
비교예 12	500	Fatty alcohol phosphate	5	Ammonium stearate	0.1
비교예 13	500	Fatty alcohol phosphate	5	Ammonium stearate	7

[0092] 실험예 (1) 은 분말의 유기물 함량 측정

[0093] 표면처리된 은 분말을 세이코 인스트루먼트(Seiko instrument) 회사제 TG/DTA EXART6600을 이용하여, 공기 중, 승온 속도 10℃/min로 상온에서 500℃ 구간의 무게 감량을 측정하여 유기물 함량(Ignition loss)을 측정하였다.

[0094] **제조예 2 도전성 페이스트**

[0095] 상기 실시예 및 비교예에 따라 표면 처리된 은 분말 89.5 중량%, 유리 프릿 1.92 중량%, 유기 비히클 5.20 중량%, 첨가제 3.38 중량%를 자전공전식 진공 교반 탈포 장치로 혼합한 후 삼분몰을 사용함으로써, 도전성 페이스트를 얻었다.

[0096] **실험예 (2) 도전성 페이스트의 유연물성(점도) 측정**

[0097] 상기 제조예 2에 따라 제조된 도전성 페이스트에 대하여 Brookfield 점도계(HBDV II+Pro)에 의해 25℃에 있어서 전단속도 1rpm, 10rpm 에서의 점도를 측정하여 하기 표 2에 나타내었다. 척소비는 10rpm 점도(높은 rpm)에 대한 1rpm 점도(낮은 rpm) 점도의 비를 의미한다.

표 2

[0098]

	제1 표면처리제 흡착량(%)	제2 표면처리제 흡착량(%)	점도(Pas)		
			1rpm(Pas)	10rpm(Pas)	척소비
실시예1	0.16	0.06	380	369	1.03
실시예2	0.19	0.08	370	320	1.16
실시예3	0.08	0.19	540	377	1.43
실시예 4	0.1	0.19	470	457	1.03
실시예 5	0.19	0.17	380	443	0.86
실시예 6	0.08	0.12	310	322	0.96
실시예 7	0.08	0.05	380	410	0.93
실시예 8	0.12	0.11	390	400	0.98
실시예 9	0.06	0.14	530	358	1.48
실시예 10	0.09	0.11	400	354	1.13
실시예 11	0.17	0.16	430	464	0.93
실시예 12	0.06	0.2	480	410	1.17
실시예 13	0.2	0.17	370	319	1.16
실시예 14	0.13	0.17	410	498	0.82
실시예 15	0.08	0.2	490	412	1.19
비교예 1	-	-	720	326	2.21
비교예 2	0.01	0.17	780	433	1.80
비교예 3	0.18	0.03	600	340	1.76
비교예 4	0.07	-	820	442	1.86
비교예 5	0.08	-	740	295	2.51
비교예 6	-	0.19	620	300	2.07
비교예 7	-	0.09	730	297	2.46
비교예 8	0.11	0.05	660	294	2.24
비교예 9	0.07	0.08	840	334	2.51
비교예 10	0.02	0.2	610	362	1.69
비교예 11	0.3	0.17	760	439	1.73
비교예 12	0.12	0.01	780	253	3.08
비교예 13	0.11	0.45	790	431	1.83

[0099] 상기 표 2에 나타나는 것과 같이 본 발명의 실시예에 따라 표면처리된 은 분말을 포함하는 도전성 페이스트의 1rpm 점도는 300 내지 550 Pa·s, 10rpm 점도는 350 내지 500 Pa·s 로서, 척소비가 0.8 내지 1.5로 나타나 낮은 척소비를 갖는 것을 알 수 있다. 낮은 척소비를 갖는 도전성 페이스트의 경우 고속인쇄 및 미세패턴 인쇄에 유리하며, 이는 후술할 미세 전극 패턴의 선풍 퍼짐을 측정 결과에 의해 뒷받침된다.

[0100] 비교예의 경우 1rpm 점도는 600 내지 850 Pa·s, 10rpm 점도는 250 내지 450 Pa·s로서, 척소비가 1.69부터 3.08까지 나타나 높은 척소비를 갖는 것을 알 수 있다. 높은 척소비를 갖는 도전성 페이스트의 경우 페이스트의 슬립(Slip)성이 감소하고 끈적임(tacky)이 증가하여 인쇄 품질이 저하될 수 있다.

[0101] **실험예 (3) 도전성 페이스트의 인쇄된 전극 패턴 측정**

[0102] 상기 제조예 2에 따라 제조된 도전성 페이스트를 알루미늄이나 기판 상에 ASYS 회사제 스크린 인쇄기를 이용하여 이격거리 1.5mm, 스쿠지 압력 75N, 인쇄 속도 300mm/s로 하여 무라가미 회사제 360mesh 스크린 제판을 이용하여

40 μm 선폭의 패턴을 스크린 인쇄하고, 100℃에서 30분간 건조시켰다. 건조된 전극 패턴의 선폭을 광학현미경을 이용하여 측정하였다.

표 3

[0103]

	선폭( μm)	선폭퍼짐율(%)
실시예1	48.5	21.3
실시예2	52.9	32.3
실시예3	54.7	36.8
실시예 4	52.7	31.8
실시예 5	50.6	26.5
실시예 6	52.4	31.0
실시예 7	51.6	29.0
실시예 8	49.2	23.0
실시예 9	54.4	36.0
실시예 10	51.3	28.3
실시예 11	51.1	27.8
실시예 12	53.8	34.5
실시예 13	53.1	32.8
실시예 14	49.5	23.8
실시예 15	54.2	35.5
비교예 1	65.4	63.5
비교예 2	59.2	48.0
비교예 3	58.6	46.5
비교예 4	63.8	59.5
비교예 5	66.8	67.0
비교예 6	66.8	67.0
비교예 7	65.7	64.3
비교예 8	63.5	58.8
비교예 9	60.7	51.8
비교예 10	57.8	44.5
비교예 11	55.6	39.0
비교예 12	71.1	77.8
비교예 13	61.8	54.5

[0104]

상기 표 3에 나타나는 것과 같이 본 발명에 따라 표면처리된 은 분말을 포함한 도전성 페이스트로 미세 전극 패턴을 형성하는 경우 선폭 퍼짐율이 최소 21.3%에서 최대 36.8%로서, 비교예의 선폭 퍼짐율이 최소 44.5%인 것과 비교하였을 때 미세 패턴 형성이 매우 우수한 것을 알 수 있다. 특히 실시예 1, 실시예 7, 실시예 8, 실시예 10, 실시예 11의 경우 선폭 퍼짐율이 30% 이하로서 미세 패턴 형성이 더욱 우수한 것을 알 수 있다.

[0105]

[0106]

전술한 각 실시예에서 예시된 특징, 구조, 효과 등은 실시예들이 속하는 분야의 통상의 지식을 가지는 자에 의하여 다른 실시예들에 대해서도 조합 또는 변형되어 실시 가능하다. 따라서 이러한 조합과 변형에 관계된 내용들은 본 발명의 범위에 포함되는 것으로 해석되어야 할 것이다.