

【公報種別】特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載

【部門区分】第 3 部門第 4 区分

【発行日】平成30年4月12日 (2018.4.12)

【公表番号】特表2017-514988(P2017-514988A)

【公表日】平成29年6月8日 (2017.6.8)

【年通号数】公開・登録公報2017-021

【出願番号】特願2016-554873(P2016-554873)

【国際特許分類】

B 2 2 F 1/00 (2006.01)

B 2 2 F 9/00 (2006.01)

B 2 2 F 1/02 (2006.01)

B 2 2 F 9/24 (2006.01)

【F I】

B 2 2 F 1/00 L

B 2 2 F 9/00 B

B 2 2 F 1/02 B

B 2 2 F 9/24 B

【手続補正書】

【提出日】平成30年3月1日 (2018.3.1)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

ナノ金属銅粒子を含有する粒子状物質を含む製剤であって、前記粒子状物質の少なくとも 10% が単結晶金属銅粒子であり、前記粒子状物質が 20 ~ 200 ナノメートル (nm) の範囲内の平均二次粒径 (d_{50}) を有し、前記ナノ金属銅粒子が少なくとも 1 種の分散剤によって少なくとも部分的に覆われており、
前記粒子状物質中の結晶酸化第一銅対前記ナノ金属銅粒子の濃度比が多くとも 0.4 であり、任意選択で、前記濃度比が多くとも 0.35、多くとも 0.30、多くとも 0.25、多くとも 0.20、多くとも 0.15、多くとも 0.12、多くとも 0.10、多くとも 0.08、多くとも 0.06、多くとも 0.05、多くとも 0.04 または多くとも 0.035 である、製剤。

【請求項 2】

層を形成している前記分散剤が 0.4 ~ 4 nm、0.4 ~ 3.5 nm、0.4 ~ 3 nm、0.4 ~ 2.5 nm、0.4 ~ 2.2 nm または 0.4 ~ 2 nm の範囲内の計算上の厚さ (S) を有し、前記計算上の厚さは任意選択で、少なくとも 0.6 nm、少なくとも 0.8 nm、少なくとも 1.0 nm、少なくとも 1.2 nm または少なくとも 1.5 nm である、請求項 1 に記載の製剤。

【請求項 3】

前記分散剤がポリマー分散剤であり、前記分散剤がポリビニルピロリドン (PVP) を含む、または主に含む、または本質的にそれからなり、前記分散剤の重量平均分子量が任意選択で、15,000 ~ 150,000 の範囲内である、請求項 1 または 2 のいずれかに記載の製剤。

【請求項 4】

前記粒子状物質の少なくとも 2%、少なくとも 3%、少なくとも 5% または少なくとも

7 %が、少なくとも50個の粒子を有する高分解能走査型電子顕微鏡(HRSEM)視野において粒子の手動計数によって決定された、三角形の形態を有する単結晶金属銅粒子であるか、または前記粒子状物質の少なくとも5 %、少なくとも8 %、少なくとも10 %または少なくとも15 %が、少なくとも10個の粒子を有する高分解能透過型電子顕微鏡(HRTEM)画像視野において粒子の手動計数によって決定された、前記三角形の形態を有する単結晶金属銅粒子であるか、前記粒子状物質の少なくとも8 %、少なくとも10 %、少なくとも12 %または少なくとも15 %、少なくとも18 %または少なくとも20 %が、少なくとも10個の粒子を有する高分解能透過型電子顕微鏡(HRTEM)視野において粒子の手動計数によって決定された、三角形または六角形の形態を有する単結晶金属銅粒子である、請求項1～3のいずれか一項に記載の製剤。

【請求項5】

前記平均二次粒径が大きくとも180 nm、大きくとも150 nm、大きくとも120 nm、大きくとも100 nm、大きくとも90 nm、大きくとも85 nm、大きくとも80 nmまたは大きくとも75 nmであり、任意選択で、前記平均二次粒径が少なくとも25 nm、少なくとも30 nm、少なくとも35 nm、少なくとも40 nm、少なくとも45 nmまたは少なくとも50 nmである、請求項1～4のいずれか一項に記載の製剤。

【請求項6】

前記粒子状物質の少なくとも15 %、少なくとも20 %、少なくとも25 %、少なくとも30 %、少なくとも40 %、少なくとも50 %、少なくとも60 %、少なくとも70 %または少なくとも80 %が前記単結晶金属銅粒子である、請求項1～5のいずれか一項に記載の製剤。

【請求項7】

少なくとも第1の溶媒をさらに含み、前記粒子状物質および前記溶媒が分散液を生成し、前記分散液中の前記粒子状物質が15重量%～70重量%、15重量%～65重量%、20重量%～75重量%、25重量%～75重量%、30重量%～75重量%、20重量%～65重量%、25重量%～65重量%または30重量%～65重量%の範囲内である、請求項1～6のいずれか一項に記載の製剤。

【請求項8】

前記第1の溶媒がメタノール、エタノール、イソプロパノール、ベンジルアルコールおよびテルピネオールからなる群から任意選択で選択されるアルコールを含む、または主を含むか、あるいは前記第1の溶媒がグリコールおよびグリコールエーテルからなる群から選択される少なくとも1種の溶媒を含む、または主を含むか、あるいは前記分散剤がアラビアゴム、ポリビニルアルコール(PVA)、ポリアクリル酸(PAA)、ポリアリルアミン(PAAM)、ポリスチレンスルホン酸ナトリウム(PSS)、3-(アミノプロピル)トリメトキシシラン(APS)、脂肪酸、ラウリルアミン、セチルトリメチルアンモニウムブロミド(CTAB)、およびテトラオクチルアンモニウムブロミド(TOAB)からなる群から選択される少なくとも1種の分散剤を含む、または主を含む、請求項7に記載の製剤。

【請求項9】

前記分散剤対前記粒子状物質の重量比は、多くとも0.04、多くとも0.03、多くとも0.025、多くとも0.022または多くとも0.020、および少なくとも0.015、少なくとも0.016、少なくとも0.017、少なくとも0.018、少なくとも0.019または少なくとも0.020である、請求項1～8のいずれか一項に記載の製剤。

【請求項10】

前記分散液中の結晶酸化第一銅の濃度が少なくとも2ヵ月、少なくとも3ヵ月、少なくとも4ヵ月、少なくとも6ヵ月または少なくとも12ヵ月にわたって実質的に維持されるように、あるいは、前記分散液中の結晶酸化第一銅の濃度が少なくとも2ヵ月、少なくとも3ヵ月、少なくとも4ヵ月、少なくとも6ヵ月または少なくとも12ヵ月にわたって、絶対百分率ベースで2パーセント以内、1.5パーセント以内または1パーセント以内に

維持されるように、前記粒子状物質を適応させ、および前記分散剤と前記溶媒が選択される、請求項 8 または 9 のいずれかに記載の製剤。

【請求項 1 1】

前記平均二次粒径が 40 ~ 90 nm の範囲内であり、層を生成している前記分散剤が 0 . 6 ~ 3 nm の範囲内の計算上の厚さを有し、前記粒子状物質の少なくとも 40 % が前記単結晶金属銅粒子であり、前記分散剤が PVP を含み、前記粒子状物質が分散液中に配置されており、前記分散液中の前記粒子状物質の濃度が 20 % ~ 65 % の範囲内または 20 % ~ 60 % の範囲内であり、前記分散剤の量が前記銅粒子の重量の多くとも 4 重量 % であり、前記分散液の粘度が 25 cP で多くとも 70 cP、多くとも 60 cP、多くとも 50 cP または多くとも 45 cP であり、前記分散液中の前記粒子状物質の前記濃度が少なくとも 25 %、少なくとも 30 %、少なくとも 35 %、少なくとも 40 %、少なくとも 45 % または少なくとも 50 % である、請求項 1 ~ 10 のいずれか一項に記載の製剤。

【請求項 1 2】

請求項 1 ~ 1 1 のいずれか一項に記載の製剤の製造プロセスであって、

(a) 第 1 の分散剤の存在中、酸性水性媒質中の第二銅イオンに水素化ホウ素を添加して、前記第二銅イオンを還元し、第 1 の分散液中に前記ナノ金属銅粒子を生成するステップと；

(b) 生成物分散液中に前記ナノ金属銅粒子を供給するステップとを含み、

前記水素化ホウ素を添加することが、任意選択として増加分の添加として行われる、プロセス。

【請求項 1 3】

前記プロセスは、前記水性媒質の pH が多くとも 7 であるとき、増加分の添加を省略すること、または任意選択として、

前記水性媒質の pH が 2 . 5 ~ 7 の範囲内、2 . 5 ~ 6 . 5 の範囲内、または 2 . 5 ~ 6 の範囲内にあるとき、前記増加分の添加を省略すること
をさらに含む、請求項 1 2 に記載のプロセス。

【請求項 1 4】

ステップ (a) が、前記水性媒質が 1 . 5 未満、1 . 0 未満または 0 . 5 未満の pH に達するように実施される、請求項 1 2 または 1 3 に記載のプロセス。

【請求項 1 5】

前記プロセスが、前記粒子状物質の少なくとも 10 % を単結晶金属銅粒子として維持しながら、および生成物分散液中の前記粒子状物質の前記平均二次粒径を 20 ~ 200 nm の範囲内に維持しながら、分散液を少なくとも 6 ヶ月間エージングさせることをさらに含む、請求項 1 2 ~ 1 4 のいずれか一項に記載のプロセス。