

【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 22 F 1/00 (2006.01)

B 22 F 9/00 (2006.01)

B 22 F 1/02 (2006.01)

B 22 F 9/24 (2006.01)

【F I】

B 22 F 1/00 L

B 22 F 9/00 B

B 22 F 1/02 B

B 22 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(d₅₀)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あり、

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0.4~4nm、0.4~3.5nm、0.4~3nm、0.4~2.5nm、0.4~2.2nmまたは0.4~2nm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0.6nm、少なくとも0.8nm、少なくとも1.0nm、少なくとも1.2nmまたは少なくとも1.5nm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（H R S E M）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（H R T E M）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（H R T E M）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、または主に含むか、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、または主に含むか、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（P V A）、ポリアクリル酸（P A A）、ポリアリルアミン（P A A M）、ポリスチレンスルホン酸ナトリウム（P S S）、3 - (アミノプロピル)トリメトキシシラン（A P S）、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（C T A B）、およびテトラオクチルアンモニウムブロミド（T O A B）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、または主に含む、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 カ月、少なくとも 3 カ月、少なくとも 4 カ月、少なくとも 6 カ月または少なくとも 12 カ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 カ月、少なくとも 3 カ月、少なくとも 4 カ月、少なくとも 6 カ月または少なくとも 12 カ月にわたって、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11】

前記平均二次粒径が40～90nmの範囲内であり、層を生成している前記分散剤が0.6～3nm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で多くとも70cP、多くとも60cP、多くとも50cPまたは多くとも45cP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12】

請求項1～11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13】

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12に記載のプロセス。

【請求項14】

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12または13に記載のプロセス。

【請求項15】

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20～200nm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12～14のいずれか一項に記載のプロセス。