(19)日本国特許庁(JP)　(12)公表特許公報(A)　(11)公表番号
特表2024-526577
(P2024-526577A)
(43)公表日　令和6年7月19日(2024.7.19)

(51)国際特許分類			FI			テーマコード（参考）
H01B	*1/22*	*(2006.01)*	H01B	1/22	A	5G301
C04B	*35/01*	*(2006.01)*	C04B	35/01		

審査請求　未請求　予備審査請求　未請求　（全21頁）

(21)出願番号　特願2023-579055(P2023-579055)
(86)(22)出願日　令和4年6月16日(2022.6.16)
(85)翻訳文提出日　令和6年2月15日(2024.2.15)
(86)国際出願番号　PCT/US2022/072979
(87)国際公開番号　WO2022/272224
(87)国際公開日　令和4年12月29日(2022.12.29)
(31)優先権主張番号　63/214,627
(32)優先日　令和3年6月24日(2021.6.24)
(33)優先権主張国・地域又は機関
米国(US)
(81)指定国・地域　AP(BW,GH,GM,KE,LR,LS,MW,MZ,NA,RW,SD,SL,ST,SZ,TZ,UG,ZM,ZW),EA(AM,AZ,BY,KG,KZ,RU,TJ,TM),EP(AL,AT,BE,BG,CH,CY,CZ,DE,DK,EE,ES,FI,FR,GB,GR,HR,HU,IE,IS,IT,LT,LU,LV,MC,
最終頁に続く

(71)出願人　523478687
デュポン チャイナ リミテッド
アメリカ合衆国デラウェア州１９８０３，ウィルミントン，パウダー・ミル・ロード ２００，エクスペリメンタル・ステーション，ビルディング ３０４
(74)代理人　100118902
弁理士　山本 修
(74)代理人　100106208
弁理士　宮前 徹
(74)代理人　100196508
弁理士　松尾 淳一
(74)代理人　100129458
弁理士　梶田 剛
(72)発明者　橘 勇介
最終頁に続く

(54)【発明の名称】　銅粒子を含む導電性ペーストおよび電子部品の製造のためのその使用

(57)【要約】
本明細書では、銅粒子、ガラスフリット、および有機ビヒクルを含む導電性ペーストを提供する。導電性ペーストは、誘電体フィルタなどの電子部品の前駆体として有用である。本明細書では、誘電体フィルタなどの電子部品の製造方法をさらに提供する。

【特許請求の範囲】
【請求項１】
導電性ペーストであって、（ｉ）０．８～２．６μｍのＤ$_{50}$を有するＣｕ粉末、（ｉｉ）ガラスフリット、および（ｉｉｉ）有機ビヒクルを含む、導電性ペースト。
【請求項２】
前記銅粉末が、１μｍ未満のサイズを有する粒子を５０％未満有する、請求項１に記載のペースト。
【請求項３】
前記銅粉末が、２μｍ未満のサイズを有する粒子を３２％を超えて有する、請求項１または２に記載のペースト。
【請求項４】
前記銅粉末が１．２～４．５μｍのＤ$_{90}$を有する、請求項１から３のいずれか一項に記載のペースト。
【請求項５】
前記銅粉末が１．５～５．５μｍのＤ$_{95}$を有する、請求項１から４のいずれか一項に記載のペースト。
【請求項６】
前記銅粉末が、０．８～２．８μｍの平均粒径を有する、請求項１から５のいずれか一項に記載のペースト。
【請求項７】
前記銅粉末が、懸濁媒体として水を使用してレーザー回折によって測定した場合に０．８～２．６μｍのＤ$_{50}$を有し、そして１μｍ未満のサイズを有する粒子を５０％未満有する、請求項１から６のいずれか一項に記載のペースト。
【請求項８】
前記銅粉末が球状の粒子を有する、請求項１から７のいずれか一項に記載のペースト。
【請求項９】
前記粒子が、１対１．２、好ましくは１対１．１のアスペクト比を有する、請求項８に記載のペースト。
【請求項１０】
前記銅粉末の比表面積が、０．１～８．０ｍ^2／ｇ、より好ましくは０．３～４．０ｍ^2／ｇ、特に好ましくは０．５～２．０ｍ^2／ｇである、請求項１から９のいずれか一項に記載のペースト。
【請求項１１】
前記銅粉末が、前記導電性ペーストの重量に基づいて、４０～９５重量パーセント（ｗｔ％）、より好ましくは５２～９３ｗｔ％、特に好ましくは６５～９２ｗｔ％で使用される、請求項１から１０のいずれか一項に記載のペースト。
【請求項１２】
前記ガラスフリットが、酸化ビスマス（Ｂｉ$_2$Ｏ$_3$）、酸化ホウ素（Ｂ$_2$Ｏ$_3$）、酸化亜鉛（ＺｎＯ）、酸化アルミニウム（Ａｌ$_2$Ｏ$_3$）、酸化ケイ素（ＳｉＯ$_2$）およびそれらの２種以上の混合物からなる群から選択される金属酸化物から製造される、請求項１から１１のいずれか一項に記載のペースト。
【請求項１３】
前記ガラスフリットが、Ｓｉ－Ｂ－Ｚｎガラス、Ｂｉ－Ｂ－Ｚｎガラス、またはそれらの混合物である、請求項１から１２のいずれか一項に記載のペースト。
【請求項１４】
前記ガラスフリットが鉛を含まない、請求項１から１３のいずれか一項に記載のペースト。
【請求項１５】
前記ガラスフリットが、少なくとも約３５０℃、４００℃、４５０℃、５００℃、または５５０℃の軟化点を有し、前記ガラスフリットの軟化点が、約９００℃以下、約８７５

℃以下、約８５０℃以下、約７５０℃以下、または約７００℃以下である、請求項１から１４のいずれか一項に記載のペースト。
【請求項１６】
前記ガラスフリットが、SiO_2、B_2O_3、Al_2O_3、Bi_2O_3、ＣａＯおよびＺｎＯを含む混合物から製造される、請求項１から１５のいずれか一項に記載のペースト。
【請求項１７】
前記ガラスフリットが、５～９ｗｔ％のSiO_2、５～１２ｗｔ％のB_2O_3、１～３ｗｔ％のAl_2O_3、６５～７５ｗｔ％のBi_2O_3、０．１～１ｗｔ％のＣａＯ、および８～１６ｗｔ％のＺｎＯを含む混合物から製造される、請求項１から１６のいずれか一項に記載のペースト。
【請求項１８】
前記ガラスフリットが、７．１ｗｔ％のSiO_2、８．４ｗｔ％のB_2O_3、２．１ｗｔ％のAl_2O_3、６９．８ｗｔ％のBi_2O_3、０．５ｗｔ％のＣａＯ、および１２．０ｗｔ％のＺｎＯを含む、請求項１から１７のいずれか一項に記載のペースト。
【請求項１９】
前記ガラスフリットの粒径（D_{50}）が、０．１～１５μｍ、より好ましくは０．５～１１μｍ、より特に好ましくは１．０～６．８μｍ、および１．５～４．５μｍである、請求項１から１８のいずれか一項に記載のペースト。
【請求項２０】
前記ガラスフリットが、前記導電性ペーストの総重量に基づいて、０．５～２ｗｔ％、より好ましくは０．７～１．８ｗｔ％、特に好ましくは０．８～１．５ｗｔ％で前記導電性ペースト中に使用される、請求項１から１９のいずれか一項に記載のペースト。
【請求項２２】
前記有機ビヒクルが、エチルセルロース、エチルヒドロキシエチルセルロース、ウッドロジン、フェノール樹脂、低級（$C_{1\sim6}$）アルコールのポリメタクリレート、およびそれらの混合物からなる群から選択される有機ポリマーを含む、請求項１から２１のいずれか一項に記載のペースト。
【請求項２３】
前記有機ポリマーが、前記有機ビヒクルの重量に基づいて、好ましくは０．１～５０ｗｔ％、０．５～４２ｗｔ％、１～３５ｗｔ％、２～２７ｗｔ％、および特に好ましくは３～１５ｗｔ％で使用される、請求項２２に記載のペースト。
【請求項２４】
前記有機ビヒクルが、テキサノール（２，２，４－トリメチル－１，３－ペンタンジオールモノイソブチレート）、エステルアルコール、テルピネオール、ケロシン、フタル酸ジブチル、ブチルカルビトール、ブチルカルビトールアセテート、ジブチルカルビトール、ヘキシレングリコール、二塩基性エステル、およびそれらの２種以上の混合物からなる群から選択される溶媒を含む、請求項１から２３のいずれか一項に記載のペースト。
【請求項２５】
前記溶媒が、前記有機ビヒクルの重量に基づいて、７５～９５ｗｔ％、より好ましくは８０～９３ｗｔ％、より特に好ましくは８５～９３ｗｔ％で使用される、請求項２４に記載のペースト。
【請求項２６】
前記有機ビヒクルが、エチルセルロースとテキサノールの混合物を含む、請求項１から２５のいずれか一項に記載のペースト。
【請求項２７】
前記有機ビヒクルが、前記有機ビヒクルの重量に基づいて、３～１５ｗｔ％のエチルセルロースおよび８５～９３ｗｔ％のテキサノールを含む、請求項１から２６のいずれか一項に記載のペースト。
【請求項２８】

前記有機ビヒクルが、前記導電性ペーストの重量に基づいて、５～３０ｗｔ％、より好ましくは６～１５ｗｔ％、特に好ましくは７～１０ｗｔ％で使用される、請求項１から２７のいずれか一項に記載のペースト。

【請求項２９】

電子部品を製造する方法であって、（ａ）セラミック基体を準備するステップと、（ｂ）請求項１から３０のいずれかに記載の導電性ペーストを前記セラミック基体上に適用するステップと、（ｃ）前記セラミック基体を、前記適用された導電性ペーストと共に焼成するステップとを含む、方法。

【請求項３０】

前記セラミック基体が、９～５０、より好ましくは１５～４５、特に好ましくは２０～４０の誘電率ε_γを有する、請求項２９に記載の方法。

【請求項３１】

前記セラミック基体が、Al_2O_3、$BaTi_4O_9$、$Ba_2Ti_9O_{20}$、$BaSnO_3$、$BaMgO_3$、$BaTaO_3$、$BaZrO_3$、Ba（ＺｒＴｉ）O_3、Ba（ＮｉＴａ）O_3、Ba（ＺｒＺｎＴａ）O_3、$Ba(Mg_{1/3}Ta_{2/3})O_3$、$Ba(Mg_{1/3}Nb_{2/3})O_3$、$Ba(Zn_{1/3}Ta_{2/3})O_3$、$Ba(Zn_{1/3}Nb_{2/3})O_3$、$Ba(Mn_{1/3}Ta_{2/3})O_3$、$CaTiO_3$、（ＣａＳｒＢａ）ZrO_3、$MgTiO_3$、$(Mg_{0.95}Ca_{0.05})TiO_3$、$SrZrO_3$、$Sr(Zn_{1/3}Nb_{2/3})O_3$、$Sr(Zn_{1/3}Ta_{2/3})O_3$、$ZrTiO_2$、$(Zr_{0.8}Sn_{0.2})TiO_4$、およびそれらの２種以上の混合物、から選択される、請求項２９または３０に記載の方法。

【請求項３２】

前記セラミック基体が、Al_2O_3、$MgTiO_3$、$(Mg_{0.95}Ca_{0.05})TiO_3$、$Ba(Mg_{1/3}Ta_{2/3})O_3$、$BaTi_4O_9$、$Ba_2Ti_9O_{20}$、$Ba(Zn_{1/3}Ta_{2/3})O_3$、および$Ba(Zn_{1/3}Nb_{2/3})O_3$、$(Zr_{0.8}Sn_{0.2})TiO_4$、およびそれらの２種以上の混合物、からなる群から選択される、請求項２９から３１のいずれか一項に記載の方法。

【請求項３３】

前記導電性ペーストを、スクリーン印刷、スプレーまたは浸漬によって適用する、請求項２９から３２のいずれか一項に記載の方法。

【請求項３４】

前記導電性ペーストを、前記焼成ステップの前に乾燥させる、請求項２９から３３のいずれか一項に記載の方法。

【請求項３５】

前記焼成ステップを、６００～１１００℃、６５０～１０５０℃、または８００～１０００℃で実行する、請求項２９から３４のいずれか一項に記載の方法。

【請求項３６】

前記焼成ステップを、窒素、アルゴンまたは真空下などの酸素不足雰囲気下で実行する、請求項２９から３５のいずれか一項に記載の方法。

【請求項３７】

前記焼成を、３～３０分、５～２０分、または７～１５分間実行する、請求項２９から３６のいずれか一項に記載の方法。

【請求項３８】

前記電子部品が誘電体フィルタである、請求項２９から３７のいずれか一項に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【０００１】

本発明は、電子部品の分野に関し、詳細には、基体（ｓｕｂｓｔｒａｔｅ）上に堆積された電極、およびそのような電極を用いて製造された誘電体フィルタなどの部品に関する

。
【背景技術】
【０００２】
本発明が関係する従来技術をより完全に説明するために、いくつかの特許および刊行物をこの明細書で引用する。これらの特許および刊行物のそれぞれの全開示は、参照により本明細書に組み込まれる。
【０００３】
通信システムでは、さまざまな周波数の電波が使用される。用途に応じて、特定の範囲の周波数が割り当てられる。
帯域フィルタは、設計対象の周波数範囲を選択し、選択されていない周波数を拒否する。金属空洞フィルタおよび誘電体フィルタなど、いくつかのタイプのフィルタが知られている。誘電体フィルタには、小型化および軽量化が可能であり、信頼性が高く、製造コストが比較的低いという利点がある。
【発明の概要】
【発明が解決しようとする課題】
【０００４】
製造の柔軟性を与え、場合によってはコストが削減される、さまざまな材料で作製された誘電体フィルタの必要性が存在する。
【課題を解決するための手段】
【０００５】
第１の態様では、本発明は、導電性ペーストであって、（ｉ）０．８～２．６μｍのＤ$_{50}$を有するＣｕ粉末、（ｉｉ）ガラスフリット、および（ｉｉｉ）有機ビヒクルを含む、導電性ペーストを提供する。
【０００６】
第２の態様では、本発明は、電子部品を製造する方法であって、（ａ）セラミック基体を準備するステップと、（ｂ）セラミック基体上に導電性ペーストを適用するステップであり、導電性ペーストが、（ｉ）０．８～２．６μｍのＤ$_{50}$を有するＣｕ粉末、（ｉｉ）ガラスフリット、および（ｉｉｉ）有機ビヒクルを含む、ステップと、（ｃ）セラミック基体および適用された導電性ペーストを焼成するステップとを含む、方法を提供する。
【発明を実施するための形態】
【０００７】
本発明者らは、驚くべきことに、０．８～２．６μｍのＤ$_{50}$を有する銅粒子で作製された導電性ペーストが、セラミック基体上に焼結された場合、特に品質係数で測定して良好な結果を与えることを発見した。
【０００８】
一実施形態では、本発明は導電性ペーストを提供し、導電性ペーストは、（ｉ）０．８～２．６μｍのＤ$_{50}$を有するＣｕ粉末、（ｉｉ）ガラスフリット、および（ｉｉｉ）有機ビヒクルを含む。銅粉末、ガラスフリット、および有機ビヒクルの重量パーセンテージの合計は、導電性ペーストの総重量に基づいて、１００ｗｔ％である。
【０００９】
銅粉末
銅粉末は、好ましくは純銅粉末である。また、有機材料によって全体的または部分的に被覆された銅粉末、および酸化銅によって全体的または部分的に被覆された銅粉末も好適である。純銅粉末は、被覆、非被覆、または部分被覆にかかわらず、好ましくは、少なくとも９９．０ｗｔ％、少なくとも９９．５ｗｔ％、少なくとも９９．９ｗｔ％、または少なくとも９９．９９ｗｔ％の元素状銅を含む。
【００１０】
懸濁媒体として水を使用し、ＭＩＥ理論に基づいて計算して、ＡＳＴＭＢ８２２－２０法によるレーザー回折によって測定した場合、０．８～２．６μｍのＤ$_{50}$を有する限り、任意の銅粉末が本発明での使用に好適である。

【００１１】
好ましい実施形態では、銅粉末は、懸濁媒体として水を使用し、レーザー回折によって測定した場合、０．８～２．５μｍ、より好ましくは０．９～２．５μｍ、より特に好ましくは１．０～２．４μｍのＤ$_{50}$を有する。
【００１２】
好ましい実施形態では、銅粉末は、水を懸濁媒体として使用し、レーザー回折によって測定した場合、１～２．６μｍの平均粒径を有する。粒径の測定方法は、銅粉末のＤ$_{50}$を決定するために上述したのと同じである。
【００１３】
別の好ましい実施形態では、銅粉末は、懸濁媒体として水を使用し、レーザー回折によって測定した場合、１μｍ未満のサイズを有する粒子を２．９～３９．８％有する。
別の好ましい実施形態では、銅粉末は、懸濁媒体として水を使用し、レーザー回折によって測定した場合、２μｍ未満のサイズを有する粒子を３６～９８％有する。
【００１４】
好ましい実施形態では、銅粉末は、１μｍ未満のサイズを有する粒子を５０％未満有する。
別の好ましい実施形態では、銅粉末は、２μｍ未満のサイズを有する粒子を３２％を超えて有する。
【００１５】
別の好ましい実施形態では、銅粉末は、懸濁媒体として水を使用し、レーザー回折によって測定した場合、０．５～１．０μｍのＤ$_{5}$を有する。
別の好ましい実施形態では、銅粉末は、懸濁媒体として水を使用し、レーザー回折によって測定した場合、０．６～１．２μｍのＤ$_{10}$を有する。
【００１６】
別の好ましい実施形態では、銅粉末は、懸濁媒体として水を使用し、レーザー回折によって測定した場合、１．２～４．５μｍ、好ましくは１．５～４．３μｍのＤ$_{90}$を有する。
【００１７】
別の好ましい実施形態では、銅粉末は、懸濁媒体として水を使用し、レーザー回折によって測定した場合、１．５～５．５μｍ、好ましくは１．７～５．１μｍのＤ$_{95}$を有する。
【００１８】
別の好ましい実施形態では、銅粉末は、１．０～２．６μｍの平均粒径を有する。
特に好ましい実施形態では、銅粉末は、懸濁媒体として水を使用してレーザー回折によって測定した場合に０．８～２．６μｍのＤ$_{50}$を有し、そして１μｍ未満のサイズを有する粒子を５０％未満有する。
【００１９】
別の特に好ましい実施形態では、銅粉末は、懸濁媒体として水を使用してレーザー回折によって測定した場合に０．８～２．６μｍのＤ$_{50}$を有し、そして２μｍ未満のサイズを有する粒子を３２％を超えて有する。
【００２０】
別の特に好ましい実施形態では、銅粉末は、懸濁媒体として水を使用してレーザー回折によって測定した場合に０．８～２．６μｍのＤ$_{50}$を有し、１μｍ未満のサイズを有する粒子を５０％未満有し、そして２μｍ未満のサイズを有する粒子を３２％を超えて有する。
【００２１】
特に好ましい実施形態では、銅粉末は、懸濁媒体として水を使用し、レーザー回折によって測定した場合、０．８～２．６μｍのＤ$_{50}$および１．２～４．５μｍのＤ$_{90}$を有する。
【００２２】

別の好ましい実施形態では、銅粉末は、懸濁媒体として水を使用し、レーザー回折によって測定した場合、０．５～１．０μmのD$_5$および１．０～２．４μmのD$_{50}$を有する。

【００２３】

別の好ましい実施形態では、銅粉末は、懸濁媒体として水を使用し、レーザー回折によって測定した場合、０．６～１．２μmのD$_{10}$および１．０～２．４μmのD$_{50}$を有する。

【００２４】

別の好ましい実施形態では、銅粉末は、懸濁媒体として水を使用し、レーザー回折によって測定した場合、１．５～４．３μmのD$_{90}$および１．０～２．４μmのD$_{50}$を有する。

【００２５】

別の好ましい実施形態では、銅粉末は、懸濁媒体として水を使用し、レーザー回折によって測定した場合、１．７～５．１μmのD$_{95}$および１．０～２．４μmのD$_{50}$を有する。

【００２６】

別の好ましい実施形態では、銅粉末は、懸濁媒体として水を使用し、レーザー回折によって測定した場合、０．５～１．０μmのD$_5$、０．６～１．２μmのD$_{10}$、および１．０～２．４μmのD$_{50}$、１．５～４．３μmのD$_{90}$、１．７～５．１μmのD$_{95}$および１．０～２．４μmのD$_{50}$を有する。

【００２７】

銅粉粒子の形状は特に限定されないが、球状の粒子が好ましい。球状とは、倍率４００～５５００倍、好ましくは倍率５０００倍の走査型電子顕微鏡下で大体等長に見える（すなわち、どの軸においてもおよそ同じ寸法を有する）粒子を意味する。好ましくは、粒子はまた、１対１．２、より好ましくは１対１．１のアスペクト比を有する。

【００２８】

銅粉末の比表面積（ＳＡ）は、好ましくは０．１～８．０m^2／g、より好ましくは０．３～４．０m^2／g、特に好ましくは０．５～２．０m^2／gである。比表面積は、Ｑｕａｎｔａｃｈｒｏｍｅ　Ｉｎｓｔｒｕｍｅｎｔｓ　Ｃｏｒｐｏｒａｔｉｏｎ製のＭｏｎｏｓｏｒｂ（商標）などの装置を用いて、ＡＳＴＭ　Ｂ９２２－２２などのＢＥＴ法によって測定することができる。

【００２９】

銅の粒径が小さすぎると、焼成プロセス中の焼結が速すぎてクラックが発生しやすくなる。クラックがひどい場合、焼結銅膜が剥離するか、または導電率が大幅に低下する場合がある。銅の粒径が大きすぎると、焼結が十分に行われず、銅焼結膜の導電性が十分に達成されない場合があるか、または銅焼結膜は内部にボイドが発生して導電性が妨害されてしまう場合がある。

【００３０】

銅粉末は、導電性ペーストの重量に基づいて、好ましくは４０～９５重量パーセント（ｗｔ％）、より好ましくは５２～９３ｗｔ％、特に好ましくは６５～９２ｗｔ％で使用される。

【００３１】

好適な銅粉末は、多くの周知の供給業者から市販されている。

ガラスフリット

ガラスフリットは、焼結された導電性ペーストのセラミック基体への接着性を高めるように機能する。この機能を果たす任意のガラスが、本明細書に記載の導電性ペーストでの使用に好適である。その化学組成は、別様には限定されない。

【００３２】

一実施形態では、ガラスフリットは、酸化ビスマス（Ｂｉ$_2$Ｏ$_3$）、酸化ホウ素（Ｂ$_2$Ｏ$_3$）、酸化亜鉛（ＺｎＯ）、酸化アルミニウム（Ａｌ$_2$Ｏ$_3$）、酸化ケイ素（ＳｉＯ$_2$

）およびそれらの２種以上の混合物からなる群から選択される金属酸化物から製造される。

【００３３】

別の実施形態では、ガラスフリットは、Ｓｉ－Ｂ－Ｚｎガラス、Ｂｉ－Ｂ－Ｚｎガラス、またはそれらの混合物である。

一実施形態では、鉛（Ｐｂ）も酸化鉛もガラスフリットに意図的に添加されない。別の実施形態では、ガラスフリットは、１００ｐｐｍ未満、５０ｐｐｍ未満、５ｐｐｍ未満、または１ｐｐｍ未満の鉛を含む。

【００３４】

ガラスフリットの軟化点は、好ましくは少なくとも約３５０℃、４００℃、４５０℃、５００℃、または５５０℃である。加えて、ガラスフリットの軟化点は、好ましくは約９００℃以下、約８７５℃以下、約８５０℃以下、約７５０℃以下、または約７００℃以下である。一部の好ましい実施形態では、ガラスフリットの軟化点は、約５２４℃である。

【００３５】

好ましい実施形態では、ガラスフリットは、SiO_2、B_2O_3、Al_2O_3、Bi_2O_3、ＣａＯおよびＺｎＯを含む混合物から調製される。

特に好ましい実施形態では、ガラスフリットは、ガラスフリットの総重量に基づいて、５～９ｗｔ％のSiO_2、５～１２ｗｔ％のB_2O_3、１～３ｗｔ％のAl_2O_3、６５～７５ｗｔ％のBi_2O_3、０．１～１ｗｔ％のＣａＯ、および８～１６ｗｔ％のＺｎＯを含む混合物から調製される。より好ましい実施形態では、ガラスフリットは、ガラスフリットの総重量に基づいて、７．１ｗｔ％のSiO_2、８．４ｗｔ％のB_2O_3、２．１ｗｔ％のAl_2O_3、６９．８ｗｔ％のBi_2O_3、０．５ｗｔ％のＣａＯ、および１２．０ｗｔ％のＺｎＯを含む混合物から調製される。ガラスフリットを製造する成分の重量パーセンテージの合計は１００ｗｔ％である。

【００３６】

ガラスフリットの粒径（D_{50}）は、好ましくは０．１～１５μｍ、より好ましくは０．５～１１μｍ、より特に好ましくは１．０～６．８μｍ、および別の実施形態では１．５～４．５μｍである。粒径（D_{50}）は、懸濁媒体として水を使用し、例えば、Ｍｉｃｒｏｔｒａｃモデル Ｓ－３５００を使用したレーザー散乱法によって測定することができる。粒径の測定方法は、銅粉末のD_{50}を決定するために上述したのと同じである。

【００３７】

ガラスフリットは、導電性ペーストの総重量に基づいて、好ましくは０．５～２ｗｔ％、より好ましくは０．７～１．８ｗｔ％、特に好ましくは０．８～１．５ｗｔ％のレベルで導電性ペースト中に使用される。

【００３８】

好適なガラスフリットは、当技術分野で周知の方法、例えば、Ｊａｃｏｂ Ｈｏｒｍａｄａｌｙにより発行された米国特許第５，４３９，８５２号に記載されている方法によって調製することができる。本明細書に記載されるガラスフリットのすべてではないが、一部は、周知の供給業者から市販されている場合がある。

【００３９】

有機ビヒクル

導電性粉末およびガラスフリットを有機ビヒクル中に分散させて導電性ペーストを形成する。好ましくは、導電性ペーストは、例えばスクリーン印刷、スプレーまたは浸漬などの従来の手段によって基体に適用するのに好適な粘度を有する。

【００４０】

有機ビヒクルは、好ましくは、有機ポリマーおよび溶媒、または少なくとも１種の有機ポリマーおよび少なくとも１種の有機溶媒を含む。ある特定の実施形態では、有機ポリマーは、エチルセルロース、エチルヒドロキシエチルセルロース、ウッドロジン、フェノール樹脂、低級（$C_{1\sim6}$）アルコールのポリメタクリレート、およびそれらの２種以上の混合物からなる群から選択することができる。

【００４１】
有機ポリマーは、有機ビヒクルの重量に基づいて、好ましくは０．１～５０ｗｔ％、０．５～４２ｗｔ％、１～３５ｗｔ％、２～２７ｗｔ％、および特に好ましくは３～１５ｗｔ％のレベルで使用される。
【００４２】
溶媒は、好ましくは、テキサノール（２，２，４－トリメチル－１，３－ペンタンジオールモノイソブチレート）、エステルアルコール、テルピネオール、ケロシン、フタル酸ジブチル、ブチルカルビトール、ブチルカルビトールアセテート、ジブチルカルビトール、ヘキシレングリコール、二塩基性エステル、およびそれらの２種以上の混合物からなる群から選択される。溶媒は、有機ポリマーがそこで容易に溶解するように選択される。
【００４３】
有機ポリマーは、有機ビヒクルの重量に基づいて、５０～９９．９ｗｔ％、４８～９９．５ｗｔ％、６５～９９ｗｔ％、７３～９８ｗｔ％、好ましくは７５～９５ｗｔ％、より好ましくは８０～９３ｗｔ％、より特に好ましくは８５～９３または９７ｗｔ％のレベルで使用される。
【００４４】
好ましい実施形態では、有機ビヒクルは、エチルセルロースとテキサノールの混合物を含む。特に好ましくは、有機ビヒクルは、有機ビヒクルの重量に基づいて、３～１５ｗｔ％のエチルセルロースおよび８５～９３または９７ｗｔ％のテキサノールを含む。
【００４５】
有機ビヒクルは、任意選択で有機添加剤を含んでもよい。有機添加剤は、一実施形態における、増粘剤、安定剤、粘度調整剤、界面活性剤、およびチキソトロピー剤のうちの１種または複数であり得る。有機添加剤の量は、得られる導電性ペーストの所望の特性に依存する。
【００４６】
存在する場合、任意選択の有機添加剤は、有機ビヒクルの総重量に基づいて、好ましくは、最大２５ｗｔ％、最大１０ｗｔ％、最大５ｗｔ％、最大２ｗｔ％、または最大１ｗｔ％のレベルで使用される。有機ポリマー、溶媒、および存在する場合には任意選択の有機添加剤の重量パーセンテージの合計は、有機ビヒクルの総重量に基づいて１００ｗｔ％である。
【００４７】
有機ビヒクルは、導電性ペーストの重量に基づいて、好ましくは５～３０ｗｔ％、より好ましくは６～１５ｗｔ％、特に好ましくは７～１０ｗｔ％のレベルで使用される。
<u>他の成分</u>
導電性ペーストは、１つまたは複数の他の成分をさらに含んでもよい。他の成分として使用するのに好適な材料および他の成分の好適な量は、Ｙｕｓｕｋｅ　Ｔａｃｈｉｂａｎａによって発行された米国特許第１１，２２８，０８０号に記載されている。簡単に説明すると、他の成分には有機材料および無機添加剤が含まれる。好ましい有機材料としては、増粘剤、安定剤、粘度調整剤、界面活性剤、およびチキソトロピー剤が挙げられるが、これらに限定されない。好ましい無機添加剤としては、酸化銅（ＣｕＯ、Ｃｕ２Ｏ）、酸化鉄（ＦｅＯ、Ｆｅ２Ｏ３）、酸化亜鉛（ＺｎＯ）、酸化チタン（ＴｉＯ２）、リチウムルテニウム酸化物（Ｌｉ２ＲｕＯ３）、およびこれらの酸化物のうちの２種以上の組み合わせ、からなる群から選択される金属酸化物が挙げられるが、これらに限定されない。また好ましくは、金属酸化物は、０．１～１０μｍのＤ５０を有する粉末である。
【００４８】
<u>導電性ペーストの製造方法</u>
本発明の導電性ペーストは、銅粉末、ガラスフリット、および存在する場合には他の成分を、分散機などのミキサー内の有機ビヒクル中に分散させ、例えば３本ロールミルを使用して混合物を均質化することによって製造する。
【００４９】

電子部品およびその製造方法

本発明はまた、電子部品を製造する方法であって、（ａ）セラミック基体を準備するステップと、（ｂ）セラミック基体上に導電性ペーストを適用するステップであり、導電性ペーストが、（ｉ）０．８～２．６μｍのＤ$_{50}$を有する銅粉末、（ｉｉ）ガラスフリット、および（ｉｉｉ）有機ビヒクルを含む、ステップと、（ｃ）セラミックを、適用された導電性ペーストと共に焼成するステップとを含む、方法を提供する。

【００５０】

セラミック基体は、好ましくは９～５０であり、より好ましくは１５～４５であり、特に好ましくは２０～４０の誘電率、ε_γを有する。セラミック基体の誘電率は、公知の方法、例えば５ＧＨｚにおけるＡＳＴＭ規格Ｄ２５２０（２０１３）の方法により測定することができる。このようなセラミック基体は、例えば無線周波数範囲で使用されるセラミックフィルタに好適である。より具体的には、このようなセラミック基体は、１ＧＨｚ～１０ＧＨｚの範囲での使用に好適である。

【００５１】

好ましいセラミック基体には、ある特定の金属酸化物成分で作製されたものが含まれる。

セラミック基体の金属成分は、例えば、Ａｌ、Ｂａ、Ｃａ、Ｌａ、Ｍｇ、Ｍｎ、Ｎｂ、Ｎｄ、Ｎｉ、Ｐｂ、Ｓｍ、Ｓｎ、Ｓｒ、Ｔａ、Ｔｉ、Ｚｎ、Ｚｒ、およびこれらの２種以上の混合物からなる群から選択される。一部の実施形態では、セラミック基体は、少なくとも６０ｍｏｌ％、少なくとも７０ｍｏｌ％、少なくとも８０ｍｏｌ％、少なくとも９０ｍｏｌ％、少なくとも９５ｍｏｌ％、または１００ｍｏｌ％の、この群から選択される１つ又は複数の金属成分を含む。一実施形態では、セラミック基体の金属成分に他の金属が含まれる。

【００５２】

セラミック基体としては、特に限定されないが、例えば、Al_2O_3、$BaTi_4O_9$、$Ba_2Ti_9O_{20}$、$BaSnO_3$、$BaMgO_3$、$BaTaO_3$、$BaZrO_3$、$Ba(ZrTi)O_3$、$Ba(NiTa)O_3$、$Ba(ZrZnTa)O_3$、$Ba(Mg_{1/3}Ta_{2/3})O_3$、$Ba(Mg_{1/3}Nb_{2/3})O_3$、$Ba(Zn_{1/3}Ta_{2/3})O_3$、$Ba(Zn_{1/3}Nb_{2/3})O_3$、$Ba(Mn_{1/3}Ta_{2/3})O_3$、$CaTiO_3$、$(CaSrBa)ZrO_3$、$MgTiO_3$、$(Mg_{0.95}Ca_{0.05})TiO_3$、$SrZrO_3$、$Sr(Zn_{1/3}Nb_{2/3})O_3$、$Sr(Zn_{1/3}Ta_{2/3})O_3$、$ZrTiO_2$、$(Zr_{0.8}Sn_{0.2})TiO_4$、およびそれらの２種以上の混合物、から選択してもよい。好ましい実施形態では、セラミック基体は、Al_2O_3、$MgTiO_3$、$(Mg_{0.95}Ca_{0.05})TiO_3$、$Ba(Mg_{1/3}Ta_{2/3})O_3$、$BaTi_4O_9$、$Ba_2Ti_9O_{20}$、$Ba(Zn_{1/3}Ta_{2/3})O_3$、および$Ba(Zn_{1/3}Nb_{2/3})O_3$、$(Zr_{0.8}Sn_{0.2})TiO_4$、からなる群から選択される。

【００５３】

セラミック基体は、表面処理されていてもよい。例えば、平滑化されていてもよいし、粗面化されていてもよい。プライマー層を使用することもできる。プライマー層は、例えば、化学蒸着またはメッキによって形成することができる。

【００５４】

本発明の導電性ペーストは、セラミック基体上に適用する。導電性ペーストは、例えば、スクリーン印刷、スプレーまたは浸漬によって適用することができる。別の実施形態では、導電性ペーストは、スクリーン印刷によって適用する。

【００５５】

導電性ペーストは、セラミック基体の表面全体に適用しても、表面の一部に適用してもよい。

導電性ペーストの粘度は、選択した適用方法に好適であるように調整することができる。粘度を調整するための好適な方法には、導電性ペースト中の有機ビヒクルの量を調整すること、有機ビヒクル中の溶媒と有機ポリマーの比率を調整すること、有機ポリマーの分

子量を調整すること、別の有機ポリマーを選択すること、または別の溶媒を選択すること、が含まれる。これらの方法のうちの２つ以上を組み合わせて使用してもよい。

【００５６】

印刷による適用の場合、好ましい粘度範囲は２００～４５０Ｐａ・ｓである。浸漬による適用の場合、好ましくは、粘度は４～１０Ｐａ・ｓの範囲である。スプレーによる適用の場合、好ましい粘度範囲は０．５～４Ｐａ・ｓである。

【００５７】

好ましくは、導電性ペーストの粘度は、１０ｒｐｍでスピンドルＳＣ４－１４を使用するＢｒｏｏｋｆｉｅｌｄ　ＨＢＴ、１０ｒｐｍでスピンドルＳＣ４－１４を使用するＲＶＴ、または１０ｒｐｍでスピンドルＳＣ４－１４を使用するＬＶＴによって測定して、０．５～４５０Ｐａ・ｓ、別の実施形態では１～４００Ｐａ・ｓ、別の実施形態では５～３５０Ｐａ・ｓ、別の実施形態では１０～３００Ｐａ・ｓである。

【００５８】

導電性ペーストは、典型的には、一実施形態では５～４０μｍの厚さ、別の実施形態では７～３０μｍの厚さ、別の実施形態では１０～２０μｍの厚さ、または別の実施形態では７～１６μｍの厚さで適用する。厚さが５μｍより大幅に小さい場合、品質係数は低下する。厚さが４０μｍを大幅に超えると、剥離が問題になる場合がある。

【００５９】

導電性ペーストは、セラミック基体に適用した後、焼成ステップ前に任意選択で乾燥させてもよい。典型的な乾燥条件は、３～３０分間、５０～２５０°Ｃ、または１００～１５０°Ｃである。乾燥は、揮発性要素を除去し、導電層を改善するのに役立つ。乾燥せずに焼成すると、膨れまたはボイドの形成がもたらされる場合がある。

【００６０】

導電性ペーストが適用されたセラミック基体を焼成して、基体上でペーストを焼結させる。このプロセスにより、電子部品を製造する。焼成プロセス中、ガラスフリットは温度の上昇とともに徐々に軟化し、最終的には流動する。同時に、プロセス中にガラスフリットが銅粉末の焼結を促進し、それにより導電層が形成される。さらに、融解したガラスは、セラミック基体と反応する。このように、ガラス層は、セラミック基体と焼結した導電性ペーストの銅金属が豊富な上層との間に形成される。

【００６１】

焼成ピーク温度は、好ましくは６００～１１００℃、別の実施形態では６５０～１０５０℃、別の実施形態では８００～１０００℃である。ピーク温度での焼成時間は、好ましくは３～３０分、５～２０分、または７～１５分である。焼成は、好ましくは、酸素不足条件下、例えば、窒素もしくはアルゴンのブランケット下、または真空下で実行する。

【００６２】

電子部品は、例えば無線周波数範囲で使用される。より具体的には、電子部品は、１ＧＨｚ～１０ＧＨｚで使用されるフィルタに好適である。好ましい実施形態では、電子部品は、誘電体フィルタである。

【００６３】

セラミック基体がAl_2O_3であり、品質係数を実施例で使用される方法に従って２．７ＧＨｚで測定する場合、品質係数は、好ましくは２，５５０超、より好ましくは２，６００超、より特に好ましくは２，７５０超、または２，８００超である。

【００６４】

セラミック基体が$Mg_{0.95}Ca_{0.05}TiO_3$であり、品質係数を実施例で使用される方法に従って２．６ＧＨｚで測定する場合、品質係数は、好ましくは２，２００超、より好ましくは２，３００超である。

【００６５】

特に好ましい実施形態

１．導電性ペーストであって、（ｉ）０．８～２．６μｍのD_{50}を有するＣｕ粉末、（ｉｉ）ガラスフリット、および（ｉｉｉ）有機ビヒクルを含む、前記導電性ペースト。

２．電子部品を製造する方法であって、（ａ）セラミック基体を準備するステップと、（ｂ）セラミック基体上に導電性ペーストを適用するステップであり、導電性ペーストが、（ｉ）０．８～２．６μｍのＤ$_{５０}$を有するＣｕ粉末、（ｉｉ）ガラスフリット、および（ｉｉｉ）有機ビヒクルを含む、ステップと、（ｃ）適用された導電性ペーストを焼成するステップとを含む、方法。
３．銅粉末が、１μｍ未満のサイズを有する粒子を５０％未満有する、実施形態１または２。
４．銅粉末が、２μｍ未満のサイズを有する粒子を３２％を超えて有する、実施形態１、２または３。
５．銅粉末が１．２～４．５μｍのＤ$_{９０}$を有する、いずれか１つの先行する実施形態。
６．銅粉末が１．５～５．５μｍのＤ$_{９５}$を有する、いずれか１つの先行する実施形態。
７．銅粉末が、０．８～２．８μｍの平均粒径を有する、いずれか１つの先行する実施形態。
８．銅粉末が、懸濁媒体として水を使用してレーザー回折によって測定した場合に０．８～２．６μｍのＤ$_{５０}$を有し、そして１μｍ未満のサイズを有する粒子を５０％未満有する、いずれか１つの先行する実施形態。
９．銅粉末が、懸濁媒体として水を使用し、レーザー回折によって測定した場合、０．５～１．０μｍのＤ$_{５}$を有する、いずれか１つの先行する実施形態。
１０．銅粉末が、懸濁媒体として水を使用し、レーザー回折によって測定した場合、０．６～１．２μｍのＤ$_{１０}$を有する、いずれか１つの先行する実施形態。
１１．銅粉末が、懸濁媒体として水を使用し、レーザー回折によって測定した場合、１．２～４．５μｍ、好ましくは１．５～４．３μｍのＤ$_{９０}$を有する、いずれか１つの先行する実施形態。
１２．銅粉末が、懸濁媒体として水を使用し、レーザー回折によって測定した場合、１．５～５．５μｍ、好ましくは１．７～５．１μｍのＤ$_{９５}$を有する、いずれか１つの先行する実施形態。
９．銅粉末が、懸濁媒体として水を使用し、レーザー回折によって測定した場合、０．５～１．０μｍのＤ$_{５}$および１．０～２．４μｍのＤ$_{５０}$を有する、いずれか１つの先行する実施形態。
１０．銅粉末が、懸濁媒体として水を使用し、レーザー回折によって測定した場合、０．６～１．２μｍのＤ$_{１０}$および１．０～２．４μｍのＤ$_{５０}$を有する、いずれか１つの先行する実施形態。
１１．銅粉末が、懸濁媒体として水を使用し、レーザー回折によって測定した場合、１．５～４．３μｍのＤ$_{９０}$および１．０～２．４μｍのＤ$_{５０}$を有する、いずれか１つの先行する実施形態。
１２．銅粉末が、懸濁媒体として水を使用し、レーザー回折によって測定した場合、１．７～５．１μｍのＤ$_{９５}$および１．０～２．４μｍのＤ$_{５０}$を有する、いずれか１つの先行する実施形態。
１３．銅粉末が、懸濁媒体として水を使用し、レーザー回折によって測定した場合、０．５～１．０μｍのＤ$_{５}$、０．６～１．２μｍのＤ$_{１０}$、および１．０～２．４μｍのＤ$_{５０}$、１．５～４．３μｍのＤ$_{９０}$、１．７～５．１μｍのＤ$_{９５}$および１．０～２．４μｍのＤ$_{５０}$を有する、いずれか１つの先行する実施形態。
１４．銅粉末が球状の粒子を有する、いずれか１つの先行する実施形態。
１５．銅粒子が、１対１．２、好ましくは１対１．１のアスペクト比を有する、いずれか１つの先行する実施形態。
１６．銅粉末の比表面積が、０．１～８．０ｍ^{２}／ｇ、より好ましくは０．３～４．０ｍ^{２}／ｇ、特に好ましくは０．５～２．０ｍ^{２}／ｇである、いずれか１つの先行する実施形態。
１７．銅粉末が、導電性ペーストの重量に基づいて、４０～９５重量パーセント（ｗｔ％）、より好ましくは５２～９３ｗｔ％、特に好ましくは６５～９２ｗｔ％で使用される、

いずれか１つの先行する実施形態。
１８．ガラスフリットが、酸化ビスマス（Bi_2O_3）、酸化ホウ素（B_2O_3）、酸化亜鉛（ＺｎＯ）、酸化アルミニウム（Al_2O_3）、酸化ケイ素（SiO_2）およびそれらの混合物からなる群から選択される金属酸化物を含む、いずれか１つの先行する実施形態。
１９．ガラスフリットが、Ｓｉ－Ｂ－Ｚｎガラス、Ｂｉ－Ｂ－Ｚｎガラス、またはそれらの混合物である、いずれか１つの先行する実施形態。
２０．ガラスフリットが鉛を含まない、いずれか１つの先行する実施形態。
２１．ガラスフリットが、少なくとも約３５０℃、４００℃、４５０℃、５００℃、または５５０℃の軟化点を有する、いずれか１つの先行する実施形態。加えて、ガラスフリットの軟化点は、好ましくは約９００℃以下、約８７５℃以下、約８５０℃以下、約７５０℃以下、または約７００℃以下である。一部の好ましい実施形態では、ガラスフリットの軟化点は、約５２４℃である。
２２．ガラスフリットが、SiO_2、B_2O_3、Al_2O_3、Bi_2O_3、ＣａＯおよびＺｎＯを含む、いずれか１つの先行する実施形態。
２３．ガラスフリットが、５～９ｗｔ％のSiO_2、５～１２ｗｔ％のB_2O_3、１～３ｗｔ％のAl_2O_3、６５～７５ｗｔ％のBi_2O_3、０．１～１ｗｔ％のＣａＯ、および８～１６ｗｔ％のＺｎＯを含む、いずれか１つの先行する実施形態。
２４．ガラスフリットが、７．１ｗｔ％のSiO_2、８．４ｗｔ％のB_2O_3、２．１ｗｔ％のAl_2O_3、６９．８ｗｔ％のBi_2O_3、０．５ｗｔ％のＣａＯ、および１２．０ｗｔ％のＺｎＯを含む、いずれか１つの先行する実施形態。ガラスフリットは、５２４℃の軟化点を有する。
２８．ガラスフリットの粒径（D_{50}）が、０．１～１５μｍ、より好ましくは０．５～１１μｍ、より特に好ましくは１．０～６．８μｍ、および１．５～４．５μｍである、いずれか１つの先行する実施形態。
２９．ガラスフリットが、導電性ペーストの総重量に基づいて、０．５～２ｗｔ％、より好ましくは０．７～１．８ｗｔ％、特に好ましくは０．８～１．５ｗｔ％で導電性ペースト中に使用される、いずれか１つの先行する実施形態。
３０．有機ビヒクルが、エチルセルロース、エチルヒドロキシエチルセルロース、ウッドロジン、フェノール樹脂、低級（$C_{1\sim6}$）アルコールのポリメタクリレート、およびそれらの混合物からなる群から選択される有機ポリマーを含む、いずれか１つの先行する実施形態。
３１．有機ポリマーが、有機ビヒクルの重量に基づいて、好ましくは０．１～５０ｗｔ％、０．５～４２ｗｔ％、１～３５ｗｔ％、２～２７ｗｔ％、および特に好ましくは３～１５ｗｔ％で使用される、実施形態３０。
３２．有機ビヒクルが、テキサノール（２，２，４－トリメチル－１，３－ペンタンジオールモノイソブチレート）、エステルアルコール、テルピネオール、ケロシン、フタル酸ジブチル、ブチルカルビトール、ブチルカルビトールアセテート、ジブチルカルビトール、ヘキシレングリコール、二塩基性エステル、およびそれらの混合物からなる群から選択される溶媒を含む、いずれか１つの先行する実施形態。
３３．溶媒が、有機ビヒクルの重量に基づいて、７５～９５ｗｔ％、より好ましくは８０～９３ｗｔ％、より特に好ましくは８５～９３ｗｔ％で使用される、実施形態３２。
３４．有機ビヒクルが、エチルセルロースとテキサノールの混合物を含む、いずれか１つの先行する実施形態。
３５．有機ビヒクルが、有機ビヒクルの重量に基づいて、３～１５ｗｔ％のエチルセルロースおよび８５～９３ｗｔ％のテキサノールを含む、いずれか１つの先行する実施形態。
３６．有機ビヒクルが、導電性ペーストの重量に基づいて、５～３０ｗｔ％、より好ましくは６～１５ｗｔ％、特に好ましくは７～１０ｗｔ％で使用される、いずれか１つの先行する実施形態。
３７．セラミック基体が、９～５０、より好ましくは１５～４５、特に好ましくは２０～

４０の誘電率、ε_γを有する、実施形態２、および実施形態２に関するいずれか１つの先行する実施形態。
３８．セラミック基体が、Al_2O_3、$BaTi_4O_9$、$Ba_2Ti_9O_{20}$、$BaSnO_3$、$BaMgO_3$、$BaTaO_3$、$BaZrO_3$、Ba（ZrTi）O_3、Ba（NiTa）O_3、Ba（ZrZnTa）O_3、Ba（$Mg_{1/3}Ta_{2/3}$）O_3、Ba（$Mg_{1/3}Nb_{2/3}$）O_3、Ba（$Zn_{1/3}Ta_{2/3}$）O_3、Ba（$Zn_{1/3}Nb_{2/3}$）O_3、Ba（$Mn_{1/3}Ta_{2/3}$）O_3、$CaTiO_3$、（CaSrBa）ZrO_3、$MgTiO_3$、（$Mg_{0.95}Ca_{0.05}$）TiO_3、$SrZrO_3$、Sr（$Zn_{1/3}Nb_{2/3}$）O_3、Sr（$Zn_{1/3}Ta_{2/3}$）O_3、$ZrTiO_2$、（$Zr_{0.8}Sn_{0.2}$）TiO_4、およびそれらの混合物、から選択される、実施形態２、および実施形態２に関するいずれか１つの先行する実施形態。
３９．セラミック基体が、Al_2O_3、$MgTiO_3$、（$Mg_{0.95}Ca_{0.05}$）TiO_3、Ba（$Mg_{1/3}Ta_{2/3}$）O_3、$BaTi_4O_9$、$Ba_2Ti_9O_{20}$、Ba（$Zn_{1/3}Ta_{2/3}$）O_3、およびBa（$Zn_{1/3}Nb_{2/3}$）O_3、（$Zr_{0.8}Sn_{0.2}$）TiO_4、からなる群から選択される、実施形態２、および実施形態２に関するいずれか１つの先行する実施形態。
４０．導電性ペーストを、スクリーン印刷、スプレーまたは浸漬によって適用する、実施形態２、および実施形態２に関するいずれか１つの先行する実施形態。
４１．導電性ペーストを、焼成ステップの前に乾燥させる、実施形態２、および実施形態２に関するいずれか１つの先行する実施形態。
４２．焼成ステップを、６００～１１００℃、別の実施形態では６５０～１０５０℃、８００～１０００℃で実行する、実施形態２、および実施形態２に関するいずれか１つの先行する実施形態。
４３．焼成ステップを、窒素、アルゴン、または真空下などの酸素不足雰囲気下で実行する、実施形態２、および実施形態２に関するいずれか１つの先行する実施形態。
４４．焼成を、３～３０分、５～２０分、または７～１５分間実行する、実施形態２、および実施形態２に関するいずれか１つの先行する実施形態。
４５．電子部品が誘電体フィルタである、実施形態２、および実施形態２に関するいずれか１つの先行する実施形態。
【実施例】
【００６６】
以下の実施例は、本発明をさらに詳細に説明するために提供される。これらの実施例は、本発明を実行するために現在企図されている好ましい様式を説明するものであり、本発明を例示することを意図しており、限定することを意図するものではない。
【００６７】
１００重量部のCu粉末および１．６重量部のガラスフリットをミキサー中で１０重量部の有機ビヒクルに分散させ、３本ロールミルで均質化した。
種々のCu粉末の粒度分布を、表１に示す。
【００６８】
ガラスフリットは、上で引用した、米国特許第５，４３９，８５２号に記載された方法によって調製した。ガラスフリットを調製する混合物の組成は、７．１wt％のSiO_2、８．４wt％のB_2O_3、２．１wt％のAl_2O_3、６９．８wt％のBi_2O_3、０．５wt％のCaO、および１２．０wt％のZnOであった。ガラスフリットは、５２４℃の軟化点を有していた。
【００６９】
有機ビヒクルは、有機ビヒクルの重量に基づいて、６wt％の有機ポリマー、９１wt％の溶媒、および３４wt％の有機添加剤の混合物であった。
ペースト粘度は、１０rpmでスピンドルSC４－１４を使用して、Brookfield HBTによって測定すると、約２５０～４００Pa・sであった。
【００７０】

導電性ペーストを、Al_2O_3および$Mg_{0.95}Ca_{0.05}TiO_3$基体（長さ２５ｍｍ、幅２５ｍｍ、厚さ０．６ｍｍ）上にリングパターン（幅２．５ｍｍ、厚さ１０μｍ、円形長さ８０ｍｍ）でスクリーン印刷した。

【００７１】

基体の誘電率は、Al_2O_3については９．６、$Mg_{0.95}Ca_{0.05}TiO_3$については２１であった。電極は、１５０℃で１０分間乾燥させた後、N_2下で９００℃のピーク温度で１０分間リングパターンを焼成することによって形成した。

【００７２】

結果を表２に示す。D_{50}が０．８～２．６μｍのＣｕ粉末を含む導電性ペーストは、より高い品質係数Ｑを示す。品質係数Ｑは、上で引用した米国特許第１１，２２８，０８０号に記載されている方法に従って決定した。簡単に説明すると、焼成した基体上に形成されたリングパターンを、ネットワークアナライザー（Ｋｅｙｓｉｇｈｔ、Ｅ５０６３Ａ）に接続した。Ｑ値およびそれに関連する周波数を測定し、記録した。

【００７３】

上記において、ある特定の本発明の好ましい実施形態を説明し、具体的に例示したが、これは、本発明がそのような実施形態に限定されることを意図したものではない。以下の特許請求の範囲に記載されているように、本発明の範囲および精神から逸脱することなく、種々の修正を行うことができる。

【００７４】

【表１】

表1.使用された銅粉末の粒度分布(水中、レーザー回折によって測定)

参照	D_5 (μm)	D_{10} (μm)	D_{50} (μm)	D_{90} (μm)	D_{95} (μm)	平均 (μm)	1μm未満のパーセンテージ (%)	2μm未満のパーセンテージ (%)
A	2.1	2.5	4.6	7.7	8.8	4.9	0.0	4
B	1.9	2.3	4.4	7.3	8.2	4.6	0.1	6
C	1.4	1.6	3.0	5.1	6.0	3.2	0.7	18
D	1.2	1.5	2.9	5.1	5.9	3.1	1.3	22
E	1.1	1.3	2.7	6.1	7.6	3.3	2.4	30
F	1.0	1.2	2.4	4.3	5.1	2.6	2.9	36
G	0.8	0.9	1.6	3.6	4.7	2.0	9.1	64
H	0.9	1.0	1.6	2.6	2.9	1.7	4.5	72
I	0.7	0.8	1.3	2.2	2.6	1.4	15.1	84
J	0.7	0.8	1.2	1.8	2.1	1.3	18.0	94
K	0.5	0.6	1.0	1.5	1.7	1.0	39.8	98
L	0.3	0.4	0.6	1.0	1.2	0.7	81.9	100

【００７５】

【表２】

表2.異なるCu粉末を用いたペーストの品質係数

		CE1	CE2	CE3	CE4	CE5	E1	E2	E3	E4	E5	E6	CE7
ガラスフリット		1.6	1.6	1.6	1.6	1.6	1.6	1.6	1.6	1.6	1.6	1.6	1.6
有機ビヒクル		10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0
Cu粉末	A	100											
	B		100										
	C			100									
	D				100								
	E					100							
	F						100						
	G							100					
	H								100				
	I									100			
	J										100		
	K											100	
	L												100
2.7GHzでのAl_2O_3の品質係数		2409	2470	2550	2248	2408	2855	2903	2967	3277	2920	2945	2520
2.6GHzでの$Mg_{0.95}Ca_{0.05}TiO_3$の品質係数		1857	1889	2026	1638	1927	2356	2367	2719	2709	2543	2827	2132

【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/US2022/072979

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
INV. H01B1/22 H05K3/12
ADD. H01P1/20

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
H01B H01P H05K

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)
EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 2020/144691 A1 (TACHIBANA YUSUKE [JP]) 7 May 2020 (2020-05-07) column 4, line 20 - line 44; claims 1-20; examples 1-11; tables 1-2	1-37
X	EP 2 822 000 A1 (HERAEUS PRECIOUS METALS NORTH AMERICA CONSHOHOCKEN LLC [US]) 7 January 2015 (2015-01-07)	1-18, 20-27
A	claims 1-33; example 1; tables 1-5	28-37
X	US 2013/026424 A1 (KUROKI MASAKATSU [JP]) 31 January 2013 (2013-01-31)	1-11, 20-27
Y	claims 1-6; example 1	12-19
A		28-37
Y	US 2018/240576 A1 (MURAKAMI MAMORU [JP] ET AL) 23 August 2018 (2018-08-23) paragraph [0029] - paragraph [0031]	12-19

-/--

[X] Further documents are listed in the continuation of Box C.

[X] See patent family annex.

* Special categories of cited documents :

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance;; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance;; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
22 August 2022	30/08/2022

Name and mailing address of the ISA/	Authorized officer
European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016	Marsitzky, Dirk

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (April 2005)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/US2022/072979

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	WO 2019/005452 A1 (HERAEUS PRECIOUS METALS NORTH AMERICA CONSHOHOCKEN LLC [US]) 3 January 2019 (2019-01-03) paragraph [0028] - paragraph [0034]; example 1; table 1	12-19
A	CN 112 289 482 A (XIAN HONGXING ELECTRONIC PASTE CO LTD) 29 January 2021 (2021-01-29) the whole document	1-37

Form PCT/ISA/210 (continuation of second sheet) (April 2005)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No
PCT/US2022/072979

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 2020144691 A1	07-05-2020	CN 111161905 A	15-05-2020
		US 2020144691 A1	07-05-2020
EP 2822000 A1	07-01-2015	NONE	
US 2013026424 A1	31-01-2013	NONE	
US 2018240576 A1	23-08-2018	CN 108470614 A	31-08-2018
		US 2018240576 A1	23-08-2018
WO 2019005452 A1	03-01-2019	EP 3645474 A1	06-05-2020
		US 2020013522 A1	09-01-2020
		WO 2019005452 A1	03-01-2019
CN 112289482 A	29-01-2021	NONE	

Form PCT/ISA/210 (patent family annex) (April 2005)

フロントページの続き

MK,MT,NL,NO,PL,PT,RO,RS,SE,SI,SK,SM,TR),OA(BF,BJ,CF,CG,CI,CM,GA,GN,GQ,GW,KM,ML,MR,NE,SN,TD,TG),AE,AG,AL,AM,AO,AT,AU,AZ,BA,BB,BG,BH,BN,BR,BW,BY,BZ,CA,CH,CL,CN,CO,CR,CU,CZ,DE,DJ,DK,DM,DO,DZ,EC,EE,EG,ES,FI,GB,GD,GE,GH,GM,GT,HN,HR,HU,ID,IL,IN,IQ,IR,IS,IT,JM,JO,JP,KE,KG,KH,KN,KP,KR,KW,KZ,LA,LC,LK,LR,LS,LU,LY,MA,MD,ME,MG,MK,MN,MW,MX,MY,MZ,NA,NG,NI,NO,NZ,OM,PA,PE,PG,PH,PL,PT,QA,RO,RS,RU,RW,SA,SC,SD,SE,SG,SK,SL,ST,SV,SY,TH,TJ,TM,TN,TR,TT,TZ,UA,UG,US,UZ,VC,VN,WS,ZA,ZM,ZW

神奈川県川崎市高津区坂戸３－２－１　ＫＳＰ　Ｒ＆Ｄ　Ｂ－２１３

(72)発明者　松浦　有美

神奈川県川崎市高津区坂戸３－２－１　ＫＳＰ　Ｒ＆Ｄ　Ｂ－２１３

(72)発明者　佐藤　美江

東京都目黒区目黒本町２－２７－２０　デュオ・スカーラ学芸大学　３０２

Ｆターム（参考）　5G301　DA06 DA34 DA42 DD01 DD02 DE01