



(19) 대한민국특허청(KR)
 (12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2011년07월04일
 (11) 등록번호 10-1046197
 (24) 등록일자 2011년06월28일

(51) Int. Cl.

H01B 1/22 (2006.01) B22F 1/00 (2006.01)
 H05K 3/12 (2006.01) H01B 1/02 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2008-7005933

(22) 출원일자(국제출원일자) 2006년09월20일

심사청구일자 2008년04월14일

(85) 번역문제출일자 2008년03월11일

(65) 공개번호 10-2008-0052582

(43) 공개일자 2008년06월11일

(86) 국제출원번호 PCT/JP2006/318633

(87) 국제공개번호 WO 2007/034833

국제공개일자 2007년03월29일

(30) 우선권주장

JP-P-2005-00274240 2005년09월21일 일본(JP)

JP-P-2005-00309126 2005년10월24일 일본(JP)

(56) 선행기술조사문헌

JP16355933 A*

JP17216508 A*

JP2005093380 A

JP평성05506965 A

*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자

니혼한다가부시끼가이샤

일본국도오교도스미다구다이헤이1쵸메29반4고

(72) 발명자

야마카와 기미오

일본국 130-0012 도오교도 스미다구 다이헤이 1쵸
메 29반 4고니혼 한다 가부시끼가이샤 내

미네 가츠토시

일본국 130-0012 도오교도 스미다구 다이헤이 1쵸
메 29반 4고니혼 한다 가부시끼가이샤 내

(74) 대리인

송봉식, 정삼영

전체 청구항 수 : 총 11 항

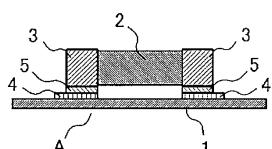
심사관 : 장기완

(54) 페이스트형 은입자 조성물, 고형상 은의 제조 방법, 고형상은, 접합 방법 및 인쇄 배선판의 제조 방법

(57) 요 약

[과제]가열하면 은입자가 용이하게 소결되어 강도와 전기 전도성과 열전도성이 뛰어난 고형상 은이 되는 페이스트형 은입자 조성물, 고형상 은의 제조 방법 등을 제공한다. [해결 수단]평균 입자 직경이 0.1~18 μm 이고, 탄소량이 1.0중량% 이하인 비구형 은입자와 휘발성 분산매로 이루어지는 페이스트 형상을로서, 가열함으로써 이 휘발성 분산매가 휘산되고 이 비구형 은입자끼리가 소결되어 고형상 은이 되는 페이스트형 은입자 조성물. 이 페이스트형 은입자 조성물을 가열함에 따른 고형상 은의 제조 방법, 강도와 전기 전도성과 열전도성이 뛰어난 고형상 은, 페이스트형 은입자 조성물을 사용하는 금속제 부재의 접합 방법 및 은 배선을 갖는 인쇄 배선판의 제조 방법.

대 표 도 - 도2



특허청구의 범위

청구항 1

(A) 평균 입자 직경이 $0.1\sim18 \mu\text{m}$ 이고, 비구형 은입자의 표면의 적어도 일부가 고급 지방산 또는 그 유도체에 의해 괴복되어 있고, 탄소량이 1.0중량% 이하인 비구형 은입자와 (B) 물, 휘발성 알코올, 휘발성 지방족 탄화수소, 휘발성 방향족 탄화수소, 휘발성 케톤, 휘발성 지방족 카르복실산 에스테르, 휘발성 에테르, 휘발성 실리콘 오일 및 휘발성 유기 변성 실리콘 오일로 이루어지는 군으로부터 선택되는 휘발성 분산매로 이루어지는 페이스트 형상물로서, 가열에 의해 이 휘발성 분산매가 휘산되고 이 비구형 은입자끼리가 소결되어 25°C 에서의 부피 저항률이 $1\times10^{-5} \Omega \cdot \text{cm}$ 이하이고, 열전도도가 $10\text{W}/\text{m}\cdot\text{K}$ 이상인 고형상 은이 되는 것을 특징으로 하는, 금속제 부재 접합용 페이스트형 은입자 조성물.

청구항 2

제 1 항에 있어서, 비구형 은입자가 플레이크형 은입자 또는 입상 은입자인 것을 특징으로 하는, 금속제 부재 접합용 페이스트형 은입자 조성물.

청구항 3

제 1 항에 있어서, 휘발성 분산매는 끓는점이 100°C 이상 400°C 이하인 것을 특징으로 하는, 금속제 부재 접합용 페이스트형 은입자 조성물.

청구항 4

제 3 항에 있어서, 휘발성 분산매는 끓는점이 150°C 이상 300°C 이하인 것을 특징으로 하는, 금속제 부재 접합용 페이스트형 은입자 조성물.

청구항 5

삭제

청구항 6

제 1 항에 있어서, 휘발성 알코올이 휘발성 1가 알코올인 것을 특징으로 하는, 금속제 부재 접합용 페이스트형 은입자 조성물.

청구항 7

제 1 항, 제 2 항, 제 3 항 또는 제 4 항중 어느 한 항에 기재된 페이스트형 은입자 조성물을 100°C 이상 400°C 이하에서 가열함으로써 이 휘발성 분산매가 휘산되고 이 은입자끼리가 소결되어 25°C 에서의 부피 저항률이 $1\times10^{-5} \Omega \cdot \text{cm}$ 이하이고, 열전도도가 $10\text{W}/\text{m}\cdot\text{K}$ 이상인 고형상 은이 되는 것을 특징으로 하는, 금속제 부재 접합부용 고형상 은의 제조 방법.

청구항 8

삭제

청구항 9

제 6 항에 기재된 페이스트형 은입자 조성물을 100°C 이상 400°C 이하에서 가열함으로써 이 휘발성 알코올이 휘산되고 이 은입자끼리가 소결되어 25°C 에서의 부피 저항률이 $1\times10^{-5} \Omega \cdot \text{cm}$ 이하이고, 열전도도가 $10\text{W}/\text{m}\cdot\text{K}$ 이상인 고형상 은이 되는 것을 특징으로 하는, 금속제 부재 접합부용 고형상 은의 제조 방법.

청구항 10

삭제

청구항 11

삭제

청구항 12

삭제

청구항 13

제 1 항, 제 2 항, 제 3 항 또는 제 4 항중 어느 한 항에 기재된 페이스트형 은입자 조성물을 복수의 금속제 부재 사이에 개재시키고, 100°C 이상 400°C 이하에서의 가열에 의해 이 휘발성 분산매가 휘산되고 이 은입자끼리가 소결되어 25°C에서의 부피 저항률이 $1 \times 10^{-5} \Omega \cdot \text{cm}$ 이하이고, 열전도도가 $10\text{W}/\text{m} \cdot \text{K}$ 이상인 고형상 은이 되어 복수의 금속제 부재끼리를 접합시키는 것을 특징으로 하는, 복수의 금속제 부재의 접합 방법.

청구항 14

삭제

청구항 15

제 6 항에 기재된 페이스트형 은입자 조성물을 복수의 금속제 부재 사이에 개재시키고, 100°C 이상 400°C 이하에서의 가열에 의해 이 휘발성 1가 알코올이 휘산되고 이 은입자끼리가 소결되어 25°C에서의 부피 저항률이 $1 \times 10^{-5} \Omega \cdot \text{cm}$ 이하이고, 열전도도가 $10\text{W}/\text{m} \cdot \text{K}$ 이상인 고형상 은이 되어 복수의 금속제 부재끼리를 접합시키는 것을 특징으로 하는, 복수의 금속제 부재의 접합 방법.

청구항 16

제 13 항에 있어서, 복수의 금속제 부재가 금속계 기판의 전극 또는 전기 절연성 기판상의 전극과, 전자 부품의 금속 부분 또는 전기 부품의 금속 부분으로 이루어지는 것을 특징으로 하는 복수의 금속제 부재의 접합 방법.

청구항 17

삭제

청구항 18

제 15 항에 있어서, 복수의 금속제 부재가 금속계 기판의 전극 또는 전기 절연성 기판상의 전극과, 전자 부품의 금속 부분 또는 전기 부품의 금속 부분으로 이루어지는 것을 특징으로 하는 복수의 금속제 부재의 접합 방법.

청구항 19

삭제

청구항 20

삭제

청구항 21

삭제

명세서**기술분야**

[0001] 본 발명은 비구형 은입자와 휘발성 분산매로 이루어지며, 가열에 의해 소결되어 뛰어난 강도와 전기 전도성과 열전도성을 갖는 고형상 은이 되는 페이스트형 은입자 조성물; 해당 페이스트형 은입자 조성물로부터의 고형상 은의 제조 방법; 뛰어난 강도와 전기 전도성과 열전도성을 갖는 고형상 은; 해당 페이스트형 은입자 조성물을 사용함에 따른 금속제 부재의 접합 방법 및 인쇄 배선판의 제조 방법에 관한 것이다.

배경기술

- [0002] 은 분말을 열경화성 수지 조성물 중에 분산시켜 이루어지는 도전성 페이스트는 가열에 의해 경화되어 도전성 피막이 형성되므로, 인쇄 회로 기판 상의 도전성 회로의 형성; 저항기나 콘덴서 등의 각종 전자 부품 및 각종 표시 소자의 전극의 형성; 전자파 실드용 도전성 피막의 형성, 콘덴서, 저항, 다이오드, 메모리, 연산 소자(CPU) 등의 칩 부품의 기판에의 접착; 태양 전지의 전극, 특히 고온 처리할 수 없는 비정질 실리콘 반도체를 이용한 태양 전지의 형성; 적층 세라믹 콘덴서, 적층 세라믹 인더터, 적층 세라믹 액추에이터 등의 칩형 세라믹 전자 부품의 외부 전극의 형성 등에 사용되고 있다.
- [0003] 최근, 칩 부품의 고성능화에 의해 칩 부품으로부터의 발열량이 증가하여, 전기 전도성은 물론 열전도성의 향상이 요구되게 되었다. 따라서, 은입자의 함유율을 가능한 한 증가시킴으로써 전기 전도성, 열전도성을 향상시키는 것을 생각할 수 있는데, 도전성 페이스트의 점도가 상승하여 작업성이 현저하게 저하한다는 문제가 있다.
- [0004] 한편, 칩 부품, 플라즈마 디스플레이 패널 등의 전극이나 회로를 고밀도, 고정밀도, 고신뢰성으로 형성할 수 있는 도전 페이스트의 제조에 가장 적합한 고분산성 구형 은분말 및 그것을 사용한 은 페이스트가 특히 문헌 1에 교시되어 있다. 또한, 회로판에의 도전성 페이스트의 도포 방법으로서 스크린 인쇄법에 더하여 잉크젯법에 사용되기 시작하고 있다. 그를 위하여, 주사형 전자 현미경 이미지의 화상 분석에 의해 얻어지는 1차 입자의 평균 입자 직경(D_{IA})이 $0.6 \mu\text{m}$ 이하인 은가루와 폴리울류, 필요에 따라 추가로 점도 조정제 등으로 이루어지는 은 잉크가 제안된 바 있다(특히 문헌 2 참조).
- [0005] 특히 문헌 1에서는, 질산은 수용액과 암모니아수를 혼합하여 반응시킴으로써 은암민 착체 수용액을 조제하고, 이 은암민 착체 수용액과 하이드로퀴논과 무수 아황산 칼륨 또는 암모늄과 젤라틴의 수용액을 접촉 반응시킴으로써 은가루를 환원 석출시키고, 이 반응액을 여과하고, 찌꺼기를 물로 세정하고, 가열하 건조시킴으로써 은가루를 조제하고 있다. 특히 문헌 1에는 이와 같이 하여 조제한 은가루를 사용하여 은 페이스트를 조제한 것으로 기재되어 있는데, 그 처방은 분명하지 않다. 따라서, 본 발명자들이 해당 은가루에 소량의 물을 섞어 페이스트 형으로 하여 가열해 보았더니, 해당 은가루가 충분히 소결되지 않는다는 문제가 있는 것, 비록 소결되어 고형상의 은이 생성하여도 강도와 전기 전도성과 열전도성이 예상 밖으로 작다는 문제가 있음을 알게 되었다. 특히 문헌 2에서는 질산은 수용액과 암모니아수를 혼합하여 반응시킴으로써 은암민 착체 수용액을 조제하고, 이 은암민 착체 수용액과 유기 환원제(하이드로퀴논, 아스코르빈산, 글루코오스 등), 특히 하이드로퀴논의 수용액을 접촉 반응시켜 은가루를 환원 석출시키고, 이 반응액을 여과하고, 찌꺼기를 물과 메탄올로 세정하고, 가열하 건조시킴으로써 은가루를 조제하고 있다. 그러나, 본 발명자들이 이와 같이 하여 조제된 은가루와 폴리울류(예컨대, 1,4-부탄디올, 디프로필렌글리콜)로 이루어지는 은 잉크를 가열해 보았더니, 해당 은가루가 충분히 소결되지 않는다는 문제가 있는 것, 소결되어 고형상의 은이 생성되어도 강도와 전기 전도성과 열전도성이 예상 밖으로 작다는 문제가 있음을 알게 되었다.
- [0006] 특히 문헌 1: 일본 특허 공개 2001-107101호 공보
- [0007] 특히 문헌 2: 일본 특허 공개 2005-93380호 공보
- ### 발명의 상세한 설명
- [0008] (발명이 해결하고자 하는 과제)
- [0009] 본 발명자들은 상기 문제가 없는 은 페이스트, 즉 페이스트형 은입자 조성물을 개발하기 위하여 예의 연구한 결과, 은입자의 형상, 입자 직경, 탄소량 및 은 표면의 피복제가 은입자의 소결성 및 소결되어 생성된 고형상은의 강도·전기 전도성·열전도성에 영향을 주고 있음을 알아내고 본 발명을 완성시키기에 이르렀다. 본 발명의 목적은, 가열하면 은입자가 용이하게 소결되어 강도와 전기 전도성과 열전도성이 뛰어난 고형상 은이 되는 페이스트형 은입자 조성물; 페이스트형 은입자 조성물로부터 강도와 전기 전도성과 열전도성이 뛰어난 고형상 은을 제조하는 방법; 강도와 전기 전도성과 열전도성이 뛰어난 고형상 은; 해당 페이스트형 은입자 조성물을 사용하여 금속제 부재를 전기 전도성과 열전도성 양호하게 강고하게 접합하는 방법, 및 내마모성·기판에의 접착성·전기 전도성·열전도성이 뛰어난 은 배선을 갖는 인쇄 배선판을 제조하는 방법을 제공하는 것에 있다.
- [0010] (과제를 해결하기 위한 수단)
- [0011] Ⅰ) 목적은,
- [0012] [1](A)평균 입자 직경이 $0.1\sim18 \mu\text{m}$ 이고, 비구형 은입자의 표면의 적어도 일부가 고급 지방산 또는 그 유도체에 의해 피복되어 있고, 탄소량이 1.0중량% 이하인 비구형 은입자와 (B)휘발성 분산매로 이루어지는 페이스트 형상

물로서, 가열에 의해 이 휘발성 분산매가 휘산되고 이 비구형 은입자끼리가 소결되는 것을 특징으로 하는 페이스트형 은입자 조성물.

- [0013] [2] 비구형 은입자가 플레이크형 은입자 또는 입상 은입자인 것을 특징으로 하는 [1]에 기재된 페이스트형 은입자 조성물.
- [0014] [3] 휘발성 분산매는 끓는점이 100°C 이상 400°C 이하인 것을 특징으로 하는 [1] 또는 [2]에 기재된 페이스트형 은입자 조성물.
- [0015] [4] 휘발성 분산매는 끓는점이 150°C 이상 300°C 이하인 것을 특징으로 하는 [3]에 기재된 페이스트형 은입자 조성물.
- [0016] [5] 휘발성 분산매가 휘발성의 친수성 용제, 에테르, 지방족 카르복실산 에스테르 또는 지방족 탄화수소계 용제인 것을 특징으로 하는 [1], [2], [3] 또는 [4]에 기재된 페이스트형 은입자 조성물.
- [0017] [6] 휘발성의 친수성 용제가 휘발성 알코올인 것을 특징으로 하는 [5]에 기재된 페이스트형 은입자 조성물.
- [0018] [7] [1], [2], [3] 또는 [4]에 기재된 페이스트형 은입자 조성물을 100°C 이상 400°C 이하에서 가열함으로써 이 휘발성 분산매가 휘산되고 이 은입자끼리가 소결되는 것을 특징으로 하는 고형상 은의 제조 방법.
- [0019] [8] [5]에 기재된 페이스트형 은입자 조성물을 100°C 이상 400°C 이하에서 가열함으로써 이 휘발성 분산매가 휘산되고 이 은입자끼리가 소결되는 것을 특징으로 하는 고형상 은의 제조 방법.
- [0020] [9][6]에 기재된 페이스트형 은입자 조성물을 100°C 이상 400°C 이하에서 가열함으로써 이 휘발성 알코올이 휘산되고 이 은입자끼리가 소결되는 것을 특징으로 하는 고형상 은의 제조 방법.
- [0021] [10][7]에 기재된 제조 방법에 의해 제조된 고형상 은의 부피 저항률이 $1 \times 10^{-5} \Omega \cdot \text{cm}$ 이하이고, 열전도도가 10W/m · K 이상인 것을 특징으로 하는 고형상 은.
- [0022] [11][8]에 기재된 제조 방법에 의해 제조된 고형상 은의 부피 저항률이 $1 \times 10^{-5} \Omega \cdot \text{cm}$ 이하이고, 열전도도가 10W/m · K 이상인 것을 특징으로 하는 고형상 은.
- [0023] [12][9]에 기재된 제조 방법에 의해 제조된 고형상 은의 부피 저항률이 $1 \times 10^{-5} \Omega \cdot \text{cm}$ 이하이고, 열전도도가 10W/m · K 이상인 것을 특징으로 하는 고형상 은.
- [0024] [13] [1], [2], [3] 또는 [4]에 기재된 페이스트형 은입자 조성물을 복수의 금속제 부재 사이에 개재시키고, 100°C 이상 400°C 이하에서의 가열에 의해 이 휘발성 분산매가 휘산되고 이 은입자끼리가 소결되어 복수의 금속제 부재끼리를 접합시키는 것을 특징으로 하는 접합 방법.
- [0025] [14] [5]에 기재된 페이스트형 은입자 조성물을 복수의 금속제 부재 사이에 개재시키고, 100°C 이상 400°C 이하에서의 가열에 의해 이 휘발성 분산매가 휘산되고 이 은입자끼리가 소결되어 복수의 금속제 부재끼리를 접합시키는 것을 특징으로 하는 접합 방법.
- [0026] [15][6]에 기재된 페이스트형 은입자 조성물을 복수의 금속제 부재 사이에 개재시키고, 100°C 이상 400°C 이하에서의 가열에 의해 이 휘발성 알코올이 휘산되고 이 은입자끼리가 소결되어 복수의 금속제 부재끼리를 접합시키는 것을 특징으로 하는 접합 방법.
- [0027] [16] 복수의 금속제 부재가 금속제 기판 또는 전기 절연성 기판 상의 전극과, 전자 부품 또는 전기 부품의 금속 부분인 것을 특징으로 하는 [13]에 기재된 접합 방법.
- [0028] [17] 복수의 금속제 부재가 금속제 기판 또는 전기 절연성 기판 상의 전극과, 전자 부품 또는 전기 부품의 금속 부분인 것을 특징으로 하는 [14]에 기재된 접합 방법.
- [0029] [18] 복수의 금속제 부재가 금속제 기판 또는 전기 절연성 기판 상의 전극과, 전자 부품 또는 전기 부품의 금속 부분인 것을 특징으로 하는 [15]에 기재된 접합 방법.
- [0030] [19] [1], [2], [3] 또는 [4]에 기재된 페이스트형 은입자 조성물을 접착제가 도포된 기판 상에 도포하고, 이 접착제가 경화되기 전에 100°C 이상 400°C 이하에서 가열함으로써 이 휘발성 분산매가 휘산되고 이 은입자끼리가 소결되며, 동시에 접착제가 경화되어 은 배선을 형성하는 것을 특징으로 하는 인쇄 배선판의 제조 방법.
- [0031] [20] [5]에 기재된 페이스트형 은입자 조성물을 접착제가 도포된 기판 상에 도포하고, 이 접착제가 경화되기 전

에 100°C 이상 400°C 이하에서 가열함으로써 이 휘발성 분산매가 휘산되고 이 은입자끼리가 소결되며, 동시에 접착제가 경화되어 은 배선을 형성하는 것을 특징으로 하는 인쇄 배선판의 제조 방법.

[0032] [21] [6]에 기재된 페이스트형 은입자 조성물을 접착제가 도포된 기판 상에 도포하고, 이 접착제가 경화되기 전에 100°C 이상 400°C 이하에서 가열함으로써 이 휘발성 분산매가 휘산되고 이 은입자끼리가 소결되며, 동시에 접착제가 경화되어 은 배선을 형성하는 것을 특징으로 하는 인쇄 배선판의 제조 방법.

[0033] ;에 의해 달성된다.

[0034] (발명의 효과)

[0035] 본 발명의 페이스트형 은입자 조성물은 가열에 의해 휘발성 분산매(B)가 휘발되고, 특히 100°C 이상 400°C 이하에서의 가열에 의해 이 비구형 은입자(A)끼리가 소결되어 강도와 전기 전도성과 열전도성이 뛰어난 고형상 은이 된다.

[0036] 본 발명의 고형상 은의 제조 방법에 따르면, 가열에 의해 이 휘발성 분산매(B)가 휘산되고, 특히 100°C 이상 400°C 이하에서의 가열에 의해 이 비구형 은입자(A)끼리가 소결되어 강도와 전기 전도성과 열전도성이 뛰어난 고형상 은을 얻을 수 있다.

[0037] 본 발명의 고형상 은은 정련법에 의해 제조된 은과 순색이 없는 강도와 전기 전도성을 가지고 있다.

[0038] 본 발명의 접합 방법에 따르면, 가열에 의해 이 휘발성 분산매(B)가 휘산되고 비구형 은입자(A)끼리가 소결되어 복수의 금속제 부재끼리를 전기 전도성과 열전도성 양호하게 강고하게 접합시킬 수 있다.

[0039] 본 발명의 인쇄 배선판의 제조 방법에 따르면, 가열에 의해 이 휘발성 분산매(B)가 휘산되고, 비구형 은입자(A)끼리가 소결되어 내마모성과 기판에의 접착성과 전기 전도성과 열전도성이 뛰어난 은 배선을 갖는 인쇄 배선판을 얻을 수 있다. 또한, 상기 접합 방법에 따르면, 칩 등을 해당 인쇄 배선판에 탑재함으로써 회로판을 제조할 수 있다.

실시예

[0049] 본 발명의 페이스트형 은입자 조성물은, (A)평균 입자 직경이 0.1~18 μm 이고, 탄소량이 1.0중량% 이하인 비구형 은입자와, (B)휘발성 분산매로 이루어진다. 해당 은입자의 평균 입자 직경은 레이저 회절 산란식 입도 분포 측정법에 의해 얻어지는 1차 입자의 평균 입자 직경이다. 평균 입자 직경이 18 μm 를 초과하면 비구형 은끼리의 소결성이 작아져 뛰어난 강도와 전기 전도성, 열전도성, 접착성을 얻기 어렵다. 따라서 평균 입자 지름은 작은 것이 보다 바람직하고, 특히 5 μm 이하인 것이 바람직하다. 평균 입자 직경이 소위 나노 사이즈인 0.1 μm 미만인 경우, 표면 활성이 너무 강하여 페이스트형 은입자 조성물의 보존 안정성이 저하될 우려가 있기 때문에 평균 입자 직경은 0.1 μm 이상이다.

[0050] 본 발명의 페이스트형 은입자 조성물 중의 은입자는 비구형일 수 있으며, 플레이크형, 바늘형, 각형, 나무가지형, 입상, 불규칙 형상, 눈물 방울 형상, 판형, 극박판형, 육각판형, 기둥형, 막대형, 다공형, 섬유형, 덩어리형, 해면형, 규각형, 등그스름한 형상 등의 은입자가 예시된다. 바람직하게는, 플레이크형, 바늘형, 각형, 나무가지형, 입상, 불규칙 형상, 눈물 방울 형상, 판형, 극박판형, 육각판형이며, 보다 바람직하게는 플레이크형 또는 입상이다.

[0051] 비구형 은입자(A)의 제조법은 한정되지 않으며, 환원법, 분쇄법, 전해법, 아토마이즈법, 열처리법, 그들의 조합에 의한 방법이 예시된다. 플레이크형 은입자의 제조법으로는 환원법으로 만들어진 구형 또는 입상을 플레이크화하는 제조법이 있다. 상기 특히 문헌에 기재되어 있는 바와 같이, 환원법으로는 통상 질산은 수용액과 암모니아수를 혼합하여 반응시킴으로써 은암민 착체 수용액을 조제하고, 이 은암민 착체 수용액과 하이드로퀴논과 무수 아황산 칼륨 또는 암모늄과 젤라틴의 수용액을 접촉 반응시킴으로써 은가루를 환원 석출시키고, 이 반응액을 여과하고, 찌꺼기를 물로 세정하고, 가열하 건조시킴으로써 은가루를 조제하고 있다. 또는, 질산은 수용액과 암모니아수를 혼합하여 반응시킴으로써 은암민 착체 수용액을 조제하고, 이 은암민 착체 수용액과 유기 환원제(하이드로퀴논, 아스코르빈산, 글루코오스 등), 특히 하이드로퀴논의 수용액을 접촉 반응시켜 은가루를 환원 석출시키고, 이 반응액을 여과하고, 찌꺼기를 물과 메탄올로 세정하고, 가열하 건조시킴으로써 은가루를 조제하고 있다. 여과 찌꺼기는 암모니아와 하이드로퀴논과 무수 아황산 칼륨 또는 암모늄과 젤라틴을 함유하고 있으며, 은입자 표면에 암모니아와 하이드로퀴논과 무수 아황산 칼륨 또는 암모늄과 젤라틴이 부착되어 있기 때문에 통상 청정한 물로 반복 세정한다. 또는, 여과 찌꺼기는 암모니아와 유기 환원제, 특히 하이드로퀴논을 함유하

고 있으며, 은입자 표면에 암모니아와 유기 환원제, 특히 하이드로퀴논이 부착되어 있기 때문에 통상 청정한 물과 메탄올로 반복 세정한다.

[0052] 이와 같이 하여 얻어진 분말형 은입자는 통상의 방법으로 플레이크화할 수 있다. 분말형 은입자를 세라믹제의 불과 함께 볼 밀과 같은 회전식 드럼 장치의 드럼 내에 투입하고, 드럼을 회전시켜 은입자를 물리적으로 두드림으로써 용이하게 플레이크형으로 가공할 수 있다. 이 때, 은입자의 응집을 저감하고 응집을 방지하기 위하여, 탄소수가 10 이상인 고급 지방산 또는 그 유도체를 미량 첨가할 수도 있다. 이러한 고급 지방산으로는 라우르산, 미리스트산, 팔미트산, 스테아르산, 올레산, 리놀레산, 리놀렌산이 예시된다. 고급 지방산의 유도체로서 고급 지방산 금속염, 고급 지방산 에스테르, 고급 지방산 아미드가 예시된다. 이를 중에서는 고급 포화 지방산이 바람직하다. 이러한 고급 포화 지방산으로서 라우르산, 미리스트산, 팔미트산, 스테아르산이 예시된다. 이러한 고급 지방산에 의해 플레이크형 은입자 표면의 일부 또는 전부가 피복된다. 또한, 은 표면의 전부가 고급 지방산 등에 의해 피복된 플레이크형 은입자는 통상 발수성을 나타낸다.

[0053] 비구형 은입자의 탄소량은 가열시의 비구형 은입자의 소결성과, 소결되어 생긴 고형상 은의 강도와 전기 전도성과 열전도성의 점에서 1.0중량% 이하이다. 여기서, 탄소량은 비구형 은입자를 산소 기류중에서 가열함으로써 은입자에 부착되어 있던 유기 화합물 중의 탄소를 탄산 가스로 바꾸고, 그 탄산 가스량을 적외선 흡수 스펙트럼법에 의해 측정하고, 탄산 가스량을 탄소량으로 환산함으로써 구할 수 있다. 또한, 시판하는 비구형 은입자는 예폭시 수지와 같은 열경화성 수지를 비히클로 하는 도전성 페이스트용이기 때문에 탄소량의 관리가 되고 있지 않으며, 1.0중량% 이하인 것을 찾아내기는 용이하지 않다. 따라서, 다수의 품번의 탄소량을 검사함으로써 간신히 찾아낼 수 있다.

[0054] 이와 같이 하여 얻어진 비구형 은입자는 그 탄소량이 1.0중량% 이하이고, 100°C 이상 400°C 이하의 온도에서 가열시의 은입자의 소결성이 뛰어나며, 소결되어 생긴 고형상 은의 강도와 전기 전도성과 열전도성이 뛰어나다. 비구형 은입자는 표면이 조금 산화되어 있을 수도 있다. 산화은의 비율이 높으면 가열시에 다량의 산소가 발생하고, 소결되어 생긴 고형상 은 중에 보이드가 발생하는 원인이 될 우려가 있기 때문에, 표면이 산화은인 비율은 비구형 은입자의 전체 표면의 50% 이하가 바람직하고, 특히 20% 이하, 나아가서는 2% 이하가 바람직하다. 다이본드제에 배합되어 있는 은입자 중에 산화 은이 존재하면, 소결되어 생긴 고형상 은 중에 보이드가 발생하여 접착 강도가 저하하므로 바람직하지 않다. 다이본드제는 메모리나 CPU와 같은 대형 칩을 기판에 접합할 때 접합 면적이 비교적 커지고, 게다가 반밀폐계가 되기 때문이다.

[0055] 극박관형 은입자의 제조법으로는 습식의 중화 환원법이 예시된다. 구체적으로는, 은염의 암민 착체의 슬러리와, 수용성 아황산염 및 글루코오스로 이루어지는 군으로부터 선택되는 환원제의 수용액을 일시에 혼합하여 이 은염의 암민 착체를 환원하고, 생성된 은입자를 회수하는 방법이다. 은염의 암민 착체의 슬러리와 수용성 아황산염의 수용액을 혼합하여 이 은염의 암민 착체를 환원할 때, 특정한 보호 콜로이드를 존재시키고, 보호 콜로이드 입자의 농도를 제어하고, 은염의 암민 착체의 농도를 제어함으로써 극박관형 은입자를 제조하는 방법이 있다.

[0056] 육각관형 은입자의 제조법으로는 습식의 중화 환원법이 예시된다. 구체적으로는, 은염의 암민 착체 및 환원 반응시의 매정제로서 기능하는 중금속염의 암민 착체를 포함하는 슬러리와, 환원제인 아황산 칼륨 및 보호 콜로이드로서의 젤라틴을 함유하는 용액을 일시에 혼합함으로써 이 은염의 암민 착체를 환원하고, 생성된 은입자를 회수하는 것을 특징으로 하는 육각관형 결정 은입자의 제조 방법이 있다.

[0057] 본 발명의 페이스트형 은입자 조성물은 비구형 은입자(A)와 휘발성 분산매(B)의 혼합물이며, 분말형의 비구형 은입자(A)가 휘발성 분산매(B)의 작용에 의해 페이스트화되어 있다. 페이스트화됨으로써 실린더나 노즐로부터 가는 선형으로 토출할 수 있고, 또한 메탈 마스크에 의한 인쇄 도포가 용이하며, 전극의 형상에 적용하기 쉬워진다. 비휘발성 분산매가 아니라 휘발성 분산매(B)를 사용하는 것은, 가열에 의해 비구형 은입자(A)가 소결될 때 분산매가 미리 휘산하면 비구형 은입자(A)가 소결되기 쉽고, 그 결과 고형상 은의 강도와 전기 전도성이나 열전도성이 커지기 쉽기 때문이다. 휘발성 분산매(B)는 비구형 은입자의 표면을 변질시키지 않으며, 그 끓는점은 60°C 이상이고 300°C 이하인 것이 바람직하다. 끓는점이 60°C 미만이면 페이스트형 은입자 조성물을 조제하는 작업중에 용매가 휘산되기 쉽고, 끓는점이 300°C보다 크면 비구형 은입자(A)가 소결후에도 휘발성 분산매(B)가 잔류할지도 모르기 때문이다.

[0058] 그러한 휘발성 분산매(B)로서 물; 에틸알코올, 프로필알코올, 부틸알코올, 펜틸알코올, 헥실알코올, 햅틸알코올, 옥틸알코올, 노닐알코올, 데실알코올, 벤질알코올 등의 휘발성 1가 알코올; 기타 휘발성 알코올; 저급 n-파라핀, 저급 이소파라핀 등의 휘발성 지방족 탄화수소; 톨루엔, 자일렌 등의 휘발성 방향족 탄화수소; 아세톤,

메틸에틸케톤, 메틸이소부틸케톤, 시클로헥산온, 디아세톤알코올(4-히드록시-4-메틸-2-펜탄온), 2-옥탄온, 이소포론(3,5,5-트리메틸-2-시클로헥센-1-온), 디이부틸케톤(2,6-디메틸-4-헵탄온) 등의 휘발성 케톤; 아세트산 에틸(에틸아세테이트), 아세트산 부틸과 같은 휘발성 아세트산 에스테르; 부티르산 메틸, 헥사노산 메틸, 옥타노산 메틸, 데카노산 메틸과 같은 휘발성 지방족 카르복실산 에스테르; 테트라히드로퓨란, 메틸셀로솔브, 프로필렌글리콜모노메틸에테르, 메틸메톡시부탄올, 부틸카비톨 등의 휘발성 에테르; 저분자량의 휘발성 실리콘 오일 및 휘발성 유기 변성 실리콘 오일이 예시된다. 특히 부틸알코올, 펜틸알코올, 헥실알코올, 헵틸알코올, 옥틸알코올, 노닐알코올, 데실알코올, 벤질알코올 등의 휘발성 1가 알코올이 바람직하다. 이들 탄소 원자수가 4~10인 휘발성 알코올은 페이스트형 은입자 조성물로 하였을 때 메틸 마스크에서의 인쇄성이나 실린지로부터의 압출성, 토출성이 뛰어나고, 또한 적당한 휘발성을 가지고 있기 때문이다. 이어서 저급 n-파라핀, 저급 이소파라핀 등의 휘발성 지방족 탄화수소가 바람직하다. 물은 순수가 바람직하고, 그 전기 전도도는 $100 \mu\text{S}/\text{cm}$ 이하가 바람직하고, $10 \mu\text{S}/\text{cm}$ 이하가 보다 바람직하다. 순수의 제조 방법은 통상의 방법일 수 있으며, 이온 교환법, 역삼투법, 증류법 등이 예시된다. 또한, 휘발성 분산매(B)는 2종류 이상을 병용할 수도 있으며, 휘발성 분산매끼리의 상용성은 불문이다.

[0059]

휘발성 분산매(B)의 배합량은 비구형 은입자(A)를 페이스트형으로 하기에 충분한 양일 수 있다. 기준으로서 비구형 은입자(A) 100중량부 당 5~20중량부이며, 바람직하게는 6~14중량부이다. 본 발명의 페이스트형 은입자 조성물에는 본 발명의 목적에 반하지 않는 한 비구형 은입자(A) 이외의 환원 은, 아토마이즈 은, 은 콜로이드, 은 합금, 표면 은 코팅 가루, 기타 금속계나 비금속계의 분체, 금속 화합물이나 금속 착체, 틱소제, 안정제, 착색제 등의 첨가물을 소량 내지 미량 첨가할 수도 있다.

[0060]

본 발명의 페이스트형 은입자 조성물은 가열함으로써 휘발성 분산매(B)가 휘산되고, 비구형 은입자(A)끼리가 소결됨으로써 강도와 전기 전도성과 열전도성이 뛰어난 고형상의 은이 된다. 이 때, 휘발성 분산매(B)가 휘산되고, 이어서 비구형 은입자(A)끼리가 소결될 수도 있고, 휘발성 분산매(B)의 휘산과 함께 비구형 은입자(A)가 소결될 수도 있다. 은은 원래 큰 강도와 매우 높은 전기 전도성과 열전도성을 갖기 때문에 본 발명의 이 비구형 은입자끼리의 소결물도 큰 강도와 매우 높은 전기 전도성과 열전도성을 갖는다. 이 때의 가열 온도는 휘발성 분산매(B)가 휘산되고, 비구형 은입자(A)를 소결할 수 있는 온도이면 되며, 통상 100°C 이상이고, 150°C 이상이 보다 바람직하다. 그러나, 400°C 를 초과하면 휘발성 분산매(B)가 돌비적으로 증발하여 고형상 은의 형상에 악영향을 미칠 영향이 있기 때문에 400°C 이하일 것이 필요하며, 보다 바람직하게는 300°C 이하이다.

[0061]

비구형 은입자(A)가 소결되어 생긴 고형상 은의 전기 전도성은 부피 저항률로 $1 \times 10^{-4} \Omega \cdot \text{cm}$ 이하인 것이 바람직하고, $1 \times 10^{-5} \Omega \cdot \text{cm}$ 이하인 것이 보다 바람직하다. 그 열전도성은 $5\text{W}/\text{m} \cdot \text{K}$ 이상인 것이 바람직하고, $10\text{W}/\text{m} \cdot \text{K}$ 이상인 것이 보다 바람직하다. 비구형 은입자(A)가 소결되어 생긴 고형상 은의 형상은 특별히 한정되지 않으며, 시트형, 필름형, 테이프형, 선형, 원반형, 블록형, 스폽형, 부정 형상이 예시된다.

[0062]

본 발명의 페이스트형 은입자 조성물은 가열하면 휘발성 분산매(B)가 휘산되어 비구형 은입자(A)가 소결됨으로써 강도와 전기 전도성, 열전도성이 뛰어나고, 접촉해 있었던 금속제 부재(예컨대 금 도금 기판, 은 기판, 은 도금 금속 기판, 구리 기판, 알루미늄 기판, 니켈 도금 기판, 주석 도금 금속 기판 등의 금속계 기판; 전기 절연성 기판 상의 전극 등 금속 부분; 전자 부품, 전자 장치, 전기 부품, 전기 장치의 금속 부분(예컨대 단자))에의 접착성을 갖는 고형상 은이 된다. 따라서, 복수의 금속제 부재의 접합에 유용하며, 특히 금속계 기판 또는 전기 절연성 기판 상의 전극과, 전자 부품, 전자 장치, 전기 부품, 전기 장치의 금속 부분(예컨대 단자)의 접합에 유용하다. 그러한 접합으로서 콘덴서, 저항 등의 칩 부품과 회로 기판과의 접합; 다이오드, 메모리, CPU 등의 반도체 칩과 리드 프레임 또는 회로 기판과의 접합; 고발열의 CPU 칩과 냉각판과의 접합이 예시된다.

[0063]

본 발명의 페이스트형 은입자 조성물은 가열하여 비구형 은입자(A)를 소결한 후의 세정은 불필요하지만, 물이나 유기 용매로 세정할 수도 있다. 특히 휘발성 분산매(B)가 물 또는 친수성 용제인 경우에는 물로 세정할 수 있으므로, 알코올 등의 유기 용매에 의한 세정의 경우와 같은 VOC 발생의 문제가 없다. 본 발명의 페이스트형 은입자 조성물의 각 성분은 불순물이 적기 때문에 세정이 용이하다.

[0064]

본 발명의 페이스트형 은입자 조성물은 가열하면 휘발성 분산매(B)가 휘산되고, 비구형 은입자(A)끼리가 소결됨으로써 큰 강도와 매우 높은 전기 전도성과 열전도성을 갖는 고형장의 은이 되므로, 경화성 접착제, 예컨대 에폭시 수지계 접착제, 실리콘 수지계 접착제, 폴리이미드 수지계 접착제를 도포한 인쇄 배선용 기판, 또는 프라이머 조성물을 도포하고, 이어서 경화성 접착제를 도포한 인쇄 배선용 기판에 해당 접착제가 경화되기 전에 해당 페이스트형 은입자 조성물을 도포하여 가열함으로써 내마모성과 기판에의 접착성이 뛰어난 은 배선을 형성할 수 있다. 본 발명의 페이스트형 은입자 조성물을 적용하는 방법은 특별히 제한되지 않으며, 디스펜스 도포, 인

쇄 도포, 스프레이 도포, 솔칠, 주입 등이 있다. 또한, 단락 0028에 기재된 접합 방법에 의해 칩 등을 해당 인쇄 배선판에 탑재함으로써 회로판을 제조할 수 있다.

[0065] 본 발명의 페이스트형 은입자 조성물은 휘발성 분산매(B)를 함유하므로, 밀폐 용기에 보존하는 것이 바람직하다. 장기간 보존후에 사용할 때에는 용기를 진탕하고 나서, 또는 용기 안을 교반하고나서 사용하는 것이 바람직하다. 보존 안정성을 향상시킬 목적으로 냉장 보관을 할 수도 있으며, 보관 온도로서 10°C 이하가 예시된다. 밀폐 용기 내에 보관할 때에는 휘발성 분산매(B)가 응고되지 않는 온도에서 보관하는 것이 바람직하다.

[0066] 실시예

[0067] 본 발명의 실시예와 비교예를 들기로 한다. 실시예와 비교예 중 숫자 다음의 "부"라고 되어 있는 것은 "중량부"를 의미한다. 은입자 중의 탄소량 및 페이스트형 은입자 조성물을 가열하여 소결함으로써 생성된 고형상 은의 고착 강도, 부피 저항률 및 열전도율은 하기의 방법에 의해 25°C에서 측정하였다.

[0068] [탄소량]

[0069] 은입자를 산소 기류중에서 고주파에 의해 가열함으로써 비구형 은입자에 부착되어 있던 유기 화합물 중의 탄소를 탄산 가스로 바꾸고, 탄산 가스량을 적외선 흡수 스펙트럼법에 의해 측정하고, 탄산 가스량을 환산하여 탄소량을 산출하였다.

[0070] [고착 강도]

[0071] 폭 100mm×길이 40mm의 유리 섬유 강화 에폭시 수지 기판(1) 상에 1mm의 간격을 두고 설치된 2개의 0.8mm×1.2mm의 랜드(패드)부(4)(은 도금 마감)에 150 μm 두께의 메탈 마스크를 이용하여 페이스트형 은입자 조성물을 도포하고(도포 면적: 0.6mm×1.0mm), 칩 마운터에 의해 2012 칩 콘텐서의 단자 전극(3)을 이 랜드(패드)부(4)(은 도금 마감)에 탑재후, 강제 순환식 오븐 내에서 200°C에서 30분간 가열하였다. 알코올 또는 저급 이소파라핀의 휘산과 함께 페이스트형 은입자 조성물 중의 비구형 은입자가 소결되어 랜드(패드)부(4)와 2012 칩 콘텐서의 단자 전극(3)(양단부 은 도금 마감)이 접합되었다. 이와 같이 하여 얻어진 고착 강도 측정용 시험체를 고정하고, 그 칩 콘텐서(2)의 측면을 고착 강도 시험기에 의해 누름 속도 23mm/분으로 누르고, 접합부가 전단 파괴되었을 때의 하중을 가지고 고착 강도(단위: kgf 및 N)로 하였다. 또한, 고착 강도 시험의 횟수는 5회이며, 5회의 평균값을 고착 강도로 하였다.

[0072] [부피 저항률]

[0073] 폭 10mm, 길이 50mm, 두께 100 μm의 개구부를 갖는 메탈 마스크를 이용하고, 전기 절연성의 FR-4 유리 섬유 강화 에폭시 수지 기판 상에 페이스트형 은입자 조성물을 인쇄 도포하고, 강제 순환식 오븐 내에서 200°C에서 30분간 가열하였다. 알코올 또는 저급 이소파라핀의 휘산과 함께 페이스트형 은입자 조성물 중의 비구형 은입자가 소결되어 필름형 은이 되었다. 이 필름형 은에 대하여 50mm 길이의 측정단 사이에서 저항을 측정하고, 부피 저항률(단위: Ω · cm)을 산출하였다.

[0074] [열전도율]

[0075] 10mm×10mm의 실리콘 웨이퍼 사이에 두께 40 μm 또는 80 μm가 되도록 페이스트형 은입자 조성물을 개재시키고, 강제 순환식 오븐 내에서 200°C에서 30분간 가열하였다. 알코올 또는 저급 이소파라핀의 휘산과 함께 페이스트형 은입자 조성물 중의 비구형 은입자가 소결되어 필름형 은이 되었다. 이 필름형 은에 대하여 각각의 두께에서의 열저항(단위: °C/W)을 측정하였다. 각 두께(단위: m)와 열저항의 관계를 그래프에 플롯하여 직선을 긋고, 그 경사를 열전도율(단위: W/mK)로서 산출하였다.

[0076] [실시예 1]

[0077] 시판하는 환원법으로 제조된 은입자를 플레이크화한 은입자(레이저 회절법에 의해 얻어지는 1차 입자의 평균 입자 직경이 3.0 μm이고, 탄소량이 0.7중량%이고, 은 표면이 스테아르산으로 피복되어 있음) 20부에 1-헥산올(와코 준야쿠 고교 가부시키가이샤 발매의 시약 특급) 2부를 첨가하고, 주걱을 이용하여 균일하게 혼합함으로써 페이스트형 은입자 조성물을 조제하였다. 이 페이스트형 은입자 조성물은 메탈 마스크에서의 도포에 있어서 흐물거림, 훌러내림 등은 없어 양호한 형상으로 도포할 수 있었다. 이 페이스트형 은입자 조성물은 EFD 실린지(산에이 테크 가부시키가이샤 제조로서 선단에 부착한 니들의 내경이 1.55mm이고, 토풀압이 50kPa임)로부터 용이하게 토출할 수 있었다. 이 페이스트형 은입자 조성물에 대하여 가열 소결물인 고형상 은의 고착 강도, 부피 저

항률, 열전도율을 측정하고, 결과를 표 1에 정리하여 나타내었다. 부피 저항률 측정에 사용한 필름형 은은 정련법에 의한 은과 손색 없는 강도를 가지고 있었다. 이상의 결과로부터, 이 페이스트형 은입자 조성물이 강고한 고형상 은을 제조하기에 유용한 것, 금속제 부재를 전기 전도성과 열전도성 양호하고 강고하게 접합하기에 유용한 것, 및 내마모성과 기판에의 접착성과 전기 전도성과 열전도성이 뛰어난 은 배선을 형성하기에 유용한 것을 알 수 있다.

[0078] [실시예 2]

실시예 1에 있어서, 1-헥산을 대신 중류 범위가 106°C 내지 202°C인 저급 이소파라핀(신닛론 세키유 가가쿠 가부시키가이샤 제조, 상품명 아이소졸 300)을 사용한 것 이외에는 실시예 1과 동일한 방법으로 페이스트형 은입자 조성물을 조제하였다. 이 페이스트형 은입자 조성물은 메탈 마스크에서의 도포에 있어서 흐물거림, 흘러내림 등은 없어 양호한 형상으로 도포할 수 있었다. 이 페이스트형 은입자 조성물에 대하여 가열 소결물인 고형상 은의 고착 강도, 부피 저항률, 열전도율을 측정하고, 결과를 표 1에 정리하여 나타내었다. 부피 저항률 측정에 사용한 필름형 은은 정련법에 의한 은과 손색 없는 강도를 가지고 있었다. 이상의 결과로부터, 이 페이스트형 은입자 조성물이 강고한 고형상 은을 제조하기에 유용한 것, 금속제 부재를 전기 전도성과 열전도성 양호하고 강고하게 접합하기에 유용한 것, 및 내마모성과 기판에의 접착성과 전기 전도성과 열전도성이 뛰어난 은 배선을 형성하기에 유용한 것을 알 수 있다.

[0080] [실시예 3]

시판하는 환원법으로 제조된 입상 은입자(레이저 회절법에 의해 얻어지는 1차 입자의 평균 입자 직경이 2.7 μm이고, 탄소량이 0.9중량%이고, 은 표면이 스테아르산으로 피복되어 있음) 20부에 1-옥탄올(와코 준야쿠 고교 가부시키가이샤 발매의 시약 특급) 2부를 첨가하고, 주걱을 이용하여 균일하게 혼합함으로써 페이스트형 은입자 조성물을 조제하였다. 이 페이스트형 은입자 조성물은 메탈 마스크에서의 도포에 있어서 흐물거림, 흘러내림 등은 없어 양호한 형상으로 도포할 수 있었다. 이 페이스트형 은입자 조성물은 EFD 실린지(산데이 테크 가부시키가이샤 제조이며, 선단에 부착한 니들의 내경이 1.55mm이고, 토출압이 50kPa임)로부터 용이하게 토출할 수 있었다. 가열 소결물인 고형상 은의 고착 강도, 부피 저항률, 열전도율을 측정하고, 결과를 표 1에 정리하여 나타내었다. 부피 저항률 측정에 사용한 필름형 은은 정련법에 의한 은과 손색 없는 강도를 가지고 있었다. 이상의 결과로부터, 이 페이스트형 은입자 조성물이 강고한 고형상 은을 제조하기에 유용한 것, 금속제 부재를 전기 전도성과 열전도성 양호하고 강고하게 접합하기에 유용한 것 및 내마모성과 기판에의 접착성과 전기 전도성과 열전도성이 뛰어난 은 배선을 형성하기에 유용한 것을 알 수 있다.

[0082] [비교예 1]

시판하는 아토마이즈법으로 제조된 구형의 은입자(레이저 회절법에 의해 얻어지는 1차 입자의 평균 입자 직경이 1.0 μm이고, 탄소량이 0.8중량%이고, 표면은 고급 지방산으로 피복되어 있지 않음) 20부에 1-헥산올(와코 준야쿠 고교 가부시키가이샤 발매의 시약 특급) 2부를 첨가하고, 주걱을 이용하여 균일하게 혼합함으로써 페이스트형 은입자 조성물을 조제하였다. 이 페이스트형 은입자 조성물은 메탈 마스크에서의 도포에 있어서 흐물거림, 흘러내림 등은 없어 양호한 형상으로 도포할 수 있었다. 이 페이스트형 은입자 조성물에 대하여 고착 강도 측정용 시험체, 부피 저항률 측정용 시험체 및 열전도율 측정용 시험체를 만들고자 하였으나, 구형 은입자가 충분히 소결되기 않고, 소결물은 무르며, 손가락으로 문지르면 쉽게 부서져 시험체를 제작할 수 없었다. 따라서 고형상 은의 고착 강도, 부피 저항률, 열전도율은 측정 불가능하였다.

[0084] [비교예 2]

시판하는 환원법으로 제조된 은입자를 플레이크화한 은입자(레이저 회절법에 의해 얻어지는 1차 입자의 평균 입자 직경이 20 μm이고, 탄소량이 0.5중량%이고, 은 표면이 스테아르산으로 피복되어 있음) 20부에 1-헥산올(와코 준야쿠 고교 가부시키가이샤 발매의 시약 특급) 2부를 첨가하고, 주걱을 이용하여 균일하게 혼합함으로써 페이스트형 은입자 조성물을 조제하였다. 이 페이스트형 은입자 조성물은 메탈 마스크에서의 도포에 있어서 흐물거림, 흘러내림 등은 없어 양호한 형상으로 도포할 수 있었다. 이 페이스트형 은입자 조성물에 대하여 가열 소결물인 고형상 은의 고착 강도, 부피 저항률, 열전도율을 측정하고, 결과를 표 1에 정리하여 나타내었다. 부피 저항률 측정에 사용한 가열 소결물인 필름형 은은 정련법에 의한 은보다 다소 약한 강도를 가지고 있었다.

[0086] [비교예 3]

시판하는 환원법으로 제조된 은입자를 플레이크화한 은입자(레이저 회절법에 의해 얻어지는 1차 입자의 평균 입자 직경이 2.4 μm이고, 탄소량이 1.6중량%이고, 은 표면이 리놀렌산으로 피복되어 있음) 20부에 1-헥산올(와코

준야쿠 고교 가부시키가이샤 발매의 시약 특급) 2부를 첨가하고, 주격을 이용하여 균일하게 혼합함으로써 페이스트형 은입자 조성물을 조제하였다. 이 페이스트형 은입자 조성물은 메탈 마스크에서의 도포에 있어서 흐물거림, 흘러내림 등은 없어 양호한 형상으로 도포할 수 있었다. 이 페이스트형 은입자 조성물에 대하여 고착 강도 측정용 시험체, 부피 저항률 측정용 시험체 및 열전도율 측정용 시험체를 만들고자 하였으나, 플레이크형 은입자가 충분히 소결되지 않고, 소결물은 무르며, 손가락으로 문지르면 쉽게 부서져 시험체를 제작할 수 없었다. 따라서 고형상 은의 고착 강도, 부피 저항률, 열전도율은 측정 불가능하였다.

표 1

	실시예 1	실시예 2	실시예 3	비교예 1	비교예 2	비교예 3
고착강도 kg f (N)	3.0 (29.42)	2.5 (24.52)	3.0 (29.42)	측정 불가	0.1 (0.98)	측정 불가
부피 저항률 $\Omega \cdot \text{cm}$	5×10^{-6}	5×10^{-6}	5×10^{-6}	측정 불가	3×10^{-1}	측정 불가
열전도율 W/mK	45	35	40	측정 불가	1	측정 불가

[0088]

산업상 이용 가능성

[0089]

본 발명의 페이스트형 은입자 조성물, 고형상 은의 제조 방법, 고형상 은 및 접합 방법은 인쇄 회로 기판 상의 도전성 회로의 형성; 저항기나 콘덴서 등의 각종 전자 부품 및 각종 표시 소자의 전극의 형성; 전자파 필드용 도전성 피막의 형성; 콘덴서, 저항, 다이오드, 메모리, 연산 소자(CPU) 등의 칩 부품의 기판에의 접합; 태양 전지의 전극의 형성; 적층 세라믹 콘덴서, 적층 세라믹 인덕터, 적층 세라믹 액추에이터 등의 칩형 세라믹 전자 부품의 외부 전극의 형성 등에 유용하다. 본 발명의 배선판의 제조 방법은 은 배선을 갖는 인쇄 배선판을 효율적으로 제조하기에 유용하다.

도면의 간단한 설명

[0040]

도 1은 실시예에서의 고착 강도 측정용 시험체 (A)의 평면도이다. 칩 콘텐서 단자 전극(3)과 기판 랜드(패드)부(4)가 접합됨으로써 칩 콘텐서(2)가 유리 섬유 강화 에폭시 수지 기판(1)에 탑재되어 있다.

[0041]

도 2는 도 1의 Y-Y'선 단면도이다.

[0042]

<부호의 설명>

[0043]

A…고착 강도 측정용 시험체

[0044]

1…유리 섬유 강화 에폭시 수지 기판

[0045]

2…2012 칩 콘텐서

[0046]

3…2012 칩 콘텐서의 단자 전극

[0047]

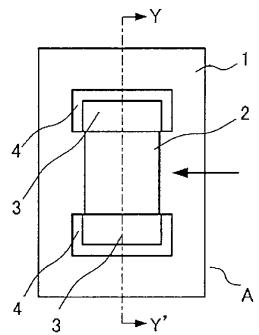
4…기판 랜드(패드)부

[0048]

5…고형상 은

도면

도면1



도면2

