(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2018-0135951
(43) 공개일자 2018년12월21일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
H01B 5/16 (2006.01) *C09D 5/24* (2006.01)
H01B 1/22 (2006.01) *H01B 13/00* (2006.01)
(52) CPC특허분류
H01B 5/16 (2013.01)
C09D 5/24 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2018-7033467
(22) 출원일자(국제) 2017년07월05일
심사청구일자 2018년11월19일
(85) 번역문제출일자 2018년11월19일
(86) 국제출원번호 PCT/JP2017/024693
(87) 국제공개번호 WO 2018/008693
국제공개일자 2018년01월11일
(30) 우선권주장
JP-P-2016-135394 2016년07월07일 일본(JP)

(71) 출원인
데쿠세리아루즈 가부시키가이샤
일본 도쿄도 시나가와꾸 오사끼 1쪼메 11방 2고 게이트 시티 오사끼 이스트 타워 8층
(72) 발명자
가나야 히로키
일본 도쿄도 시나가와꾸 오사끼 1쪼메 11방 2고 게이트 시티 오사끼 이스트 타워 8층 데쿠세리아 루즈 가부시키가이샤 나이
(74) 대리인
특허법인코리아나

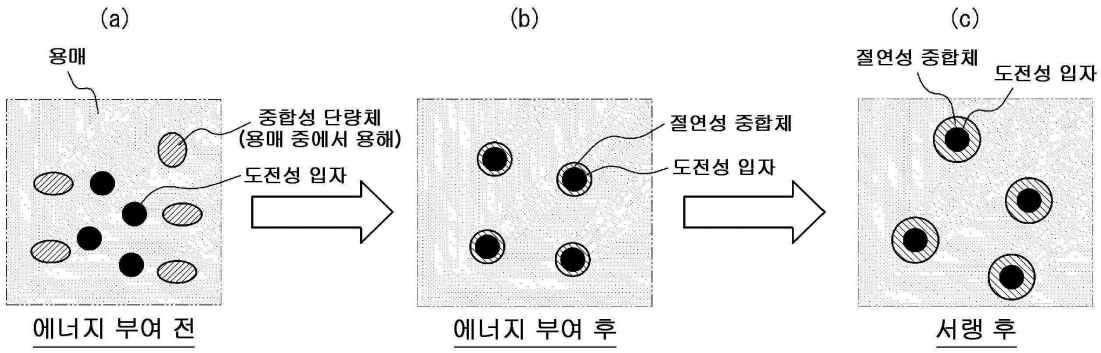
전체 청구항 수 : 총 11 항

(54) 발명의 명칭 **절연 피복 입자, 절연 피복 입자의 제조 방법, 입자 함유 조성물, 및 이방성 도전 접착제**

(57) 요 약

복수의 단자를 구비하는 회로 기판끼리를 전기적으로 접속시킨 경우에, 각 기판 상에서 인접하는 단자 사이의 절연성을 충분히 확보하면서, 대향하는 단자 사이에 도통성을 가져오는 이방성 도전 접착제를 얻는 것이 가능한, 절연 피복 입자를 제공한다. 절연 피복 입자는, 도전성 입자의 표면의 적어도 일부에, 중합성 단량체에서 유래하는 구조 단위를 함유하는 절연성 중합체가 고착되어 있는 것을 특징으로 한다.

대 표 도



(52) CPC특허분류
H01B 1/22 (2013.01)
H01B 13/00 (2013.01)

명 세 서

청구범위

청구항 1

도전성 입자의 표면의 적어도 일부에, 중합성 단량체에서 유래하는 구조 단위를 함유하는 절연성 중합체가 고착되어 있는 것을 특징으로 하는, 절연 피복 입자.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

상기 절연성 중합체의 피복률이 40 % 초과인, 절연 피복 입자.

청구항 3

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

상기 중합성 단량체가, 2 개 이상의 중합성 관능기를 갖는 단량체를 함유하는, 절연 피복 입자.

청구항 4

제 3 항에 있어서,

상기 2 개 이상의 중합성 관능기를 갖는 단량체가, 디비닐벤젠인, 절연 피복 입자.

청구항 5

제 3 항에 있어서,

상기 2 개 이상의 중합성 관능기를 갖는 단량체가, (메트)아크릴레이트 화합물인, 절연 피복 입자.

청구항 6

제 1 항 내지 제 5 항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 절연성 중합체의 평균 피복 두께가, 50 ㎚ 이상인, 절연 피복 입자.

청구항 7

중합성 단량체, 도전성 입자, 및 반응 개시제와, 용매의 혼합물을 조제하는 공정과,

상기 혼합물을 교반하면서 그 혼합물에 에너지를 부여함으로써, 상기 중합성 단량체가 중합되어 이루어지는 절연성 중합체를 생성함과 함께, 상기 도전성 입자의 표면의 적어도 일부에, 상기 절연성 중합체를 고착시키는 공정을 포함하는 것을 특징으로 하는, 절연 피복 입자의 제조 방법.

청구항 8

제 7 항에 있어서,

상기 용매는, 상기 중합성 단량체를 용해하지만, 상기 절연성 중합체를 용해하지 않는 용매인, 절연 피복 입자의 제조 방법.

청구항 9

제 7 항 또는 제 8 항에 있어서,

상기 에너지가 열 에너지인, 절연 피복 입자의 제조 방법.

청구항 10

제 1 항 내지 제 6 항 중 어느 한 항에 기재된 절연 피복 입자를 함유하는 것을 특징으로 하는, 입자 함유 조성

물.

청구항 11

제 10 항에 기재된 입자 함유 조성물을 함유하는 것을 특징으로 하는, 이방성 도전 접착제.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 관련 출원에 대한 크로스 레퍼런스

[0002] 본 출원은 일본 특허출원 2016-135394호 (2016년 7월 7일 출원) 의 우선권을 주장하는 것으로, 당해 출원의 개시 전체를, 여기에 참조를 위해 도입한다.

[0003] 본 발명은 절연 피복 입자, 절연 피복 입자의 제조 방법, 입자 함유 조성물, 및 이방성 도전 접착제에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0004] 종래부터, 복수의 단자를 구비하는 회로 기판끼리를, 각각의 단자를 개재하여 전기적으로 접속하는 데 있어서, 경화성 수지 등의 바인더 중에 도전성 입자를 분산시켜 이루어지는 이방성 도전 접착제를 사용한 접속 방식이 채용되고 있다. 이 이방성 도전 접착제는, 각각의 단자를 대향시킨 회로 기판의 사이에 배치하고, 히터 등으로 열 압착함으로써, 대향하는 단자 사이에 도전성 입자를 개재하여 도통성을 가져오면서, 각 기판 상에서 인접하는 단자 사이의 절연성을 유지하는 기능을 갖는다.

[0005] 여기서, 요즈음 모바일 기기 등의 장치의 소형화 및 고성능화가 요구되고 있다. 이러한 요구에 부응하기 위해, 당해 장치에 사용되는 최근의 회로 기판은, 각 단자의 접속면이 소면적화되고 있음과 함께, 회로 기판의 단위 면적당 단자수가 증가하고 있다. 즉, 상기 서술한 회로 기판은, 인접하는 단자 사이의 거리가 짧은 경향이 있다.

[0006] 이와 같은, 인접하는 단자 사이의 거리가 짧은 회로 부재끼리를, 이방성 도전 접착제로 접합하고, 충분한 양의 도전성 입자를 개재시켜 도통성을 확보하기 위해서는, 바인더 중의 도전성 입자의 밀도를 높일 필요가 있다. 그러나, 바인더 중의 도전성 입자의 밀도를 높이면, 인접하는 단자 사이에서 쇼트가 발생하기 쉬워진다.

[0007] 이러한 사태에 대한 대처로서, 예를 들어 특허문헌 1 에는, 도전성 입자 표면에 절연성 수지를 피복해 둠으로써, 인접하는 단자 사이에서의 쇼트를 방지함과 함께, 대향하는 단자 사이에서는, 압착시의 압력에 의해 도전성 입자 표면의 절연성 수지가 배제되어, 도통성을 확보할 수 있는 것이 개시되어 있다. 그리고, 이와 같은 절연성 수지가 피복된 도전성 입자는, 특허문헌 1, 2 에 개시된 바와 같이, 하이브리다이저 등을 사용한 건식법에 의해 제조할 수 있음이 알려져 있다.

선행기술문헌

특허문헌

[0008] (특허문헌 0001) 일본 특허공보 제2794009호

(특허문헌 0002) 일본 공개특허공보 2007-258141호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0009] 그러나, 상기 서술한 절연성 수지가 피복된 도전성 입자를 사용하여, 필름상 또는 페이스트상의 이방성 도전 접착제를 제조하면, 경우에 따라, 도전성 입자를 피복하고 있는 절연성 수지의 층이 제조시에 사용하는 용제에 의해 팽윤, 용해, 또는 변형을 일으킨다는 문제가 있었다. 이와 같은 경우에는, 이방성 도전 접착제의 도통성 및 절연성 중 적어도 어느 하나에 악영향이 발생되어 있었다.

[0010] 또한, 상기 종래의 건식법에서는, 입자 표면에 충분한 고착성을 갖는 피막을 형성하는 것이 곤란하고, 그 때문에, 입자 표면에 대한 피막의 피복률이 한계점에 도달하여, 절연성 자체를 충분히 높일 수가 없었다.

[0011] 나아가, 상기 종래의 건식법은, 수율이 불충분하고, 배치 당 처리량을 증대시키는 것에 한계가 있다고 하는 문제도 안고 있었다.

[0012] 본 발명은 이러한 사정을 감안하여 이루어진 것으로서, 복수의 단자를 구비하는 회로 기판끼리를 전기적으로 접속시킨 경우에, 각 기판 상에서 인접하는 단자 사이의 절연성을 충분히 확보하면서, 대향하는 단자 사이에 도통성을 가져오는 이방성 도전 접착제를 얻는 것이 가능한, 절연 피복 입자, 그리고, 당해 절연 피복 입자를 함유하는, 입자 함유 조성물 및 이방성 도전 접착제를 제공하는 것을 목적으로 한다. 또, 본 발명은, 상기 서술한 절연 피복 입자를 효율적으로 제조하는 것이 가능한, 절연 피복 입자의 제조 방법을 제공하는 것을 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

[0013] 본 발명자들은 상기 과제를 해결하기 위해, 예의 연구를 거듭하였다. 그 결과, 도전성 입자의 표면에 절연성 물질이 강고하게 부착된 입자가, 이방성 도전 접착제에 우수한 절연성과 이방적 도전성을 가져올 수 있는 것, 그리고, 이와 같은 입자는, 건식법을 대신하는 새로운 방법을 사용함으로써 얻어지는 것을 알아내어, 본 발명을 완성하기에 이르렀다.

[0014] 본 발명은 본 발명자들에 의한 상기 지견에 근거하는 것으로, 상기 과제를 해결하기 위한 수단으로는 다음과 같다.

[0015] [1] 도전성 입자의 표면의 적어도 일부에, 중합성 단량체에서 유래하는 구조 단위를 함유하는 절연성 중합체가 고착되어 있는 것을 특징으로 하는, 절연 피복 입자.

[0016] 상기 구성에 의해, 절연성을 충분히 확보하면서, 도통성을 가져오는 이방성 도전 접착제를 얻을 수 있다.

[0017] [2] 상기 절연성 중합체의 피복률이 40 % 초과인, 상기 [1] 에 기재된 절연 피복 입자.

[0018] [3] 상기 중합성 단량체가, 2 개 이상의 중합성 관능기를 갖는 단량체를 함유하는, 상기 [1] 또는 [2] 에 기재된 절연 피복 입자.

[0019] [4] 상기 2 개 이상의 중합성 관능기를 갖는 단량체가, 디비닐벤젠인, 상기 [3] 에 기재된 절연 피복 입자.

[0020] [5] 상기 2 개 이상의 중합성 관능기를 갖는 단량체가, (메트)아크릴레이트 화합물인, 상기 [3] 에 기재된 절연 피복 입자.

[0021] [6] 상기 절연성 중합체의 평균 피복 두께가, 50 ㎚ 이상인, 상기 [1] ~ [5] 중 어느 하나에 기재된 절연 피복 입자.

[0022] [7] 중합성 단량체, 도전성 입자, 및 반응 개시제와, 용매의 혼합물을 조제하는 공정과,

[0023] 상기 혼합물을 교반하면서 그 혼합물에 에너지를 부여함으로써, 상기 중합성 단량체가 중합되어 이루어지는 절연성 중합체를 생성함과 함께, 상기 도전성 입자의 표면의 적어도 일부에, 상기 절연성 중합체를 고착시키는 공정을 포함하는 것을 특징으로 하는, 절연 피복 입자의 제조 방법.

[0024] 상기 구성에 의해, 상기 서술한 절연 피복 입자를 효율적으로 제조할 수 있다.

[0025] [8] 상기 용매는, 상기 중합성 단량체를 용해하지만, 상기 절연성 중합체를 용해하지 않는 용매인, 상기 [7] 에 기재된 절연 피복 입자의 제조 방법.

[0026] [9] 상기 에너지가 열 에너지인, 상기 [7] 또는 [8] 에 기재된 절연 피복 입자의 제조 방법.

[0027] [10] 상기 [1] ~ [6] 중 어느 하나에 기재된 절연 피복 입자를 함유하는 것을 특징으로 하는, 입자 함유 조성물.

[0028] [11] 상기 [10] 에 기재된 입자 함유 조성물을 함유하는 것을 특징으로 하는, 이방성 도전 접착제.

발명의 효과

[0029] 본 발명에 의하면, 복수의 단자를 구비하는 회로 기판끼리를 전기적으로 접속시킨 경우에, 각 기판 상에서 인접

하는 단자 사이의 절연성을 충분히 확보하면서, 대향하는 단자 사이에 도통성을 가져오는 이방성 도전 접착제를 얻는 것이 가능한, 절연 피복 입자, 그리고, 당해 절연 피복 입자를 함유하는, 입자 함유 조성물 및 이방성 도전 접착제를 제공할 수 있다. 또, 본 발명에 의하면, 상기 서술한 절연 피복 입자를 효율적으로 제조하는 것이 가능한, 절연 피복 입자의 제조 방법을 제공할 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0030] 도 1 은 본 발명의 일 실시형태에 관련된 절연 피복 입자의 제조 방법의 각 공정을 개략적으로 설명하는 도면이다.

도 2 는 본 발명의 일 실시형태에 관련된 절연 피복 입자의 제조 방법의 실시에 의해, 도전성 입자의 표면에 중합체가 고착되는 메커니즘을, 모식적으로 설명하는 도면이다.

도 3a 는 주사형 전자 현미경 (SEM) 에 의한, 본 발명의 일 실시형태에 관련된 절연 피복 입자의 중배율의 화상이다.

도 3b 는 주사형 전자 현미경 (SEM) 에 의한, 본 발명의 일 실시형태에 관련된 절연 피복 입자의 고배율의 화상이다.

도 4a 는 주사형 전자 현미경 (SEM) 에 의한, 종래의 일 실시형태에 관련된 피복 입자의 중배율의 화상이다.

도 4b 는 주사형 전자 현미경 (SEM) 에 의한, 종래의 일 실시형태에 관련된 피복 입자의 고배율의 화상이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0031] 이하, 본 발명에 대해 실시형태에 근거하여 구체적으로 설명한다.

[0032] <절연 피복 입자>

[0033] 본 발명의 일 실시형태에 관련된 절연 피복 입자는, 적어도, 도전성 입자와, 중합성 단량체에서 유래하는 구조 단위를 함유하는 절연성 중합체를 구비하고, 도전성 입자의 표면의 적어도 일부에, 상기 서술한 절연성 중합체가 고착되어 있는 것을 특징으로 한다.

[0034] 도전성 입자의 표면에 고착 가능한 절연성 중합체는, 용제에 대한 용해성이 낮고, 또, 도전성 입자의 표면에 고착된 (즉, 강고하게 부착된) 중합체는, 용제에 접촉하는 등 하였다고 해도, 박리되어 탈락되기 어렵다. 그 때문에, 본 발명의 일 실시형태에 관련된 절연 피복 입자는, 이방성 도전 접착제의 제조시에 있어서, 도전성 입자의 표면으로부터의 중합체의 박리 탈락, 및 사용하는 용제에 의한 도전성 입자 표면의 중합체에 대한 침식이 억제되어 있어, 이방성 도전 접착제에 있어서의 절연성 (이하, 이것을 간단히 「절연성」이라고 부르는 경우가 있다.) 을 높게 유지할 수 있다.

[0035] 또, 본 발명의 일 실시형태에 관련된 절연 피복 입자는, 이방성 도전 접착제에 분산시켜, 단자를 대향시킨 회로 기판의 사이에 이 이방성 도전 접착제를 배치하고, 압착시켰을 때에, 중합체가 원래 피복되어 있지 않은 표면 (도전성 입자의 표면), 및/또는 고착되어 있던 중합체가 압착시의 압력에 의해 배제된 표면을 통하여, 대향하는 단자 사이에 우수한 도통성 (이하, 이것을 간단히 「도통성」이라고 부르는 경우가 있다.) 을 가져올 수 있다.

[0036] 그리고, 본 발명의 일 실시형태에 관련된 절연 피복 입자는, 예를 들어, 후술하는 본 발명의 일 실시형태에 관련된 절연 피복 입자의 제조 방법에 의해 제조할 수 있다.

[0037] 또한, 본 명세서에 있어서, 중합체가 입자의 표면에 「고착되어 있다」란, 중합체에 의해 표면이 피복된 입자 10 g 을 50 ㎖ 의 증류수에 분산시키고, 진탕하여, 가만히 정지시켜 둔 후, 이 액의 상청액을 육안으로 보아 확인했을 때에, 탁해져 있는 것이 확인되지 않을 정도로, 중합체가 입자의 표면에 강고하게 부착되어 있는 것을 가리킨다. 그리고, 입자의 표면에 관한 「고착」이란 단어는, 본 명세서에 있어서, 「피복」의 하위 개념으로도 사용되는 단어이다.

[0038] (도전성 입자)

[0039] 본 발명의 일 실시형태에 관련된 절연 피복 입자가 구비하는 도전성 입자로는, 특별히 한정되지 않고, 예를 들어, 이방성 도전 접착제에 사용되는 공지된 임의의 도전성 입자를 사용할 수 있다. 구체적으로는, 도전성 입자로는, 니켈, 철, 구리, 알루미늄, 주석, 납, 크롬, 코발트, 은, 금 등의 각종 금속 또는 금속 합금의 입자 ; 금속 산화물, 카본, 그라파이트, 유리, 세라믹, 플라스틱, 수지 등의 입자의 표면에 금속을 코팅한 것 ; 등을

들 수 있다. 여기서, 수지 입자의 표면에 금속을 코팅한 것인 경우, 수지 입자로는, 예를 들어, 에폭시 수지, 페놀 수지, 아크릴 수지, 아크릴로니트릴·스티렌 (AS) 수지, 벤조구아나민 수지, 디비닐벤젠계 수지, 스티렌계 수지 등의 입자를 들 수 있다. 도전성 입자는, 1 종 단독이어도 되고, 2 종 이상을 조합한 것이어도 된다.

[0040] 또, 도전성 입자의 형상, 크기로는 특별히 한정되지 않고, 목적에 따라서 적절히 선택할 수 있다.

[0041] (절연성 중합체)

[0042] 본 발명의 일 실시형태에 관련된 절연 피복 입자가 구비하는 절연성 중합체 (이하, 단순히 「중합체」라고 부르는 경우가 있다.) 는, 중합성 단량체에서 유래하는 구조 단위를 함유하고, 도전성 입자의 표면의 적어도 일부에 고착되어 있다.

[0043] 또한, 본 명세서에 있어서, 「중합성 단량체」란, 열 에너지나 자외선 에너지 등의 에너지가 부여됨으로써 중합하는 성질을 가지는 화합물을 가리키고, 통상은 이중 결합을 갖는 화합물이다. 또, 중합성 단량체는, 1 종 단독이어도 되고, 2 종 이상을 조합한 것이어도 된다.

[0044] 본 발명의 일 실시형태에 관련된 절연 피복 입자에 있어서, 중합성 단량체는, 2 개 이상의 중합성 관능기를 갖는 단량체를 함유하는 것이 바람직하다. 이로써, 얻어지는 중합체는, 이른바 삼차원 망목 구조가 형성되어 있어, 용제 (메틸에틸케톤 및 아세트산에틸 등의 저비점의 용제, 및 톨루엔 등의 고비점의 용제를 포함한다) 에 대한 용해성이 한층 더 낮아지기 때문에, 충분히 높은 절연성을 유지할 수 있다.

[0045] 또한, 본 명세서에 있어서 「중합성 관능기」란, 경화시에 중합 반응 및/또는 가교 반응에 사용되는 기를 가리킨다. 또, 중합성 단량체가 갖는 중합성 관능기는, 1 종 단독이어도 되고, 2 종 이상을 조합한 것이어도 된다.

[0046] 중합성 관능기로서 구체적으로는, 비닐기, 알릴기, (메트)아크릴로일기, 등을 들 수 있다. 또, 2 개 이상의 중합성 관능기를 갖는 단량체로서 구체적으로는, 디비닐 화합물 등의 비닐 화합물, 디알릴 화합물 등의 알릴 화합물, 디(메트)아크릴레이트 화합물 등의 (메트)아크릴레이트 화합물, 등을 들 수 있다. 그리고, 본 발명의 일 실시형태에 관련된 절연 피복 입자에 있어서는, 보다 우수한 절연성을 얻는 관점에서, 2 개 이상의 중합성 관능기를 갖는 단량체가, 비닐 화합물, 특히 디비닐벤젠인 것이 바람직하고, 또한, (메트)아크릴레이트 화합물인 것도 바람직하다.

[0047] 또한, 본 명세서에 있어서, 「(메트)아크릴로일기」란, 아크릴로일기 및 메트아크릴로일기 중의 적어도 어느 하나를 가리키고, 「(메트)아크릴레이트」란, 아크릴레이트 및 메트아크릴레이트 중의 적어도 어느 하나를 가리킨다.

[0048] 2 개 이상의 중합성 관능기를 갖는 단량체인 (메트)아크릴레이트 화합물로는, 예를 들어, 에틸렌글리콜디(메트)아크릴레이트, (폴리)에틸렌글리콜디(메트)아크릴레이트, 프로필렌글리콜디(메트)아크릴레이트, (폴리)프로필렌글리콜디(메트)아크릴레이트, 펜타에리트리톨테트라(메트)아크릴레이트, 펜타에리트리톨트리(메트)아크릴레이트, 펜타에리트리톨디(메트)아크릴레이트, 트리메틸올프로판트리(메트)아크릴레이트, 디펜타에리트리톨헥사(메트)아크릴레이트, 디펜타에리트리톨펜타(메트)아크릴레이트, 글리세롤트리(메트)아크릴레이트, 글리세롤디(메트)아크릴레이트, 1,6-헥산디올디(메트)아크릴레이트, 네오펜틸글리콜디(메트)아크릴레이트, 테트라메틸올메탄트리(메트)아크릴레이트, 테트라메틸올프로판테트라(메트)아크릴레이트, 트리시클로데칸디메탄올디(메트)아크릴레이트, (폴리)에톡시화 비스페놀 A 디(메트)아크릴레이트 등을 들 수 있다.

[0049] 또한, 중합체는, 상기 서술한 중합성 단량체에서 유래하는 구조 단위 이외의 구조 단위를 함유하고 있어도 된다. 단, 중합체는, 우수한 절연성을 확보하는 관점에서, 중합성 단량체에서 유래하는 구조 단위의 비율이 50 질량% 이상인 것이 바람직하고, 90 질량% 이상인 것이 보다 바람직하다.

[0050] 중합체는, 이방성 도전 접착제의 조제시에 있어서의 건조 온도에서, 이방성 도전 접착제의 조제에 사용하는 용제에 거의 용해되지 않는 것이 바람직하다. 예를 들어, 중합체는, 50 ℃ 에서의 메틸에틸케톤 100 g 에 대한 용해량이 0.1 g 이하인 것이 바람직하고, 50 ℃ 에서의 아세트산에틸 100 g 에 대한 용해량이 0.1 g 이하인 것이 바람직하고, 또, 70 ℃ 에서의 톨루엔 100 g 에 대한 용해량이 0.1 g 이하인 것이 바람직하다. 이들 중 적어도 어느 하나의 특징을 만족함으로써, 이방성 도전 접착제의 조제시에 사용하는 용제에 의한 중합체의 침식을, 보다 확실하게 회피할 수 있다. 또한, 이들 특징은, 예를 들어, 상기 서술한 2 개 이상의 중합성 관능기를 갖는 단량체를 사용하여 중합시킴으로써, 달성할 수 있다.

[0051] (절연 피복 입자의 구조)

[0052] 본 발명의 일 실시형태에 관련된 절연 피복 입자는, 중합체의 피복률이, 40 % 초과인 것이 바람직하다. 중합체의 피복률이 40 % 초과임으로써, 충분히 높은 절연성을 확보할 수 있다.

[0053] 또, 본 발명의 일 실시형태에 관련된 절연 피복 입자는 특별히 한정되지 않고, 중합체의 피복률이 75 % 이하인 것이, 도통성의 악화를 효과적으로 억제하는 관점에서 바람직하다.

[0054] 또한, 본 명세서에 있어서, 중합체의 「피복률」이란, 도전성 입자의 전체 표면적 중, 중합체로 피복된 부분의 면적의 비율을 가리키고, 본 명세서의 실시예에 기재된 방법에 의해 구할 수 있다.

[0055] 본 발명의 일 실시형태에 관련된 절연 피복 입자는, 중합체의 평균 피복 두께가 50 ㎚ 이상인 것이 바람직하다. 고착되어 있는 중합체의 평균 피복 두께가 50 ㎚ 이상임으로써, 절연성을 충분히 높일 수 있다.

[0056] 또, 본 발명의 일 실시형태에 관련된 절연 피복 입자는, 도통성을 확보하는 관점에서, 중합체의 평균 피복 두께가 500 ㎚ 이하인 것이 바람직하고, 350 ㎚ 이하인 것이 보다 바람직하고, 250 ㎚ 이하인 것이 더욱 바람직하다.

[0057] 또한, 본 명세서에 있어서, 중합체의 「평균 피복 두께」란, 표면을 피복하는 중합체의 두께의 평균치를 가리키고, 본 명세서의 실시예에 기재된 방법에 의해, 측정할 수 있다.

[0058] <절연 피복 입자의 제조 방법>

[0059] 본 발명의 절연 피복 입자의 제조 방법은, 적어도, 혼합 공정과, 에너지 부여 공정을 포함하고, 추가로 필요에 따라서, 탈기 공정, 이너트화 공정, 서랭 공정, 침강 공정, 상청 제거 공정, 세정 공정, 고액 분리 공정, 건조 공정을 포함한다. 여기서, 본 발명의 절연 피복 입자의 제조 방법은 이른바 습식법으로 분류되며, 또한, 종래의 건식법에 비해, 수율을 충분히 높이는 것과 함께, 배치 당 처리량을 충분히 높이는 것이 가능한, 효율적인 방법이다.

[0060] 이하, 본 발명의 일 실시형태에 관련된 절연 피복 입자의 제조 방법에 대해 설명한다.

[0061] (혼합 공정)

[0062] 혼합 공정은, 중합성 단량체, 도전성 입자, 및 반응 개시제와, 용매의 혼합물 (슬러리액) 을 조제하는 공정이다 (도 1(a)).

[0063] 또, 혼합 공정에서는, 목적에 따라, 중합성 단량체, 도전성 입자, 반응 개시제 및 용매 이외의 임의의 재료를 배합해도 된다.

[0064] 또한, 중합성 단량체 및 도전성 입자에 대해서는, 목적에 따라 적절히 선택할 수 있고, 그들의 상세한 것에 대하여는, 절연 피복 입자의 설명에 있어서 상기 서술한 바와 같다. 특히, 중합성 단량체로는, 중합에 의해 얻어지는 중합체가 절연성을 갖게 되는 것을 선택하는 것이 바람직하다.

[0065] 반응 개시제로는, 상기 용매에 용해되고, 상기 중합성 단량체의 중합 반응을 개시할 수 있는 것이면 특별히 한정되지 않고, 공지된 반응 개시제를 적절히 사용할 수 있다. 반응 개시제로서 구체적으로는, 예를 들어, 아조 화합물, 유기 과산화물 등의 열중합 개시제 ; 알킬페논형, 아실포스핀옥사이드형 등의 자외선 중합 개시제 ; 등을 들 수 있다. 이들 중에서도, 반응 개시제로는, 아조 화합물 또는 유기 과산화물을 사용하는 것이 바람직하다.

[0066] 또한, 반응 개시제는, 1 종 단독으로 사용해도 되고, 2 종 이상을 조합하여 사용해도 된다.

[0067] 용매로는, 상기 서술한 중합성 단량체 및 반응 개시제를 용해할 수 있는 것이면 특별히 한정되지 않고, 공지된 용매를 적절히 사용할 수 있다. 여기서, 용매의 구체예로는, 헥산, 시클로헥산, 디에틸에테르, 폴리에테르 (글라임), γ-부티로락톤, N-메틸피롤리돈, 아세토니트릴, 테트라하이드로푸란, 아세트산에틸, 자일렌, 톨루엔, 벤젠, 디메틸술폭시드, 아세톤, 메틸에틸케톤, 에탄올, 메탄올, 물 등을 들 수 있다. 용매는, 1 종 단독으로 사용해도 되고, 2 종 이상을 조합하여 사용해도 된다.

[0068] 단, 중합 반응을 촉진시킴과 함께, 중합에 의해 얻어진 절연성 중합체의 성능을 높이는 관점에서, 용매는, 상기 서술한 혼합물 중의 중합성 단량체의 용해도가, 당해 중합성 단량체가 중합되어 이루어지는 중합체의 용해도보다 높은 것인 것이 바람직하다. 그리고, 용매는, 동일한 관점에서, 상기 서술한 혼합물 중의 중합성 단량체

를 용해하지만, 당해 중합성 단량체가 중합되어 이루어지는 중합체를 용해하지 않는 것인 것이 보다 바람직하다. 용매가, 중합성 단량체에 대해 양용매임으로써, 중합 반응이 촉진됨과 함께, 당해 중합성 단량체가 중합되어 이루어지는 중합체에 대해 빈용매임으로써, 얻어지는 중합체의 재용해를 억제하여, 양호하게 도전성 입자에 고착시킬 수 있기 때문이다.

[0069] 또한, 상기 서술한, 용해도, 혹은, 용해되는지의 여부는, 후술하는 에너지 부여 공정시에 있어서의 혼합물의 온도에서 측정 혹은 판단되는 것이다.

[0070] 구체적으로 말하자면, 중합성 단량체로서 디비닐벤젠을 사용하는 경우에는, 용매로는, 에탄올 또는 에탄올과 이소프로필알코올의 혼합물을 사용하는 것이 바람직하다. 또, 중합성 단량체로서 (메트)아크릴레이트 화합물을 사용하는 경우에는, 용매로는, 에탄올 또는 에탄올과 톨루엔의 혼합물을 사용하는 것이 바람직하다.

[0071] (탈기 공정)

[0072] 탈기 공정은, 본 발명의 절연 피복 입자의 제조 방법에 있어서 임의의 공정으로, 혼합 공정에서 조제한 혼합물을 탈기하는 공정이다 (도 1(b)). 탈기 공정을 실시함으로써, 도전성 입자의 표면 젖음성을 촉진시킬 수 있다. 탈기의 방법으로는, 예를 들어, 감압 및/또는 초음파를 사용하는 방법 등을 들 수 있다.

[0073] (이너트화 공정)

[0074] 이너트화 공정은, 본 발명의 절연 피복 입자의 제조 방법에 있어서 임의의 공정으로, 혼합 공정 후, 혹은, 임의의 탈기 공정 전 또는 후에, 혼합물을 이너트화하는 공정이다 (도 1(c)). 이너트화 공정을 실시함으로써, 후술하는 에너지 부여 공정에 있어서의 중합 반응의 저해를 억제할 수 있다. 이너트화의 방법으로는 특별히 한정되지 않고, 예를 들어, 혼합물을 교반하면서, 질소 등의 불활성 가스를 버블링에 의해 공급하는 방법 등을 들 수 있다.

[0075] (에너지 부여 공정)

[0076] 에너지 부여 공정은, 혼합 공정, 혹은, 임의의 탈기 공정 또는 이너트화 공정 뒤에, 혼합물을 교반하면서, 당해 혼합물에 에너지를 부여하는 공정이다. 혼합물에 에너지를 부여함으로써, 중합 반응이 개시되어, 중합성 단량체가 중합되어서, 절연성 중합체가 생성된다. 또, 이것과 동시에, 절연성 중합체가, 혼합물 중의 도전성 입자의 표면의 적어도 일부에 고착되어, 절연 피복 입자가 생성된다.

[0077] 본 발명의 일 실시형태에 관련된 절연 피복 입자의 제조 방법에서는, 혼합 공정에 있어서, 중합성 단량체, 도전성 입자, 및 반응 개시제와, 용매를 혼합함과 함께, 이 에너지 부여 공정에 있어서, 혼합물에 에너지를 부여함으로써, 도전성 입자끼리의 응집을 억제하고, 원하는 두께를 갖는 절연성 중합체를 도전성 입자 상에 형성할 수 있다. 그리고, 최종적으로 얻어지는 절연 피복 입자는, 종래보다 절연성이 우수한 피복이 형성되어 있는 결과, 높은 도통성은 유지하면서, 절연성이 크게 향상된다.

[0078] 혼합물에 부여하는 에너지로는, 예를 들어, 열 에너지 및 자외선 등의 광 에너지 등을 들 수 있고, 에너지의 종류에 따라, 상기 서술한 반응 개시제의 종류를 적절히 선택할 수 있다. 단, 본 발명의 일 실시형태에 관련된 절연 피복 입자의 제조 방법에서는, 도 1(d) 에 나타내는 바와 같이, 혼합물에 열 에너지를 부여하는 (즉, 혼합물을 가열하는) 것이 바람직하다. 열 에너지를 사용함으로써, 절연성 중합체의 생성을 용이하게 또한 확실하게 실시할 수 있다. 혼합물을 가열하는 방법으로는, 예를 들어, 도 1(d) 에 나타내는 바와 같이, 혼합물을 포함하는 용기를 온도 관리가 이루어진 항온조에 담그는 방법 등을 들 수 있다.

[0079] 여기서, 혼합물에 열 에너지를 부여하는 (즉, 혼합물을 가열하는) 경우에 있어서, 혼합물의 가열 온도는, 0 ℃ 이상 200 ℃ 이하인 것이 바람직하다. 혼합물의 가열 온도가 0 ℃ 이상 200 ℃ 이하임으로써, 높은 절연성을 갖는 중합체의 생성을 보다 확실하게 실시할 수 있다. 동일한 관점에서, 혼합물의 가열 온도는, 25 ℃ 이상 150 ℃ 이하인 것이 보다 바람직하다.

[0080] (서랭 공정)

[0081] 서랭 공정은, 본 발명의 절연 피복 입자의 제조 방법에 있어서 임의의 공정으로, 에너지 부여 공정 후에, 절연성 중합체가 고착된 도전성 입자를 함유하는 혼합물을, 실온까지 서랭하는 공정이다 (도 1(e)). 서랭 공정을 실시함으로써, 용매 중에 미량으로 용해된 절연성 중합체를 석출시켜, 절연 피복 입자에 고착된 절연성 중합체의 두께를 증가시킬 수 있다. 서랭 방법으로는 특별히 한정되지 않고, 예를 들어, 도 1(e) 에 나타내는 바와 같이, 온도 관리를 하면서 혼합물을 포함하는 용기를 냉각조에 담그는 방법 등을 들 수 있다.

[0082] 여기서, 상기 서술한 에너지 부여 공정 및 임의의 서랭 공정에 의해, 도전성 입자의 표면에 절연성 중합체가 고착되는 메커니즘을, 도면을 사용하여 이하에서 고찰한다.

[0083] 먼저, 에너지 부여 공정 전, 즉 중합 반응이 개시되기 전에 있어서, 도전성 입자 및 중합성 단량체는, 용매에 분산 또는 용해된 상태로 혼합물 중에 존재한다 (도 2(a)). 그리고, 에너지 부여 공정에서 혼합물에 에너지를 부여하면, 중합성 단량체는, 혼합물 중에서 중합하여, 용매 중에서의 석출 임계 사슬 길이까지 중합한 후에, 도전성 입자를 석출의 계기 (핵) 로 하여, 당해 도전성 입자의 표면에 절연성 중합체가 석출된다 (도 2(b)). 여기서, 생성된 절연성 중합체는, 전체로서 파악한 경우, 용매에 불용이거나, 혹은, 용해되었다고 해도 매우 조금이다. 그리고, 석출된 절연성 중합체에 중합성 관능기가 남아 있는 경우에는, 당해 절연성 중합체에 중합성 단량체가 반응하고, 또한 추가로 석출이 일어나, 도전성 입자의 표면에 대한 물리적 및 화학적 절연성 중합체의 적층이 기대된다. 그 후, 서랭 공정을 실시하면, 용매에 대한 절연성 중합체의 용해도가 저하되는 결과, 용매 중에 미량으로 용해되어 있던 절연성 중합체가, 도전성 입자의 표면에 있어서의 절연성 중합체의 두께의 증가에 기여하고, 기여를 느슨하게 함으로써 합일 (合一) 의 우려를 저하시킬 수 있다 (도 2(c)). 그리고, 본 발명의 일 실시형태에 관련된 절연 피복 입자의 제조 방법에서는, 랜덤한 상 분리에 의해 포매시키는 에멀션 중합 등과 비교하여 도전성 입자의 표면에 대한 선택성이 높아, 절연성 중합체의 균일한 피복 (고착) 이 가능해진다. 그리고, 생성된 절연 피복 입자는, 종래의 것과 비교하여 높은 절연성을 갖는다.

[0084] 또한, 본 발명의 일 실시형태에 관련된 절연 피복 입자의 제조 방법은, 도전성 입자의 표면에 절연성 중합체를 석출시키는 반응을 포함하는 것으로, 이 반응은 석출 중합에 근사한 것이다. 단, 이 반응은, 정전적인 인력 (引力)·흡착, 단량체나 반응 개시제 성분의 흡수, 표면 관능기에 의한 결합 등에서 주로 기인한 기구가 아닌 점에서, 통상적인 석출 중합과는 상이한 것이다.

[0085] 또, 도 2 에서는, 도전성 입자의 전체 표면이 절연성 중합체로 피복되어 있는 것이 나타나 있지만, 이 도면은 어디까지나 모식도로, 실제로는, 도전성 입자의 표면의 일부를 절연성 중합체로 피복할 수도 있다.

[0086] 또한, 도전성 입자의 표면에 있어서의 절연성 중합체의 피복 두께는, 중합성 단량체로서 디비닐벤젠을 사용한 경우의 쪽이, 중합성 단량체로서 (메트)아크릴레이트 화합물을 사용한 경우에 비해, 크게 할 수 있다.

[0087] (침강 공정)

[0088] 침강 공정은, 본 발명의 절연 피복 입자의 제조 방법에 있어서 임의의 공정으로, 에너지 부여 공정 또는 임의의 서랭 공정 후에, 얻어진 절연 피복 입자를 침강시키는 공정이다 (도 1(f)). 침강 공정을 실시함으로써, 절연 피복 입자와 용매의 분리를 용이하게 실시할 수 있다. 침강의 방법으로는 특별히 한정되지 않고, 예를 들어, 용기를 일정 시간 가만히 정지시켜 두는 방법 등을 들 수 있다.

[0089] (상청 제거 공정)

[0090] 상청 제거 공정은, 본 발명의 절연 피복 입자의 제조 방법에 있어서 임의의 공정으로, 임의의 침강 공정 후에, 상청을 제거하는 공정이다 (도시 생략). 상청 제거의 방법으로는 특별히 한정되지 않고, 예를 들어, 디캔테이션 등을 들 수 있다.

[0091] (고액 분리 공정)

[0092] 고액 분리 공정은, 본 발명의 절연 피복 입자의 제조 방법에 있어서 임의의 공정으로, 에너지 부여 공정 후, 혹은, 임의의 서랭 공정 또는 후술하는 세정 공정 후에, 절연 피복 입자를 함유하는 고형분과 액체를 분리하는 공정이다 (도시 생략). 고액 분리의 방법으로는 특별히 한정되지 않고, 예를 들어, 흡인 여과 등을 들 수 있다.

[0093] (세정 공정)

[0094] 세정 공정은, 본 발명의 절연 피복 입자의 제조 방법에 있어서 임의의 공정으로, 임의의 상청 제거 공정 또는 고액 분리 공정 후에, 고형분을 세정하는 공정이다 (도시 생략). 세정의 방법으로는 특별히 한정되지 않고, 예를 들어, 임의의 용매를 첨가하여 교반하는 방법 등을 들 수 있다.

[0095] (건조 공정)

[0096] 건조 공정은, 본 발명의 절연 피복 입자의 제조 방법에 있어서 임의의 공정으로, 임의의 상청 제거 공정 또는 고액 분리 공정 후에 건조시키는 공정이다 (도시 생략).

[0097] 여기서, 본 발명의 일 실시형태에 관련된 절연 피복 입자의 제조 방법에 있어서, 얻어지는 절연 피복 입자에 있어서의 중합체의 피복률은, 예를 들어, 반응시의 제어 온도를 조정하거나, 적절한 용매를 선택하는, 등에 의해, 중합체의 석출 속도를 컨트롤함으로써 조절할 수 있다. 구체적으로는, 중합체의 석출 속도를 높인 경우에는, 균질성이 저하되어, 피복률이 저하된다.

[0098] 또, 본 발명의 일 실시형태에 관련된 절연 피복 입자의 제조 방법에 있어서, 얻어지는 절연 피복 입자에 있어서의 중합체의 평균 피복 두께는, 예를 들어, 혼합 공정에 있어서 중합성 단량체, 반응 개시제 및 용매의 배합 비율을 조정하거나, 에너지 부여 공정에 있어서 에너지의 부여량 (예를 들어, 가열 온도 등) 을 조정하거나, 중합에 의해 생성되는 절연성 중합체의 용해도에 착안하여 적절한 용매를 선택하거나, 중합 반응 속도에 착안하여 적절한 중합성 단량체를 선택하는, 등에 의해서 조절할 수 있다.

[0099] <입자 함유 조성물>

[0100] 본 발명의 입자 함유 조성물은, 상기 서술한 본 발명의 절연 피복 입자를 함유하는 것을 특징으로 한다. 본 발명의 입자 함유 조성물은, 상기 서술한 본 발명의 절연 피복 입자를 함유하기 때문에, 높은 도통성을 가져오면서, 절연성도 우수하다.

[0101] 또한, 본 발명의 입자 함유 조성물에 함유되는 절연 피복 입자 이외의 성분에 대해서는 특별히 한정되지 않고, 목적에 따라 적절히 선택할 수 있다.

[0102] <이방성 도전 접착제>

[0103] 본 발명의 이방성 도전 접착제는, 상기 서술한 본 발명의 입자 함유 조성물을 함유하는 것을 특징으로 한다. 또한, 본 발명의 이방성 도전 접착제는, 상기 서술한 본 발명의 입자 함유 조성물 자체여도 되고, 상기 서술한 본 발명의 입자 함유 조성물 이외의 임의의 성분을 추가로 함유하고 있어도 되며, 예를 들어, 에폭시 수지 등의 경화성 수지, 경화제, 유기 용제 등을 추가로 함유할 수 있다.

[0104] 또, 본 발명의 이방성 도전 접착제는, 필름상으로 할 수 있다 (이방성 도전 접착 필름이어도 된다). 이방성 도전 접착 필름은, 예를 들어, 적어도 본 발명의 절연 피복 입자, 에폭시 수지 등의 경화성 수지, 경화제 및 유기 용제를 혼합하여, 얻어지는 혼합물을 층상으로 도포하고, 이어서, 얻어지는 도막으로부터 유기 용매를 휘발시킴으로써, 제조할 수 있다.

[0105] 본 발명의 이방성 도전 접착제는, 상기 서술한 본 발명의 입자 함유 조성물을 함유하기, 즉, 상기 서술한 본 발명의 절연 피복 입자를 적어도 함유하기 때문에, 높은 도통성을 가져오면서, 절연성도 우수하다. 구체적으로 말하면, 본 발명의 이방성 도전 접착제는, 단자를 대향시킨 회로 기판의 사이에 배치하여, 압착시켰을 때, 절연성 중합체가 원래 피복되어 있지 않은 절연 피복 입자의 표면 (도전성 입자의 표면), 및/또는 고착되어 있던 절연성 중합체가 압착시의 압력에 의해 배제된 표면을 통해서, 대향하는 단자 사이에 우수한 도통성을 가져올 수 있다. 그리고, 회로 기판 상에서 인접하는 단자 사이의 거리가 짧은 경우, 그리고, 이방성 도전 접착제의 조제에 용제, 특히 메틸에틸케톤 및 아세트산에틸 등의 저비점 용제를 사용한 경우라도, 이와 같은 효과를 가져올 수 있다.

[0106] **실시예**

[0107] 다음으로, 본 발명을 실시예에 기초하여 구체적으로 설명한다. 단, 본 발명은 하기 실시예에 하등 한정되는 것은 아니다.

[0108] (실시예 1 ~ 7)

[0109] 유리 용기에, 표 1 에 나타내는 양의 도전성 입자 (세키스이 화학 공업 주식회사 제조, 「AUL704」), 및 표 1 에 나타내는 양의 95 % 의 양의 용매로서의 에탄올을 투입한 후, 교반 날개를 사용하여 혼합하여, 슬러리액을 조제하였다. 이 슬러리액에 대해, 질소를 160 ㎖/분의 유량으로 첨가하여 이너트화를 실시함과 함께, 표 1 에 나타내는 중합성 단량체를 표 1 에 나타내는 양만큼 첨가하였다.

[0110] 중합성 단량체를 첨가한 10 분 후에, 표 1 에 나타내는 양의 5 % 의 양의 에탄올에 미리 용해시켜 둔 표 1 에 나타내는 양의 반응 개시제 (유용성의 아조 화합물) 를 슬러리액에 투입하고, 이와 같이 하여, 중합성 단량체, 도전성 입자, 및 반응 개시제와, 용매의 혼합물을 조제하였다. 반응 개시제를 투입하고 5 분간 교반한 후에, 질소에 의한 이너트화를 정지하였다.

[0111] 그 후, 교반하면서 혼합물을 70 ℃ 로 가열하고 (즉, 혼합물에 열 에너지를 부여하고) 3 시간 유지한 후, 40 ℃

까지 서랭하였다. 이로써, 혼합물 중에서, 중합성 단량체가 중합하여 중합체가 형성됨과 함께, 도전성 입자의 표면이 당해 중합체에 의해 피복된 고형분이 생성되었다. 서랭 후, 15 분간 가만히 정지시켜 두어, 혼합물 중에 분산되어 있는 고형분을 침강시켰다. 침강 후, 디캔테이션으로 상청을 제거하고, 용매를 750 g 첨가하여 15 분간 교반함으로써, 고형분을 세정하였다.

[0112] 그 후, 흡인 여과로 고형분을 회수하고, 회수한 고형분을, 70 ℃ 에서 12 시간 건조시킴으로써, 절연 피복 입자를 얻었다.

[0113] 여기서 참고를 위해, 도 3 에, 실시예 1 에 관련된 절연 피복 입자의 주사형 전자 현미경 (SEM) 에 의한 화상을 나타낸다. 도 3a 는 중배율의 화상이고, 도 3b 는 고배율의 화상이다.

[0114] 얻어진 절연 피복 입자에 대해, 하기 방법 (1) ~ (3) 에 따라서, 중합체의 평균 피복 두께, 피복률 및 고착성의 평가를 실시하였다.

[0115] 다음으로, 얻어진 절연 피복 입자 30 질량부, 페녹시 수지 (신닛테츠 화학 주식회사 제조, 「YP-50」) 60 질량부, 액상 에폭시 수지 (미츠비시 화학 주식회사 제조, 「EP828」) 40 질량부, 에폭시 수지용 경화제 (산신 화학 공업 주식회사 제조, 「SI-60L」) 3 질량부, 및 실란 커플링제 (신에츠 화학 공업 주식회사 제조, 「KBM403」) 1 질량부를, 톨루엔 중에서 혼합하였다. 이 혼합물을, 바 코터에 의해, 박리 처리를 실시한 PET 필름 상에 도포한 후, 70 ℃ 에서 건조시켜 톨루엔을 휘발시켜, 두께 20 ㎛ 의 「이방성 도전 접착 필름 (톨루엔 사용)」을 제조하였다.

[0116] 또, 상기에 있어서, 톨루엔 대신에 메틸에틸케톤 (MEK) 을 사용하는 것과 함께, 건조 온도를 70 ℃ 에서 50 ℃ 로 바꾼 것 이외에는, 상기와 동일한 방식으로, 두께 20 ㎛ 의 「이방성 도전 접착 필름 (MEK 사용)」을 제조하였다.

[0117] 얻어진 이방성 도전 접착 필름을 사용하여, 하기 방법 (4), (5) 에 따라서 절연성 및 도통성의 평가를 실시하였다.

[0118] (비교예 1)

[0119] 도전성 입자 (세키스이 화학 공업 주식회사 제조, 「AUL704」) 를 준비하였다. 그리고, 실시예 1 ~ 7 에 있어서, 절연 피복 입자 대신에 이 도전성 입자를 사용한 것 외에는, 실시예 1 ~ 7 과 동일하게 하여, 각종 평가를 실시하였다.

[0120] (비교예 2, 3)

[0121] 도전성 입자의 표면을 피복하기 위한 중합체로서, 가교 아크릴 수지 (소켄 화학 주식회사 제조, 상품명 : MP 시리즈) 를 준비하였다. 이 가교 아크릴 수지 4 g 과, 도전성 입자 (세키스이 화학 공업 주식회사 제조, 「AUL704」) 20 g 을, 하이브리다이저 (주식회사 나라 기계 제작소 제조, 상품명 : NHS 시리즈) 에 도입하고, 건식법에 의해, 도전성 입자에 중합체를 피복시켜, 피복 입자를 얻었다. 또한, 하이브리다이저에 있어서의 처리 조건으로는, 회전 속도 16000/분, 반응조 온도 60 ℃ 로 하고, 원하는 피복 두께가 얻어지기까지 하이브리다이저를 가동하였다.

[0122] 여기서 참고를 위해, 도 4 에, 비교예 2 에 관련된 피복 입자의 주사형 전자 현미경 (SEM) 에 의한 화상을 나타낸다. 도 4a 는 중배율의 화상이고, 도 4b 는 고배율의 화상이다.

[0123] 그리고, 실시예 1 ~ 7 에 있어서, 절연 피복 입자 대신에 이 피복 입자를 사용한 것 외에는, 실시예 1 ~ 7 과 동일하게 하여, 각종 평가를 실시하였다.

[0124] (평가)

[0125] 얻어진 각 피복 입자에 대해, 이하의 평가를 실시하였다.

[0126] (1) 중합체의 평균 피복 두께

[0127] 수속 (收束) 이온 빔 (FIB) 을 사용하여 각 피복 입자를 절단한 후, 투과형 전자 현미경 (TEM) 으로 단면을 관찰함으로써, 피복되어 있는 중합체의 평균 두께 (중합체의 평균 피복 두께) (㎚) 를 측정하였다. 결과를 표 1 에 나타낸다. 구체적으로는, TEM 에 의해 관찰되는 피복 입자에 있어서의 도전성 입자의 표면 중, 중합체가 피복되어 있는 지점에 대해, 피복 두께가 최대인 지점 및 최소인 지점을 포함하도록 하여, 평균적인 피복 두께를 측정하였다. 그리고, 2 개의 피복 입자 샘플로부터의 평균적인 피복 두께의 평균을 취한 것을 채용하

였다.

[0128] (2) 중합체의 피복률

[0129] 수속 이온 빔 (FIB) 을 사용하여 각 피복 입자를 절단한 후, 투과형 전자 현미경 (TEM) 으로 단면을 관찰하여, 각 피복 입자에 있어서의 전체 표면의 면적 중, 중합체가 피복되어 있는 표면의 면적의 비율 (%) 을, 중합체의 피복률로서 구하였다. 그리고, 이하의 기준에 따라서 평가하였다. 결과를 표 1 에 나타낸다.

[0130] 중합체의 피복률이 40 % 초과 · · · A

[0131] 중합체의 피복률이 25 % 이상 40 % 이하 · · · B

[0132] 중합체의 피복률이 0 % 초과 25 % 미만 · · · C

[0133] 중합체의 피복률이 0 % · · · D

[0134] (3) 중합체의 고착성

[0135] 각 피복 입자 10 g 을 50 ㎖ 의 증류수에 분산시키고, 진탕하여, 가만히 정지시켜 두었다. 그리고, 이 액의 상청액을 육안으로 보아 확인하여, 탁해지지 않은 경우에는 ○, 탁해져 있는 경우에는 × 로서 평가하였다. 결과를 표 1 에 나타낸다. 상청액이 탁해져 있지 않으면, 도전성 입자의 표면을 피복하는 중합체는, 당해 표면에 고착되어 있는 것을 나타낸다.

[0136] (4) 도통성

[0137] 도통성 평가용으로, 폭 1.8 ㎜ × 길이 20 ㎜, 두께 0.5 ㎜ 의 IC 기판을 구비하여, 일방의 측가장자리를 따라서 복수의 금 도금 범프가 1 열 스트레이트 배열로 형성된 IC 를 준비하였다. 각 범프는, 30 ㎛ × 85 ㎛, 두께를 15 ㎛ 로 하였다.

[0138] 또, 도통성 평가용의 유리 기판으로서, 두께 0.7 ㎜, 상기 IC 의 범프와 동사이즈 동피치의 전극 패턴이 형성된 ITO 패턴 글래스를 준비하였다.

[0139] 그리고, 이 유리 기판에 이방성 도전 접착 필름을 임시 부착한 후, IC 에 있어서의 범프와 유리 기판에 있어서의 전극에 의해, 접속체 샘플을 제조하였다. 여기서, 열 압착의 조건은, 170 ℃, 60 ㎫, 5 sec/테플론 (등록상표) 50 ㎛ 로 하였다.

[0140] 제조한 각 접속체 샘플에 대해, 85 ℃, 85 %RH 의 조건하에서, 전류 1 ㎃ 를 500 h 흘렸을 때의 도통 저항을 측정하였다. 측정치가 1.8 Ω 미만인 경우를 ◎ (가장 양호), 1.8 Ω 이상 3 Ω 미만인 경우를 ○ (양호), 3 Ω 이상 5 Ω 미만인 경우를 △ (보통), 5 Ω 이상인 경우를 × (불량) 로 하였다. 결과를 표 1 에 나타낸다.

[0141] (5) 절연성

[0142] 절연성 평가용으로, 폭 1.5 ㎜ × 길이 130 ㎜, 두께 0.5 ㎜ 의 IC 기판을 구비하여, 일방의 측가장자리를 따라서 복수의 금 도금 범프가 1 열 스트레이트 배열로 형성된 IC 를 준비하였다. 이 IC 는, 각 범프의 두께를 15 ㎛ 로 하고, 범프간의 스페이스를 10 ㎛ 로 하였다.

[0143] 또, 절연성 평가용의 유리 기판으로서, 두께 0.5 ㎜, 상기 IC 의 범프와 동사이즈 동피치의 빗살 형상의 전극 패턴이 형성된 ITO 패턴 글래스를 준비하였다.

[0144] 그리고, 이 유리 기판에 이방성 도전 접착 필름을 임시 부착한 후, IC 에 있어서의 범프와 유리 기판에 있어서의 전극 패턴의 얼라인먼트를 취하면서 IC 를 탑재하고, 열 압착 헤드에 의해 열 압착함으로써, 접속체 샘플을 제조하였다. 여기서, 열 압착의 조건은, 170 ℃, 60 ㎫, 5 sec/테플론 (등록상표) 50 ㎛ 로 하였다.

[0145] 제조한 각 접속체 샘플에 대해, 2 단자법으로, 인접하는 범프간의 저항값을 측정하였다. 또한, IC 에는, 10 조 (組) 의 범프로 이루어지는 전극 패턴이 8 군데 형성되고, 10 조 중 1 조 이상의 쇼트가 발생한 전극 패턴의 수를 카운트하였다. 측정한 저항값이 108 Ω 이하인 경우에는 쇼트 발생으로 하여, 쇼트가 발생한 전극 패턴의 수가 0 인 경우를 ◎ (가장 양호), 쇼트가 발생한 전극 패턴이 1 군데인 경우를 ○ (양호), 쇼트가 발생한 전극 패턴이 2 군데인 경우를 △ (보통), 쇼트가 발생한 전극 패턴이 3 군데 이상인 경우를 × (불량) 로 하였다. 결과를 표 1 에 나타낸다.

표 1

			실시예 1	실시예 2	실시예 3	실시예 4	실시예 5	실시예 6	실시예 7	비교예 1	비교예 2	비교예 3
피복 방법			습식	습식	습식	습식	습식	습식	습식	피복 없음	건식	건식
배합 (습식의 경우)	도전성 입자 *1		100	100	100	100	100	100	100			
	용매 (에탄올)		1000	1000	500	1000	1000	1250	1000			
	중합성 단량체	디비닐벤젠 *2	0	0	25	40	50	62.5	100			
		(메트)아크릴레이트 화합물 A *3	0	5	0	0	0	0	0			
		(메트)아크릴레이트 화합물 B *4	20	15	0	0	0	0	0			
	반응 개시제 *5		0.4	0.4	0.5	0.8	1.0	1.25	2			
피복 입자	중합체의 평균 피복 두께(nm)		150	150	50	110	150	200	250		150	200
	중합체의 고착성		○	○	○	○	○	○	○		×	×
	중합체의 피복률		A	A	A	A	A	A	A	D	C	C
이방성 도전 접착 필름	도통성	(톨루엔 사용)	◎	◎	◎	◎	◎	○	△	◎	◎	○
		(MEK 사용)	◎	◎	◎	◎	◎	○	△	◎	◎	◎
	절연성	(톨루엔 사용)	○	○	△	○	◎	◎	◎	×	○	◎
		(MEK 사용)	○	○	△	○	◎	◎	◎	×	×	×

[0146]

[0147] *1 도전성 입자 : 세키스이 화학 공업 주식회사 제조, 「AUL704」

[0148] *2 디비닐벤젠 : 와코 순약 공업 주식회사 제조

[0149] *3 (메트)아크릴레이트 화합물 A : 1,6-헥산디올디메타크릴레이트, 쿄에이샤 화학 주식회사 제조, 「라이트에스테르 1.6HX」

[0150] *4 (메트)아크릴레이트 화합물 B : 에틸렌글리콜디메타크릴레이트, 쿄에이샤 화학 주식회사 제조, 「라이트에스테르 EG」

[0151] *5 반응 개시제 : 2,2'-아조비스(2,4-디메틸발레로니트릴), 와코 순약 공업 주식회사 제조, 「V-65」

[0152] 표 1 로부터, 도전성 입자의 표면의 적어도 일부에 절연성 중합체가 고착되어 있는 절연 피복 입자를 사용한 실시예 1 ~ 7 에서는, 도통성 및 절연성의 양방이 우수한 것을 알 수 있다. 또한, 도 3 으로부터, 실시예에 관련된 절연 피복 입자는, 도전성 입자의 표면의 적어도 일부에 절연성 중합체가 강고하게 부착되어 있는 것을

알 수 있다.

[0153] 이에 대하여, 절연성 중합체가 피복되어 있지 않은 입자를 사용한 비교예 1 에서는, 적어도 절연성이 떨어지는 것을 알 수 있다.

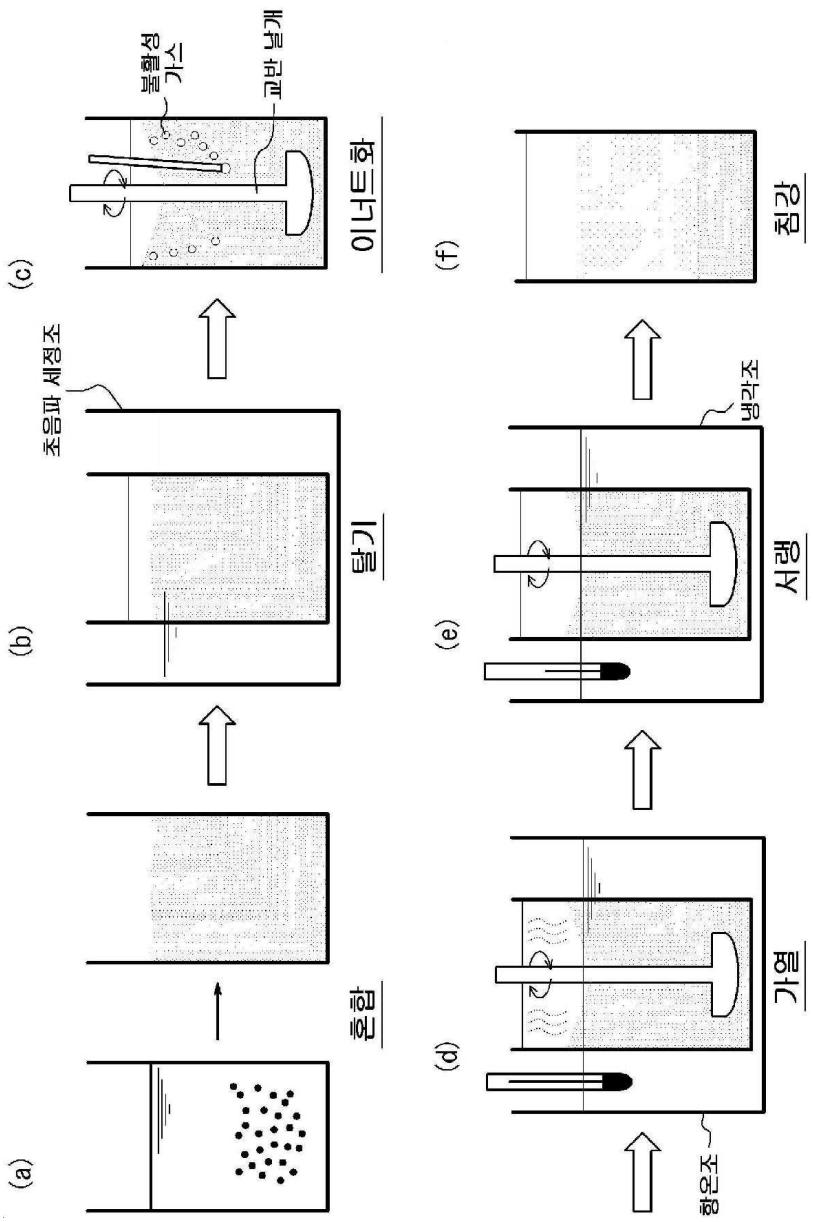
[0154] 또, 종래의 건식법에 의해 도전성 입자의 표면에 중합체를 피복하여 얻어진 피복 입자를 사용한 비교예 2, 3 에서는, 적어도 절연성이 떨어지는 것을 알 수 있다. 이는 도 4, 특히 도 4a 를 참조하면 명백한 바와 같이, 도전성 입자의 표면에 중합체를 강고하게 부착시키는 것이 이루어져 있지 않을 뿐 아니라, 피복된 중합체가 이방성 도전 접착 필름의 조제에 사용한 용제에 침식된 것 등에 따른 것으로 생각된다.

[0155] **산업상 이용가능성**

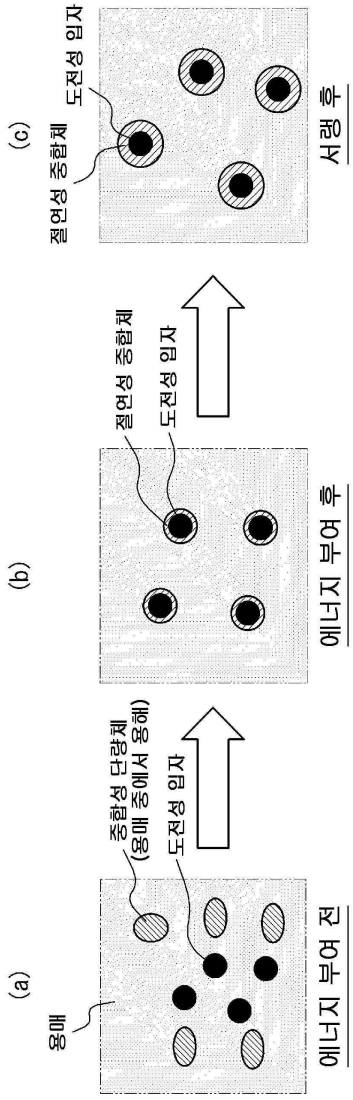
[0156] 본 발명에 의하면, 복수의 단자를 구비하는 회로 기판끼리를 전기적으로 접속시킨 경우에, 각 기판 상에서 인접하는 단자 사이의 절연성을 충분히 확보하면서, 대향하는 단자 사이에 도통성을 가져오는 이방성 도전 접착제를 얻는 것이 가능한, 절연 피복 입자, 그리고, 당해 절연 피복 입자를 함유하는, 입자 함유 조성물 및 이방성 도전 접착제를 제공할 수 있다. 또, 본 발명에 의하면, 상기 서술한 절연 피복 입자를 효율적으로 제조하는 것이 가능한, 절연 피복 입자의 제조 방법을 제공할 수 있다.

도면

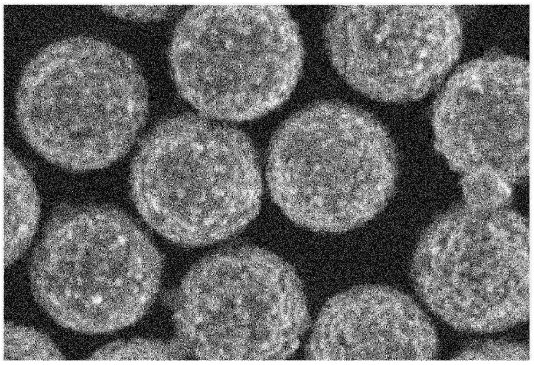
도면1



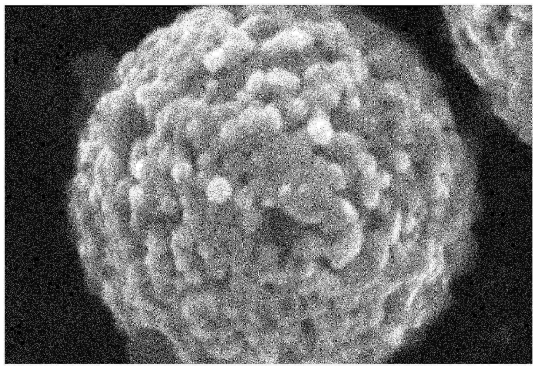
도면2


(a)
용매
중합성 단량체
(용매 중에서 용해)
도전성 입자
에너지 부여 전
(b)
절연성 중합체
도전성 입자
에너지 부여 후
(c)
절연성 중합체
도전성 입자
서랭 후

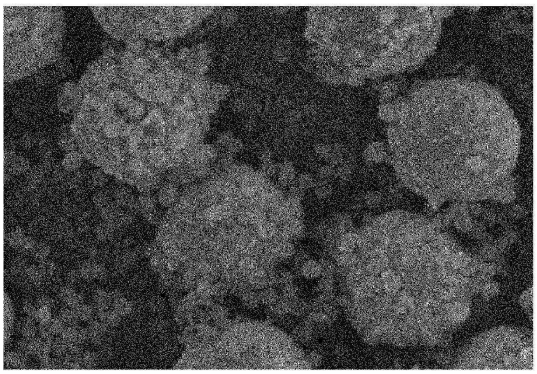
도면3a



도면3b



도면4a



도면4b

