

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5537805号
(P5537805)

(45) 発行日 平成26年7月2日(2014.7.2)

(24) 登録日 平成26年5月9日(2014.5.9)

(51) Int.Cl.

H01L 21/288 (2006.01)
C23C 18/30 (2006.01)

F 1

H01L 21/288
C23C 18/30

Z

請求項の数 16 (全 12 頁)

(21) 出願番号 特願2008-511787 (P2008-511787)
 (86) (22) 出願日 平成18年5月16日 (2006.5.16)
 (65) 公表番号 特表2008-541470 (P2008-541470A)
 (43) 公表日 平成20年11月20日 (2008.11.20)
 (86) 國際出願番号 PCT/GB2006/001819
 (87) 國際公開番号 WO2006/123144
 (87) 國際公開日 平成18年11月23日 (2006.11.23)
 審査請求日 平成21年4月23日 (2009.4.23)
 (31) 優先権主張番号 0510094.6
 (32) 優先日 平成17年5月18日 (2005.5.18)
 (33) 優先権主張国 英国(GB)
 (31) 優先権主張番号 60/681,950
 (32) 優先日 平成17年5月18日 (2005.5.18)
 (33) 優先権主張国 米国(US)

(73) 特許権者 506150320
 コンダクティブ・インクジェット・テクノロジー・リミテッド
 英国、オシット・ダブリューエフ5・9ダブリューエス、デューズベリー・ロード
 27、スプリングストーン・ハウス、ピーオーボックス 88
 (74) 代理人 100071010
 弁理士 山崎 行造
 (74) 代理人 100121762
 弁理士 杉山 直人
 (74) 代理人 100128767
 弁理士 白銀 博
 (74) 代理人 100118647
 弁理士 赤松 利昭

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】基板上での層の形成

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

基板上に固体層を生成する化学反応を活性化するために前記基板上に活性剤含有層を形成するための非水液体混合物であつて、前記基板は前記非水液体混合物より極性が高く：活性剤と；

界面活性剤と；

溶媒と；

随意的に結合剤を含み；

前記界面活性剤は、ポリエーテル変性ポリシロキサンおよびアクリル酸エステル変性ポリシロキサンから選定され；

前記非水液体混合物は、25で20～50 mN/mの範囲の表面張力を有する溶媒を含む；

非水液体混合物。

【請求項 2】

前記界面活性剤は、前記非水液体混合物の全重量の1重量%未満の量で存在する；請求項1に記載の非水液体混合物。

【請求項 3】

前記溶媒は、1つ以上の低極性溶媒を含む；

請求項1または請求項2に記載の非水液体混合物。

【請求項 4】

10

20

前記溶媒は、ジアセトンアルコールおよびメトキシプロパノールから選定される；
請求項 3 に記載の非水液体混合物。

【請求項 5】

前記活性剤は、触媒または触媒前駆体を含む；
請求項 1 ないし請求項 4 のいずれか 1 項に記載の非水液体混合物。

【請求項 6】

前記活性剤は、導電金属の塩または錯体である；
請求項 5 に記載の非水液体混合物。

【請求項 7】

前記活性剤は、酢酸パラジウムである；
請求項 6 に記載の非水液体混合物。

10

【請求項 8】

前記結合剤は、固体材料を形成するのに適した条件下で、重合および／または架橋する
ことができる 1 つ以上の材料を含む；
請求項 1 ないし請求項 7 のいずれか 1 項に記載の非水液体混合物。

【請求項 9】

1 つ以上の紫外線硬化アクリレートおよび／またはメタクリレートを含む；
請求項 8 に記載の非水液体混合物。

【請求項 10】

基板上に固体層を形成する方法であって：

20

前記基板上に活性剤含有層を生成するために、前記基板の表面に請求項 1 ないし請求項
9 のいずれか 1 項に記載の非水液体混合物を付着する工程と；

前記基板上に固体層を形成するために、1 つ以上の別の液体を、前記活性剤で活性化さ
れる化学反応のために、前記層に付着する工程とを備え；

前記基板は前記非水液体混合物より極性が高い；
方法。

【請求項 11】

前記非水液体混合物を、前記基板の表面にパターン状に付着する；
請求項 10 に記載の方法。

【請求項 12】

前記非水液体混合物は、塗布処理により付着される；
請求項 10 または請求項 11 に記載の方法。

30

【請求項 13】

前記塗布処理は、デジタル処理が好適な非接触処理である；
請求項 12 に記載の方法。

【請求項 14】

前記活性剤含有層はパターンにしたがって基板上に形成される；
請求項 10 ないし請求項 13 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 15】

前記固体層は、導電金属層である；
請求項 10 ないし請求項 14 のいずれか 1 項に記載の方法。

40

【請求項 16】

請求項 10 ないし請求項 15 のいずれか 1 項に記載の方法によって調整された固体層を
含む；
物品。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、基板上での層の形成に関し、基板上に活性剤含有層を形成するための液体混
合物、および、たとえば無電解析出により、そのような活性剤含有層を用いて、基板上に

50

、たとえば導電金属の、固体層を形成する方法に関する。

【背景技術】

【0002】

国際公開WO2004/068389は、特に、基板上に導電金属領域を形成する方法を開示し、この方法では、たとえばインクジェット印刷により触媒や触媒前駆体（たとえば、酢酸パラジウム）などの活性剤を基板上に析出することを含み、活性剤は金属イオン溶液と還元剤溶液の反応を活性化して基板上に導電金属領域を形成する。代表的な実施の形態では、活性剤インクはジアセトンアルコールとメトキシプロパノールの混合物中に溶解した酢酸パラジウムを含み、またポリビニル・ブチラールと水酸化カリウムとを含み、インクジェット印刷により基板上に塗布される。印刷された活性剤インクを乾燥した後に、硫酸銅とホルムアルデヒドを含有する1つ以上の溶液を活性剤含有層上に反応用にインクジェット印刷し、導電性銅層を形成する。

10

【0003】

国際特許出願PCT/GB2004/004589（国際公開WO2005/045095）は、たとえば導電金属の、固体層を、基板上の活性剤含有層の使用を含め、基板上に形成する方法を開示している。その層は、たとえば1つ以上の硬化性モノマーおよび/またはオリゴマーの重合反応生成物のような第1の化学官能性を含み、第1の化学官能性は、少なくとも一部はその層に付着される液体に不溶である。その層は、たとえばポリビニル・ピロリドン（PVP）のような第2の化学官能性も含むのが好ましく、第2の化学官能性は、少なくとも一部は付着された液体に可溶である。

20

【0004】

国際特許出願PCT/GB2004/005088（国際公開WO2005/056875）は、たとえば導電金属の、固体層を、基板上の活性剤含有層の使用を含め、基板上に形成する方法を開示している。活性剤は、たとえば紫外線硬化アクリレート（アクリル酸エステル）および/またはメタクリレート（メタクリル酸エステル）のような硬化性混合物中に加えられる。

20

【0005】

国際公開WO2005/045095およびWO2005/056875の方法は、無電解めっきにより導電金属をパターン付き状態に選択的に塗布するのに、特に使用される。選択的な金属塗布の用途には、電気回路、アンテナ、ディスプレイで使用される導体、加熱要素、相互接続および装飾を含むが、これらには限定されない。これらの用途のほとんどで、パターン付けされた外観の大きさや形状、および、たとえば特定金属形状の抵抗の再現性のような、形成された金属の物理特性を高度に制御することに大きな関心がある。

30

【0006】

中間の液相を経由する固体材料の塗布における一般的な問題は、いわゆる「コーヒー染み（coffee stain）」効果である。この現象は、溶媒あるいはキャリアが取り除かれることにより溶液から固体層が生成されるときに生ずる。表面張力と熱影響との組合せにより、溶媒が蒸発し液滴が乾燥するにつれ、溶液の固体成分は、溶液の液滴の端へと分離される。このことにより、固体層の周辺を囲む厚い固体の特徴的なリングを有する固体層を生ずる。最終的な固体材料がいくつかの固体材料の混合で構成されるような状況では、この厚い周囲リングは、中央部分の比較的均一な材料とは異なった成分を有することが多い。外観上、このことは、固体層の色や色調の差として明らかになるかもしれない。固体層がたとえば化学反応性、電気的あるいは半導体特性のような別の物理特性のために利用されるならば、この効果により、塗布された材料の区域を横断して性能の本質的な変化（ばらつき）をもたらすことができる。

40

【0007】

無電解析出を促進する触媒組成を含む溶液の場合には、このコーヒー染み効果は、触媒材料の不均一な分布を生じ、よって、無電解析出速度のばらつきを生ずる。ほとんどの場合、触媒材料は厚いコーヒー染み領域に集中し、その結果この領域で高いめっき速度とな

50

り、よって、塗布された形状にわたり厚さのばらつきを大きくすることになるであろう。多くの場合、このことは好ましいことではない。

【発明の開示】

【0008】

一態様において、本発明は、化学反応を活性化するために基板上に活性剤含有層を形成するための液体混合物を提供し、固体層を生成し、液体混合物は、活性剤、界面活性剤および溶媒および／または結合剤を含む。

【0009】

使用においては、液体混合物（あるいはインク）を、たとえばインクジェット印刷など、いかなる適切な方法によってでも基板の表面へ付着することができる。その後この層は、化学反応を活性化するのに用いられ、基板上に、たとえば導電金属層などの、固体層を生成する。代表的には、このことは1つ以上の別の液体との接触を含む。

10

【0010】

よって別の態様では、本発明は基板上に固体層を形成する方法を提供し、活性剤と界面活性剤と溶媒および／または結合剤とを含む本発明による液体混合物を基板表面に付着する工程であって、基板上に活性剤含有層を生成する、工程と；1つ以上の別の液体を、活性剤で活性化される化学反応用にその層に付着する工程であって、基板上に固体層を形成する、工程とを備える。

【0011】

界面活性剤は、液体の表面張力を低下するのに一般的に用いられている。液体混合物中に界面活性剤が存在すると、特定の基板に付着されたときに、液体混合物の挙動が変化する。

20

【0012】

基板に付着されたときの液体混合物の挙動は、液体混合物（特に、溶媒および／または結合剤により定められるように）と基板表面との相対的な極性により定まる。

【0013】

液体混合物が基板表面より極性が小さい場合は、界面活性剤の親水性部分が、液体混合物よりも基板表面により親和性を生ずる。このことにより、結果として界面活性剤の極性部分が再配向し、基板表面をより疎水とし、基板表面と液体混合物の間の表面張力を増大する。このことにより、液体と基板表面との接触角は大きくなり、その結果、液体の端の「ピンニング（固定）」は減少し、濡れ性はあまり好ましくなり、液体がコーヒー染み形状で乾燥する傾向がなくなるか小さくなる。この場合には、狭くて、しっかりと画定された活性剤含有層の線を基板上に生成することができる。

30

【0014】

典型的には、この状況は、低極性のあるいは極性のない溶媒および／または結合剤（特に、非水液体）を含む液体混合物と、極性のある（イオン化した）表面（必ずしも、高い極性でなくてもよい）を有する基板とで生ずる。

【0015】

低極性の溶媒（たとえば、20～50mN/mの範囲の25での表面張力を有する）には、ジアセトンアルコールやメトキシプロパノールなどのような、アルコール錯体あるいは長鎖アルコールを含む。

40

【0016】

極性のある基板には、極性のあるまたは水酸基末端の表面を有するアクリル、スチレン、ポリエステル、ポリカーボネート、ポリアミド、ポリイミド、ガラスおよびセラミックスのような重合体材料を含む。さらに、極性のない表面は、たとえばコロナ処理あるいはプラズマ処理により、あるいは、自己組織化单分子膜によって、極性のあるように処理することもできる。

【0017】

液体混合物が基板表面より極性が大きい場合には、逆の作用が生ずる。この場合には、界面活性剤の親水性部分は、基板表面よりも液体混合物により親和性を有する。表面活性

50

剤は、液体混合物と基板表面との間の表面張力を減ずるように作用し、その結果、液体混合物の濡れ性が向上する。この場合には、基板上に活性剤含有層の広めの線が形成される。この効果は、液体混合物が濡れ性をよくするのに用いられることを意味し、他の場合には望ましくない非濡れという結果となったであろう。典型的には、この状況は、たとえば、液体混合物が、水ベースの混合物のように、大きな極性を有する場合、あるいは、基板表面が、高密度ポリエチレンの基板あるいは液晶ポリマーのように疎水性あるいは高度に非極性である場合に生ずる。

【0018】

液体混合物は、混合した溶媒を含んでもよい。

【0019】

溶媒がある場合、溶媒は活性剤を溶解し、あるいは、分散させる機能を有する液体であり、また、上述の挙動を説明するように、界面活性剤の溶媒としても作用する。液体混合物の使用においては、溶媒は蒸発し、活性剤含有層の構成要素とはならない。

10

【0020】

結合剤がある場合、結合剤も同様に、活性剤を溶解し、あるいは、分散させる機能を有し、また、界面活性剤の溶媒としても作用する。結合剤は、溶媒中に溶融している、一種の液体であり、あるいは、溶解した状態で液体混合物中に存在していてもよい。液体混合物の使用において、結合剤（あるいはその生成物）は、たとえば、溶媒を蒸発させた乾燥後にあるいは重合あるいは架橋などによる固化を生ずる化学反応後に、固体として活性剤含有層中に存在する。活性剤含有層中で、固体の結合剤（あるいは結合剤生成物）は活性剤の基板への接着を助ける。

20

【0021】

液体混合物は、典型的には溶媒と結合剤の両方を含むが、結合剤だけを、あるいは、溶媒だけを用いることも可能である。

【0022】

結合剤は、使用において固化する1つ以上の材料を含み、適当な条件での重合および/または架橋のような化学反応をするのが都合がよい。結合剤は、適切な硬化条件に反応して生ずる化学反応により、硬化すると都合がよい。たとえば、結合剤は、特定の波長範囲（たとえば、紫外線、青色光、マイクロ波、赤外線）の電磁照射、電子ビームあるいは熱などの刺激に反応して硬化してもよい。代わりに、結合剤は、適当な化学条件に、特に化学硬化剤あるいは硬化剤の存在などに反応して硬化してもよい。さらに可能性として、結合剤は、水分や空気などの種類のものの存在に反応して硬化してもよい。紫外線硬化混合物を用いるのが便利である。

30

【0023】

そのように結合剤は、1つ以上のモノマーおよび/またはオリゴマーを含むのが好ましく、モノマーおよび/またはオリゴマーは使用において重合しおよび/または架橋可能である。結合剤は、1つ以上の紫外線硬化アクリレートおよび/またはメタクリレートを含むのが好都合である。この場合、液体混合物は、当該技術分野の当業者に周知の適切な開始剤を伴う、1つ以上の紫外線光開始剤も含むこともできる。

【0024】

40

適切な硬化材料のさらに詳細な記述は、国際公開WO 2005/056875に記載されている。

【0025】

界面活性剤を含まないで、混合液体は、典型的には約45mN/mを下回る表面張力（25）を有する。

【0026】

本発明で用いるのに適当な界面活性剤の例には、ポリエーテル変性ポリシロキサン（たとえば、BYK-333、ビックケミー社（BYK-Chemie）、ドイツから販売のポリエーテル変性ポリジメチルシロキサン。BYK-333は登録商標）、およびヴァッカーケミー社（Wacker Chemie GmbH）、ドイツからのアディド300

50

(Addid 300) (ADDIDは登録商標)を含むポリジメチルシリコサン誘導体などのアクリル酸エステル変性ポリシリコサンを含む。

【0027】

混合した界面活性剤を用いることもできる。

【0028】

効果を生ずるには、界面活性剤は液体混合物中に比較的少量だけ必要である。典型的には、界面活性剤は、液体混合物の全重量を基礎として、1重量%未満の量で、場合により0.5重量%未満、たとえば、約0.3重量%の量で存在する。

【0029】

活性剤は液体混合物中で、溶液あるいは分散して(溶媒および/または結合剤中に溶解しあるいは分散して)あるいはこれらの状態の混合として存在する。 10

【0030】

活性剤は、たとえば上記で参照した先行技術文献で開示されているように、触媒あるいは触媒前駆体を備えるのが好都合である。固体層が導電金属層を備えるときには、活性剤は導電金属の塩あるいは錯体であるのが好都合であり、好ましくは遷移金属、特にパラジウム、プラチナあるいは銀の塩である。この塩は、塩化パラジウムのように無機、あるいは、たとえば酢酸パラジウムやプロピオン酸パラジウムのように有機でよい。

【0031】

現在の好適な活性剤は、酢酸パラジウムである。酢酸パラジウムは、金属化反応に触媒作用を及ぼすパラジウムの前駆体である。酢酸パラジウムは、たとえば、パラジウム金属を形成するように、ジメチルアミンボラン(DMAB)のような、その後に付着される還元剤により、その場での還元により、活性なあるいは触媒の構造に変形してもよく、その構造は、適切な別の液体(单数)や液体(複数)が付着されたときにその上に金属が析出するのに触媒作用を及ぼすことができる。 20

【0032】

混合した活性剤を用いることもできる。

【0033】

活性剤含有層は全基板表面のほとんどあるいはすべてをコーティングすることができる。あるいは、この層はパターンに従って基板上に形成されてもよい。これは、いくつもの方法で行うことができる。たとえば、液体混合物は、例えば所望のパターンで印刷するように、特にインクジェット印刷により、パターンに従って付着され、例えば塗布されてもよい。あるいは、活性剤含有層は、例えば国際公開WO 2005/056875に開示されているように、液体混合物を付着してからパターンを作ってよい。 30

【0034】

液体混合物を、塗布処理により、例えば印刷処理により、基板表面に付着するのが好ましい。塗布処理は、非接触であることが好ましく、たとえばインクジェット印刷のようなデジタル処理であることが好ましい。インクジェット印刷を用いるときには、液体混合物の特性は、この方法での塗布に適した特性、たとえば粘性、表面張力など、であるのがよい。

【0035】

印刷処理により、典型的には300nmより厚い、かなりより厚いかもしれない、厚さを有する層を生成することになる。

【0036】

液体混合物は、国際特許出願PCT/GB2004/004589に開示されているように、第1の化学官能性および第2の化学官能性を含むことが好ましい。

【0037】

他の任意選択で好ましい特徴は、国際公開WO 2004/068389、WO 2005/045095およびWO 2005/056875に開示されているようなものである。

【0038】

活性剤含有層は典型的には例えば、乾燥あるいは硬化後で、別の液体(单数)や液体(50

複数)が付着される前には、固体状である。別の液体(単数、複数)は、上記で説明したような塗布方法や浸す方法を含む種々の方法で付着される。

【0039】

固体層は、導電金属層であるのが好都合であり、活性剤含有層中の活性剤を含むいろいろな処理により形成することができる。適切な方法には、典型的には金属イオンの還元を伴い、国際公開WO2004/068389に開示された処理や、たとえば国際公開WO2005/045095およびWO2005/05687に開示されたような無電解メッキをも含む。

【0040】

本発明の方法は、基板上に固体層を形成するのに用途を見出し、特に、電気回路、アンテナ、ディスプレイで用いられる導線、加熱要素、内部接続および装飾を含む、種々の状況と用途で、導電金属層の選択的形成に用途を見出す。本発明は、その範囲内に、本発明の方法により調整された固体層を含む物品を含む。

【発明を実施するための最良の形態】

【0041】

本発明は、添付の図面を参照して、以下の実施例で、図示を目的として、さらに説明される。

【実施例1】

【0042】

従来の液体混合物あるいはインクの配合は、国際公開WO2005/045095に開示されているように、下記の図1に示した配合を有する。これは「標準」インクとして参考される。このインクは、特定の成分を混合して調整された。

【表1】

原材料	量 % (w/w)	量 g
D P G D A (結合剤)	30.5	152.5
アクチレン (A c t i l a n e) 505 (結合剤)	10	50
D P H A (結合剤)	3	15
イルガキュア (I r g a c u r e) 1700 (光開始剤)	3.25	16.25
イルガキュア819 (光開始剤)	1.25	6.25
D A A (溶媒)	37.5	187.5
D A A 中のP V P K 30の20%溶液	12.5	62.5
酢酸パラジウム (II) の三量体 (活性剤)	2	10

【0043】

D P G D Aは、U C B社、ベルギー、ドラゲンボス (D r a g e n b o s) から販売のジプロピレングリコールジアクリレートである。アクチレン505(アクチレン505は、登録商標)は、アクゾノーベルUVレジン社 (A k z o N o b e l U V R e s i n s)、英国、マンチェスターから販売の反応性四官能基アクリル酸ポリエステルオリゴマーである。D P H Aは、U C B社、ベルギー、ドラゲンボスから販売のジベンタエリトリオールヘキサアクリレート、六官能基モノマーである。D P G D A、アクチレン505およびD P H Aは、すべて紫外線硬化モノマーである。イルガキュア1700とイルガキュア819(イルガキュアは登録商標)は、チバスペシャルティケミカルズ社 (C i b a S p e c i a l t y C h e m i c a l s)、英国、マクルスフィールド (M a c c l e s f i e l d) から販売され、ともに紫外線光開始剤である。D A Aは、ジアセトンアルコールで紫外線硬化モノマー用の僅かに極性のある溶媒である。P V P K 30は、インターナショナルスペシャルティプロダクツ社 (I n t e r n a t i o n a l S p e c

10

20

30

40

50

ialty Products)からのK30グレードのポリビニルピロリドンであり、60000と70000の間の分子量を有する。ジョンソンマッセイ社 (Johnson Matthey)からのパラジウム(II)アセテート三量体は、触媒前駆体である。酢酸パラジウムは、溶液のインク中に初めに存在し、酢酸パラジウムの割合は潜在的に減少して安定したコロイドを形成する。

【0044】

この標準インクの例は、100 μmの厚さのメリネックス339ポリエスチル基板 (メリネックス (Melinex) はデュポン帝人フィルム社 (DuPont Teijin Films) の登録商標) 上に、XAAR XJ500/180/UVプリントヘッドを用いて180 dpi × 250 dpiの解像度で印刷された。これは、4 kHzの発生周波数でプリントヘッドを運転し、下方の基板を0.41 m/分で動かすことにより行った。その後、インクを、フュージョンシステムズ社 (Fusion Systems) からのライトハンマー (Light Hammer) 6 UVランプを用いて、100 W/cmの照射強度を与える140 mmH電球で、硬化した。

【0045】

標準インクの配合はそれから、0.3% W/Wの界面活性剤、ピックケミー社、ドイツから販売のBYK-333、ポリエーテル変性ポリジメチルシロキサンを含むように改良された。この改良された配合の詳細の全ては表2に示す。これは、「界面活性」インクと称される。

【表2】

原材料	量 % (w/w)	量 g
D PGDA (結合剤)	30.5	152.5
アクチレン505 (結合剤)	10	50
D PHA (結合剤)	3	15
イルガキュア1700 (光開始剤)	3.25	16.25
イルガキュア819 (光開始剤)	1.25	6.25
DAA (溶媒)	37.2	186
DAA中のPVP K30の 20%溶液	12.5	62.5
酢酸パラジウム(II)の三量体	2	10
BYK-333 (界面活性剤)	0.3	1.5

【0046】

この界面活性インクもまた、標準インクと同じ形態と条件を用いてメリネックス339上に印刷された。

【0047】

メリネックス339基板は、アクリル被服PET (ポリエチレンテレフタレート) であり、その表面は僅かに極性を有する。この結果、BYK-333界面活性剤の親水性部分は、インク中に僅かに極性のあるアルコール溶液とアクリレート結合剤だけのときよりも、基板に対しより大きな親和性を有する。このことにより効果的に、基板をより疎水性にし、基板とインクの間の表面張力を増加する。結果として、インクの端の「ピニング」は減少し、濡れ性はあまり好ましくなくなり、インクがコーヒー染みで乾燥する傾向がなくなる。

【0048】

図1は、上記の条件下で双方のインクを用いて印刷した3ピクセル幅の線の断面の表面形状図を示す。コーヒー染み効果が、標準インクでは明らかに見られ、1 μm程度のかなり均一な厚さを示すが、硬化と乾燥中に余分な固体が分配された端で3.3 μm程度に上昇している。比較において、界面活性インクは、より均一なドーム型形状を示し、中央で

10

20

30

40

50

2.6 μm 程度にまで上昇する。スキャンした形状を誇張するように横軸と縦軸のスケールに差があることに注意を要する。

【0049】

界面活性インクは、また標準インクより狭い線幅を生成し、503 μm に比べ434 μm 程度である。

【0050】

この効果は、図2および図3にそれぞれ示す2ピクセルの線および1ピクセルの線により顕著となる。2ピクセルの線では、界面活性インクは25%さらに狭い線を示す。1ピクセルの線の比較では、界面活性インクの線は30%程度さらに狭い。

【0051】

界面活性インクの別の利点は、メッキの均一性に起因する。上記の活性剤含有層の試料は、市販の無電解銅メッキ槽に浸すことにより銅金属で無電解メッキされた。そのメッキ槽は、エンブレート827銅メッキ成分溶液A、BおよびC（エンブレート（Enplate）はクックサンエレクトロニクスマテリアルズ社（Cookson Electronics）からの登録商標）で構成され、3:3:1の比で混ぜられ、75% w/wの脱イオン化された水で希釈された。エンブレート827Aは、硫酸銅を含む。エンブレートBはシアン錯化剤とホルムアルデヒドを含む。エンブレート827Cは、水酸化ナトリウムを含む。そのメッキ槽は45°の温度に維持された。メッキ前の予備処置として、試料は次メチルアミンボレーネ（DMAB）の1.6%溶液で洗浄され、酢酸パラジウムをパラジウムに還元した。

10

【0052】

20秒間メッキした後に、界面活性インクの試料は連続する銅線を形成したことは注目に値する。しかし、標準インクを用いて製造した試料は、線の端の厚い領域に選択的にメッキされた。より長いメッキ時間では、この効果は、一様になり、線が全て銅の連続した層に被覆されるようになった。

【0053】

界面活性インクを用いて印刷した線は、標準インクで印刷した同等な線よりも高い導電性の線を生成したことは、また注目に値する。表3は、これら2種のインクで印刷した1ピクセルおよび2ピクセルの線イメージでの抵抗値測定の比較を示す。

【表3】

20

	標準インク	界面活性インク
1ピクセル幅の線の平均抵抗値 (オーム)	162.7	103.5
2ピクセル幅の線の平均抵抗値 (オーム)	105.4	81.6

30

【0054】

そのイメージはメリネックス339上に、500 dpiの移動方向（Down-web）解像度で、印刷され硬化された3cmの長さの試験棒であった。試料は、上記のような無電解メッキ溶液中で40秒間メッキされた。平均抵抗値は、それぞれおののインクについて24本の試料にわたって測定された。界面活性インクは、標準配合よりも一貫して低い抵抗を有することが見て取れる。

40

【0055】

比較では、界面活性インクが、疎水性の基板で、たとえばデュポンからのゼニート（ゼニート（Zenite）は登録商標）のような液晶ポリマーで用いられるとき、界面活性剤がインクと基板との表面張力を減ずるように作用し、結果として、インクの濡れ性が改善され、標準インクで印刷したときに見られるよりも線の幅が太くなる。この効果は、界面活性インクは基板上の好適な濡れ性を得るために用いることができ、その基板は標準インクを用いるときには通常非濡れである。

50

【実施例 2】

【0056】

いろいろなインクにおける改善された濡れ性と細くなった線の幅の間の限界をよりよく定量化するために、界面活性剤 B Y K 3 3 3 を種々の液体に加え、メリネックス 3 3 9 ポリエステル基板上で界面活性剤ありとなしの液体の接触角を測定した。溶媒の極性特性がその表面張力に関係しているので（極性のより大きな液体は、より高い表面張力を有する）、液体は、下記の図 4 に示すように表面張力の順番に並べた。

【表 4】

名前	mN/m での、 20°C における表面張力
水	72.8
エチレングリコール	47.7
ポリエチレングリコール 300 (PEG)	43.5
N-メチル-2-ピロリドン (NMP)	40.79
ジアセトンアルコール (DAA)	30.9

10

20

【0057】

全ケースで、0.3% (w/w) の B Y K 3 3 3 界面活性剤を液体試料に加え、界面活性剤ありとなしの液体の液滴をメリネックス 3 3 9 ポリエステル上に置いた。水、エチレングリコール、ポリエチレングリコール 300 の場合には、界面活性剤を加えることにより濡れ性は改善され、界面活性剤ありの液滴の接触角は界面活性剤なしの液滴の接触角より顕著に小さかった。NMP と DAA の場合には、逆の結果であり、界面活性剤添加液体は基板に対しかなり大きな接触角を示した。

【0058】

この実験より、界面活性剤 B Y K 3 3 3 を加えることは、43.5 mN/m 以上の表面張力を有する液体に対しては、メリネックス 3 3 9 の濡れ性を改善することが推定される。同様に、この材料を加えることは、40.79 mN/m 以下の表面張力を有する液体に対しては線の幅を狭めることになる。

30

【図面の簡単な説明】

【0059】

【図 1】図 1 は、標準のインクと本発明による界面活性インクとを用いて印刷した 3 ピクセル幅の線の断面の表面形状の図のミクロン単位で移動したオングストローム単位の外形高さのグラフである。

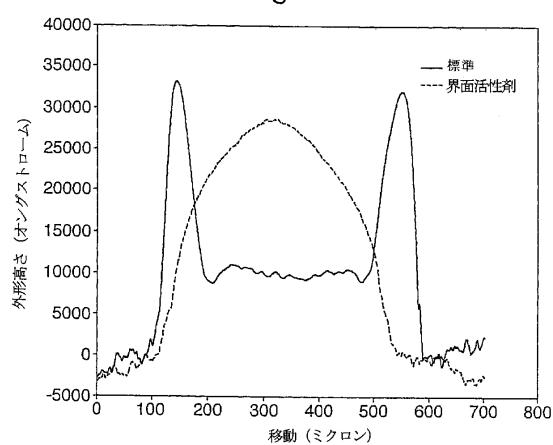
【図 2】図 2 は、図 1 と同様のグラフであり、2 ピクセル幅の線に対する結果を示す。

【図 3】図 3 は、図 1 および図 2 と同様のグラフであり、1 ピクセル幅の線に対する結果を示す。

40

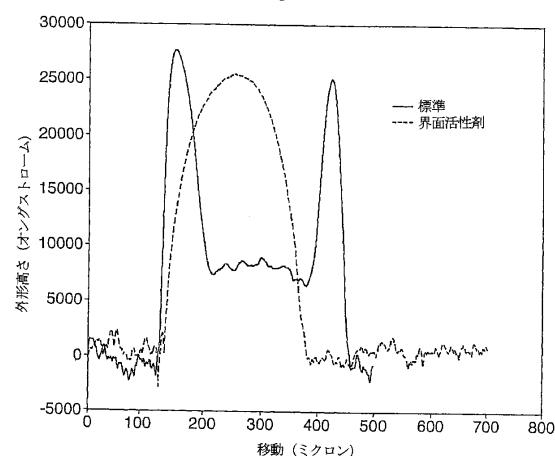
【図1】

Fig.1.



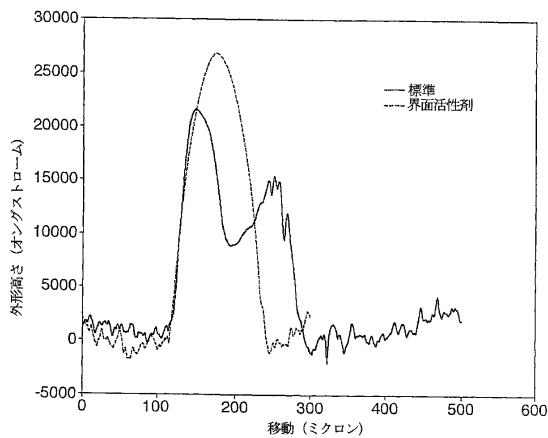
【図2】

Fig.2.



【図3】

Fig.3.



フロントページの続き

(74)代理人 100138519

弁理士 奥谷 雅子

(74)代理人 100120145

弁理士 田坂 一朗

(74)代理人 100138438

弁理士 尾首 亘聰

(74)代理人 100147740

弁理士 保坂 俊

(74)代理人 100123892

弁理士 内藤 忠雄

(72)発明者 ロビンソン、マーティン

英国、ハーツ・エスジー 8・7イージェイ、ロイストン、スタンフォード・クローズ 6

審査官 右田 勝則

(56)参考文献 特開2003-073585 (JP, A)

特開昭63-045379 (JP, A)

特表平06-508181 (JP, A)

国際公開第2005/045095 (WO, A1)

国際公開第2004/068389 (WO, A1)

特開平06-017255 (JP, A)

特表平08-507576 (JP, A)

特開2004-238731 (JP, A)

特開2004-315718 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

H01L 21/288

C23C 18/30