

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2009年3月12日 (12.03.2009)

PCT

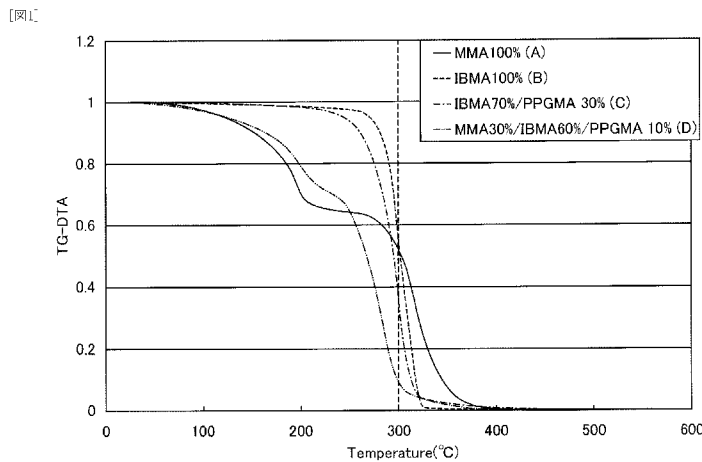
(10) 国際公開番号
WO 2009/031663 A1

- (51) 国際特許分類: *C08F 220/10* (2006.01) *C08K 3/00* (2006.01) [JP/JP]; 〒5308565 大阪府大阪市北区西天満2丁目4番4号 Osaka (JP).
C08F 290/06 (2006.01) *C08L 33/04* (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2008/066109
- (22) 国際出願日: 2008年9月5日 (05.09.2008)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願2007-233141 2007年9月7日 (07.09.2007) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 積水化学工業株式会社 (SEKISUI CHEMICAL CO., LTD.)
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 山内健司 (YAMAUCHI, Kenji) [JP/JP]; 〒6188589 大阪府三島郡島本町百山2-1 積水化学工業株式会社内 Osaka (JP). 平池宏至 (HIRAIKE, Hiroshi) [JP/JP]; 〒6188589 大阪府三島郡島本町百山2-1 積水化学工業株式会社内 Osaka (JP). 福井弘司 (FUKUI, Hiroji) [JP/JP]; 〒6188589 大阪府三島郡島本町百山2-1 積水化学工業株式会社内 Osaka (JP). 森口慎太郎 (MORIGUCHI, Shintaro) [JP/JP]; 〒6188589 大阪府三島郡島本町百山2-1 積水化学工業株式会社内 Osaka (JP). 宮崎寛子 (MIYAZAKI, Hiroko) [JP/JP]; 〒6188589 大阪府三島郡島本町百山2-1 積水化学工業株式会社内 Osaka (JP).

[続葉有]

(54) Title: BINDER RESIN, VEHICLE COMPOSITION, AND PASTE COMPOSITION HAVING INORGANIC MICROPARTICLE DISPERSED THEREIN

(54) 発明の名称: バインダー樹脂、ビヒクル組成物及び無機微粒子分散ペースト組成物



(57) Abstract: Disclosed are: a binder resin which produces less carbon residue after burning and can be defatted even in a low-temperature atmosphere when used as a binder resin for a paste composition having an inorganic microparticle dispersed therein (i.e., an inorganic microparticle-dispersed paste composition); and a vehicle composition and an inorganic microparticle-dispersed paste composition, each of which is produced by using the binder resin. Specifically disclosed is a binder resin for use in an inorganic microparticle-dispersed paste composition containing an inorganic microparticle, which is composed of a segment derived from methyl methacrylate, a segment derived from isobutyl methacrylate, and a segment derived from polyoxy alkylene ether monomethacrylate, wherein the segment derived from methyl methacrylate is contained in an amount of 5 to 55 wt% (inclusive), the segment derived from isobutyl methacrylate is contained in an amount of 30 to 80 wt% (inclusive), and the segment derived from polyoxy alkylene ether monomethacrylate is contained in an amount of 5 to 20 wt% (inclusive).

(57) 要約: 本発明は、無機微粒子分散ペースト組成物のバインダー樹脂として用いた場合に、焼結後の残留炭素が少なく、低温雰囲気下であっても脱脂処理が可能なバインダー樹脂を提供することを目的とする。更に、本発明は、該バインダー樹脂を用いて得られるビヒクル組成物及び無機微粒子分散ペースト組成物を提供することを目的とする。本発明は、無機微粒子を含有する無機微粒子分散ペースト組成物に用いる

[続葉有]

WO 2009/031663 A1



(74) 代理人: 安富康男, 外(YASUTOMI, Yasuo et al.); 〒5320003 大阪府大阪市淀川区宮原3丁目5番36号 新大阪MT-2ビル Osaka (JP).

(81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE,

SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MT, NL, NO, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告書

バインダー樹脂であって、メチルメタクリレートに由来するセグメント、イソブチルメタクリレートに由来するセグメント、及び、ポリオキシアルキレンエーテルモノメタクリレートに由来するセグメントを有し、メチルメタクリレートに由来するセグメントを5重量%以上、55重量%以下、イソブチルメタクリレートに由来するセグメントを30重量%以上、80重量%以下、及び、ポリオキシアルキレンエーテルモノメタクリレートに由来するセグメントを5重量%以上、20重量%以下含有するバインダー樹脂である。

明 細 書

バインダー樹脂、ビヒクル組成物及び無機微粒子分散ペースト組成物
技術分野

- [0001] 本発明は、無機微粒子分散ペースト組成物のバインダー樹脂として用いた場合に、焼結後の残留炭素が少なく、低温雰囲気下であっても脱脂処理が可能なバインダー樹脂に関する。更に、本発明は、該バインダー樹脂を用いて得られるビヒクル組成物及び無機微粒子分散ペースト組成物に関する。

背景技術

- [0002] 近年、導電性粉末、セラミック粉末、ガラス粉末等の無機微粒子をバインダー樹脂に分散させた無機微粒子分散ペースト組成物が、様々な形状の焼成体を得るために用いられている。例えば、バインダー樹脂に導電性粉末を分散させた導電ペーストは、回路形成やコンデンサーの製造等に用いられ、セラミック粉末やガラス粉末を分散させたセラミックペーストやガラスペーストは、プラズマディスプレイパネル(以下、PDPともいう)の誘電体層や積層セラミックコンデンサの製造等に用いられている。
- [0003] このような無機微粒子分散ペースト組成物は、例えば、スクリーン印刷法、ドクターブレード等を用いた塗布法、シート状に加工するためのキャスト法等により所定の形状に加工した後、焼成することで必要な形状の焼結体とすることができる。なかでも、スクリーン印刷法は、特に大量生産に適した方法である。
- 現在、印刷用のバインダー樹脂としては、エチルセルロースが多く用いられている。印刷用の無機微粒子分散ペースト組成物は、基板に印刷された後、加熱及び焼成を行い、バインダー樹脂を熱分解させることで、無機微粒子からなる層が得られるが、エチルセルロースは熱分解性が悪いために、有機物質が残りやすく、それを防ぐために高温で焼成しなければならず、製造エネルギーや時間がかかる問題があった。
- [0004] そのため、特に耐熱性が低い無機微粒子を用いる場合は、バインダー樹脂としてエチルセルロースを用いることは適切ではなかった。
- これに対して、特許文献1には、熱分解性に優れるアクリル樹脂を用いたペースト組成物が開示されている。このようなアクリル樹脂を含有する無機微粒子分散ペースト

組成物は、バインダー樹脂の熱分解性が良好なため、低温、短時間で焼成することができる。

しかしながら、このような場合であっても、軟化点が400°C以下である酸化ビスマス等の低融点ガラス類や、焼結により酸化されやすい銅や銀等の導電微粒子等の無機微粒子を用いる場合は、より低温での分解性が必要とされていた。

[0005] これに対して、近年ではポリエーテル樹脂や、ポリエーテル側鎖を有するアクリル樹脂等のポリエーテル系樹脂をバインダー樹脂として用いることが検討されている。しかしながら、これらの樹脂をバインダー樹脂とした場合、多量に配合しなければ十分な粘度が確保されず、無機微粒子分散ペースト組成物中の樹脂組成比を高くする必要があった。

また、これらのポリエーテル系樹脂は400°C以下という比較的低温の熱分解性を示すが、エーテル構造を燃焼した際に発生する煤が無機微粒子の表面に吸着し、焼結後に得られる焼結体の残留炭素が非常に多くなるため、無機微粒子の特性を十分に発揮することができなかった。

特許文献1:特開平11-71132号公報

発明の開示

発明が解決しようとする課題

[0006] 本発明は、無機微粒子分散ペースト組成物のバインダー樹脂として用いた場合に、焼結後の残留炭素が少なく、低温雰囲気下であっても脱脂処理が可能なバインダー樹脂を提供することを目的とする。更に、本発明は、該バインダー樹脂を用いて得られるビヒクル組成物及び無機微粒子分散ペースト組成物を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

[0007] 本発明は、無機微粒子を含有する無機微粒子分散ペースト組成物に用いるバインダー樹脂であって、メチルメタクリレートに由来するセグメント、イソブチルメタクリレートに由来するセグメント、及び、ポリオキシアルキレンエーテルモノメタクリレートに由来するセグメントを有し、メチルメタクリレートに由来するセグメントを5重量%以上、55重量%以下、イソブチルメタクリレートに由来するセグメントを30重量%以上、80重量

%以下、及び、ポリオキシアルキレンエーテルモノメタクリレートに由来するセグメントを5重量%以上、20重量%以下含有するバインダー樹脂である。

以下に本発明を詳述する。

- [0008] 本発明者らは鋭意検討した結果、イソブチルメタクリレート及びポリオキシアルキレンエーテルモノメタクリレートに、メチルメタクリレートを加えて共重合体とし、これらの比率を所定の範囲内とした場合、驚くべきことに、悪化が予測されていた熱分解性に顕著な改善が見られ、特に300°Cで加熱保持した場合における分解時間が大幅に短縮されることを見出した。加えて、このような構成のバインダー樹脂を用いた場合、燃焼時における煤の発生が抑制され、焼結後の残留炭素を低減させることが可能となることを見出し、本発明を完成させるに至った。
- [0009] 図1は、(A)メチルメタクリレート(MMA)単重合体、(B)イソブチルメタクリレート(IBMA)単重合体、(C)IBMA70重量%とポリプロピレングリコールモノメタクリレート(PPGMA)30重量%とからなる共重合体、及び、(D)MMA30重量%とIBMA60重量%とPPGMA10重量%とからなる共重合体、を0°Cから600°Cまで昇温した場合の分解特性(TG-DTA)を示すグラフである。
- 図1に示すように、(A)は、(B)や(C)と比較して、熱分解性が劣っており、特に300°C以上の温度での熱分解性が極めて悪いものとなっている。
- しかしながら、(C)にMMAを加え、所定の比率の共重合体とした(D)は、300°C以上の温度での熱分解性が大幅に改善し、特に300°C付近での分解特性が極めて優れるものとなっていることがわかる。これは、(A)では、重合体の高次構造が分解挙動に影響して、熱分解温度が高くなるが、上記3種類のセグメントを組み合わせることに加えて、各セグメントの含有量を所定量とすることで、メチルメタクリレートが本来有する低温分解特性を十分に発揮することができるためであると考えられる。
- [0010] 本発明のバインダー樹脂は、メチルメタクリレートに由来するセグメント、イソブチルメタクリレートに由来するセグメント、及び、ポリオキシアルキレンエーテルモノメタクリレートに由来するセグメントを有する。上記3種類のセグメントを有し、かつ、各セグメントの含有量を所定量とすることで、無機微粒子分散ペースト組成物のバインダー樹脂として用いた場合に、低温での脱脂を実現しつつ、焼結後の残留炭素の低減を図るこ

とが可能となる。

なお、本明細書において、低温脱脂とは、窒素置換等を行わない通常の空気雰囲気下において、300°Cで1時間保持した際にバインダー樹脂の初期重量の99.5重量%以上が分解されることを意味する。

[0011] 本発明のバインダー樹脂は、ポリオキシアルキレンエーテルモノメタクリレートに由来するセグメントを有する。上記ポリオキシアルキレンエーテルモノメタクリレートに由来するセグメントを有することで、本発明のバインダー樹脂は、脱脂工程において、200°C程度の温度で分解するため、バインダー樹脂の体積を大幅に減少させることができる。

[0012] 上記ポリオキシアルキレンエーテルモノメタクリレートとしては特に限定されず、例えば、ポリメチレングリコール、ポリアセタール、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール、ポリトリメチレングリコール、ポリテトラメチレングリコール、ポリブチレングリコールのモノメタクリレート等が挙げられ、なかでも、ポリエチレングリコールモノメタクリレート(繰り返し単位PEO)、ポリプロピレングリコールモノメタクリレート(繰り返し単位PPO)、ポリテトラメチレングリコールモノメタクリレート(繰り返し単位PTMO)が好ましい。

また、繰り返し単位がPPOである場合、繰り返し単位がPEOである場合と比較して分解性が良好となり、低温で分解可能となることから、ポリプロピレングリコールモノメタクリレートを用いることがより好ましい。更に、繰り返し単位がPTMOである場合、繰り返し単位がPEOである場合と比較して焼結時の煤の発生が少なくなることから、ポリテトラメチレングリコール鎖を含有するモノメタクリレートモノマーを用いることが好ましい。しかし、繰り返し単位がPTMOのみである場合、繰り返し単位がPPOである場合と比較して熱分解性が若干劣ることから、ポリテトラメチレングリコール鎖とポリプロピレングリコール鎖とを含有するモノメタクリレートモノマーを用いることが更に好ましい。

更に、複数のポリアルキレンエーテルが共重合されたものを用いてもよい。

[0013] 本発明のバインダー樹脂中のポリオキシアルキレンエーテルモノメタクリレートに由来するセグメントの含有量は、5重量%以上、20重量%以下である。ポリオキシアルキレンエーテルモノメタクリレートに由来するセグメントの含有量が5重量%未満であると

、熱分解温度が高くなる。また、ポリオキシアルキレンエーテルモノメタクリレートに由来するセグメントの分解は燃焼に起因するため、煤になる可能性が高く、ポリオキシアルキレンエーテルモノメタクリレートに由来するセグメントの含有量が20重量%を超えると、焼結後の残留炭素が多くなる。好ましくは、ポリオキシアルキレンエーテルモノメタクリレートに由来するセグメントの含有量が5重量%以上、10重量%未満である。

[0014] 本発明のバインダー樹脂は、メチルメタクリレートに由来するセグメントを有する。

上記メチルメタクリレートを重合することにより得られる樹脂は本来低温で分解する樹脂であるが、その高次構造が分解温度を高める働きをもたらすため、イソブチルメタクリレートと共重合させることでメチルメタクリレートの高次構造が解消され、低温分解特性を十分に発揮することができ、より低温での脱脂を実現することが可能となる。

なお、メチルメタクリレートに由来するセグメント及びイソブチルメタクリレートに由来するセグメントは、解重合で熱分解され、分解揮発物はそれぞれのモノマーとなる。

また、メチルメタクリレートには、ポリオキシアルキレンエーテルモノメタクリレートと共重合を行う際に発生する分解ガスの分子量を小さくする働きがあり、脱脂後の無機粒子表面への分解物の吸着を抑える働きを有すると考えられる。

本発明では、メチルメタクリレートに由来するセグメントを、イソブチルメタクリレート及びポリオキシアルキレンエーテルモノメタクリレートに由来するセグメントと組み合わせることに加えて、各セグメントの含有量を所定量とすることで、メチルメタクリレートに由来するセグメントが本来有する低温分解特性を十分に発揮することができ、より低温での脱脂を実現することが可能となる。

[0015] 本発明のバインダー樹脂中のメチルメタクリレートに由来するセグメントの含有量は、5重量%以上、55重量%以下である。メチルメタクリレートに由来するセグメントの含有量が5重量%未満であると、焼結後の残留炭素が多くなり、55重量%を超えると、熱分解温度が高くなる。好ましくは、メチルメタクリレートに由来するセグメントの含有量が10重量%以上、55重量%以下である。

[0016] また、上記ポリオキシアルキレンエーテルモノメタクリレートに由来するセグメントの含有量が10重量%の場合、上記メチルメタクリレートに由来するセグメントの含有量は、10重量%以上、50重量%以下であることが好ましい。上記メチルメタクリレートに由

来するセグメントの含有量が10重量%未満であると、焼成時に解重合により発生する分解ガスの分子量が大きくなり、無機微粒子表面に吸着しやすくなるため、焼結後の残留炭素が多くなることがある。上記メチルメタクリレートに由来するセグメントの含有量が50重量%を超えると、熱分解温度が高くなることがある。好ましくは、上記メチルメタクリレートに由来するセグメントの含有量が15重量%以上、45重量%以下である。

[0017] 更に、上記ポリオキシアルキレンエーテルモノメタクリレートに由来するセグメントの含有量が5重量%の場合、上記メチルメタクリレートに由来するセグメントの含有量は、15重量%以上、35重量%以下であることが好ましい。上記メチルメタクリレートに由来するセグメントの含有量が15重量%未満であると、焼成時に解重合により発生する分解ガスの分子量が大きくなり、無機微粒子表面に吸着しやすくなるため、焼結後の残留炭素が多くなることがある。上記メチルメタクリレートに由来するセグメントの含有量が35重量%を超えると、熱分解温度が高くなることがある。好ましくは、上記メチルメタクリレートに由来するセグメントの含有量が20重量%以上、30重量%以下である。

[0018] 本発明のバインダー樹脂は、イソブチルメタクリレートに由来するセグメントを有する。上記イソブチルメタクリレートに由来するセグメントを有することで、メチルメタクリレートに由来するセグメントが本来有する低温分解特性を十分に発揮することができる。また、一般にアクリル側鎖の炭素数が多くなると、樹脂の熱分解温度は高くなるが、メチルメタクリレートに由来するセグメントとイソブチルメタクリレートに由来するセグメントとを組み合わせることで、アクリル側鎖の炭素数が少なくなり、熱分解温度を低下させることができる。

[0019] 本発明のバインダー樹脂中のイソブチルメタクリレートに由来するセグメントの含有量は、30重量%以上、80重量%以下である。イソブチルメタクリレートに由来するセグメントの含有量が30重量%未満であると、焼結後の残留炭素が多くなり、80重量%を超えると、熱分解温度が高くなる。好ましくは、イソブチルメタクリレートに由来するセグメントの含有量が35重量%以上、75重量%以下である。

なお、メチルメタクリレートの由来するセグメントの高次構造による熱分解温度の向上

を防止するため、上記イソブチルメタクリレートに由来するセグメントの比率は、上記メチルメタクリレートに由来するセグメントの比率よりも大きくすることが好ましい。

[0020] また、上記ポリオキシアルキレンエーテルモノメタクリレートに由来するセグメントの含有量が10重量%の場合、上記イソブチルメタクリレートに由来するセグメントの含有量は、40重量%以上、80重量%以下であることが好ましい。上記イソブチルメタクリレートに由来するセグメントの含有量が40重量%未満であると、熱分解温度が高くなることがある。上記イソブチルメタクリレートに由来するセグメントの含有量が80重量%を超えると、樹脂Tgが低くなり、ペースト用バインダー樹脂として増粘効果が低く、ペースト中に必要な樹脂量が多くなってしまふことがある。好ましくは、上記イソブチルメタクリレートに由来するセグメントの含有量が45重量%以上、75重量%以下である。

[0021] 更に、上記ポリオキシアルキレンエーテルモノメタクリレートに由来するセグメントの含有量が5重量%の場合、上記イソブチルメタクリレートに由来するセグメントの含有量は、60重量%以上、80重量%以下であることが好ましい。上記イソブチルメタクリレートに由来するセグメントの含有量が60重量%未満であると、熱分解温度が高くなる。上記イソブチルメタクリレートに由来するセグメントの含有量が80重量%を超えると、樹脂Tgが低くなり、ペースト用バインダー樹脂として増粘効果が低く、ペースト中に必要な樹脂量が多くなってしまふ。好ましくは、上記イソブチルメタクリレートに由来するセグメントの含有量が65重量%以上、75重量%以下である。

[0022] 本発明のバインダー樹脂は、上記メチルメタクリレートに由来するセグメント、イソブチルメタクリレートに由来するセグメント、及び、ポリオキシアルキレンエーテルモノメタクリレートに由来するセグメントに加えて、所望の機能性を付加するため、本発明の効果を損なわない範囲で、極性基を有するモノマーに由来するセグメントを有していてもよい。

上記極性基を有するモノマーとしては、例えば、2-ヒドロキシエチルメタクリレート、ヒドロキシプロピルメタクリレート、メタクリル酸、グリシジルメタクリレート、グリセロールモノメタクリレート等が挙げられる。

[0023] 上記極性基を有するモノマーに由来するセグメントを有する場合、上記極性基を有

するモノマーに由来するセグメントの含有量は5重量%未満であることが好ましい。上記極性基を有するモノマーに由来するセグメントの含有量が5重量%以上であると、低温での熱分解性が損なわれたり、無機微粒子に付着する煤が多くなり、焼結体の残留炭素が多くなったりすることがある。

- [0024] 本発明のバインダー樹脂は、分子末端のみに水素結合性官能基を少なくとも1個以上有することが好ましい。上記水素結合性官能基が分子末端のみに存在することで、低温熱分解性等の本発明の効果を損なうことなく、無機微粒子分散ペースト組成物とした場合に、多量に配合しなくても適度な粘度を確保することができる。
- [0025] 上記水素結合性官能基としては特に限定されず、例えば、水酸基、カルボキシル基、アミノ基等が挙げられる。なかでも、熱分解時の影響が少ない等の理由から、水酸基、カルボキシル基が好適である。また、上記水素結合性官能基は少なくとも1個有すればよいが、多いほど相分離構造は安定化し、無機微粒子分散ペースト組成物の無機微粒子の分散性が向上する。
- [0026] 本発明のバインダー樹脂は、ポリスチレン換算による重量平均分子量が2万以上、7万未満であることが好ましい。ポリスチレン換算による重量平均分子量が2万未満であると、無機微粒子分散ペースト組成物とした場合に十分な粘度が得られないことがある。ポリスチレン換算による重量平均分子量が7万以上であると、得られる無機微粒子分散ペースト組成物の糸曳性や印刷性に問題が生じることがある。
- なお、ポリスチレン換算による重量平均分子量の測定は、カラムとして例えばSHOKO社製カラムLF-804を用いてGPC測定を行うことで得ることができる。
- [0027] 本発明のバインダー樹脂を製造する方法としては特に限定されず、例えば、メチルメタクリレート、イソブチルメタクリレート及びポリオキシアルキレンエーテルモノメタクリレートを原料モノマーとし、連鎖移動剤及び有機溶剤等を含有するモノマー混合液を調製した後、該モノマー混合液に重合開始剤を添加し、上記原料モノマーを共重合させる方法が挙げられる。
- [0028] また、本発明のバインダー樹脂の分子末端のみに水素結合性官能基を導入する方法としては、例えば、水素結合性官能基を有する連鎖移動剤のもとで、上述したメチルメタクリレート、イソブチルメタクリレート及びポリオキシアルキレンエーテルモノメタク

リレートからなる原料モノマーをフリーラジカル重合法、リビングラジカル重合法、イニフター重合法、アニオン重合法、リビングアニオン重合法等の従来公知の方法で共重合する方法や、水素結合性官能基を有する重合開始剤のもとで、上述したモノマーをフリーラジカル重合法、リビングラジカル重合法、イニフター重合法、アニオン重合法、リビングアニオン重合法等の従来公知の方法で共重合する方法が挙げられる。なお、これらの方法は併用してもよい。

また、バインダー樹脂の分子末端のみに水素結合性官能基が導入されたことは、例えば、 ^{13}C -NMRにより確認することができる。

- [0029] 上記水素結合性官能基を有する連鎖移動剤としては、特に限定されず、例えば、水素結合性官能基として水酸基を有するメルカプトプロパンジオール、水素結合性官能基としてカルボキシル基を有するチオグリセロール、メルカプトコハク酸、メルカプト酢酸、水素結合性官能基としてアミノ基を有するアミノエタンチオール等が挙げられる。
- [0030] 上記水素結合性官能基を有する重合開始剤としては、特に限定されず、例えば、P-メンタンヒドロペルオキシド(日油社製「パーメンタH」)、ジイソプロピルベンゼンヒドロペルオキシド(日油社製「パークミルP」)、1, 2, 3, 3-テトラメチルブチルヒドロペルオキシド(日油社製「パーオクタH」)、クメンヒドロペルオキシド(日油社製「パークミルH-80」)、t-ブチルヒドロペルオキシド(日油社製「パーブチルH-69」)、過酸化シクロヘキサノン(日油社製「パーヘキサH」)、1, 1, 3, 3-テトラメチルブチルヒドロパーオキシド、t-ブチルヒドロパーオキシド、t-アミルヒドロパーオキシド、D isuccinic acid peroxide(パーロイルSA)等が挙げられる。
- [0031] 本発明のバインダー樹脂と、有機溶剤とを含有するビヒクル組成物もまた本発明の1つである。
- [0032] 上記有機溶剤としては特に限定されず、例えば、エチレングリコールエチルエーテル、エチレングリコールモノブチルエーテル、エチレングリコールモノエチルエーテルアセテート、ジエチレングリコールモノエチルエーテル、ジエチレングリコールモノメチルエーテル、ジエチレングリコールモノイソブチルエーテル、トリメチルペンタンジオールモノイソブチレート、ブチルカルビトール、ブチルカルビトールアセテート、テルピネオ

ール、テルピネオールアセテート、ジヒドロテルピネオール、ジヒドロテルピネオールアセテートテキサノール、イソホロン、乳酸ブチル、ジオクチルフタレート、ジオクチルアジペート、ベンジルアルコール、フェニルプロピレングリコール、クレゾール、高粘度テルペン化合物、N-メチルピロリドン、3-メトキシ-3-メチル-1-ブタノール、3-メチル-1,5-ペンタンジオール、2,4-ジエチル-1,5-ペンタンジオール、2-エチル-1,3-ヘキサジオール等が挙げられる。

なかでも、テルピネオールアセテート、ジヒドロテルピネオール、ジヒドロテルピネオールアセテート、ジエチレングリコールモノエチルエーテル、ジエチレングリコールモノメチルエーテル、ジエチレングリコールモノイソブチルエーテル、ブチルカルビトール、ブチルカルビトールアセテート、テキサノールが好ましく、テルピネオール、テルピネオールアセテート、ジヒドロテルピネオール、ジヒドロテルピネオールアセテートがより好ましい。なお、これらの有機溶剤は単独で用いてもよく、2種以上を併用してもよい。

[0033] 上記有機溶剤は、沸点が150°C以上であることが好ましい。沸点が150°C未満であると、印刷プロセス中に溶剤が揮発してしまい、ペーストの粘度が高まり、印刷できなくなることもある。

[0034] 本発明のビヒクル組成物は、更に、エチルセルロースを含有していてもよい。エチルセルロースを極少量含有することにより、無機微粒子の分散性やビヒクル組成物の増粘性を更に向上させることができる。添加されるエチルセルロースは特に限定されないが、焼結性に優れることから、STD10以上STD45以下であることが好ましい。

[0035] 本発明のビヒクル組成物におけるバインダー樹脂の含有量としては特に限定されないが、好ましい下限が5重量%、好ましい上限が30重量%である。上記バインダー樹脂の含有量が、上記範囲内であると、低温で焼成しても脱脂可能な無機微粒子分散ペースト組成物を作製することができる。

エチルセルロースを添加する場合、エチルセルロースの含有量は、樹脂の全量に対して5重量%以上、20重量%以下であることが好ましい。エチルセルロースの含有量が5重量%未満であると、エチルセルロースを添加した効果がほとんど発現せず、20重量%を超えると、ビヒクル組成物を無機微粒子分散ペースト組成物に用いた場合

の焼結性に悪影響を及ぼす。

[0036] 本発明のビヒクル組成物における上記有機溶剤の含有量としては特に限定されないが、好ましい下限は5重量%、好ましい上限は60重量%である。上記有機溶剤の含有量が、この範囲を外れると、無機微粒子を分散させることが困難となったりすることがある。

[0037] 本発明のビヒクル組成物と、無機微粒子とを用いて無機微粒子分散ペースト組成物を作製することができる。このような無機微粒子分散ペースト組成物もまた、本発明の1つである。

[0038] 上記無機微粒子としては特に限定されず、例えば、銅、銀、ニッケル、金、白金、パラジウム、アルミナ、ジルコニア、酸化チタン、チタン酸バリウム、酸化マグネシウム、酸化スズ、ITO、窒化アルミナ、窒化ケイ素、窒化ホウ素、ケイ酸塩ガラス、鉛ガラス、 $\text{CaO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ 系無機ガラス、 $\text{MgO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ 系無機ガラス、 $\text{LiO}_2-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ 系無機ガラス、低融点ガラス類、蛍光体類、無機顔料類、種々のカーボンブラック、カーボンナノチューブ、金属錯体、遷移金属をベースとした金属錯体塩類が挙げられる。

上記低融点ガラス類としては特に限定されず、例えば、リン酸ガラス、亜鉛ガラス、ボロン系ガラス等が挙げられる。

上記蛍光体類としては特に限定されず、例えば、 $\text{BaMgAl}_{10}\text{O}_{17}:\text{Eu}$ 、 $\text{Zn}_2\text{SiO}_4:\text{Mn}$ 、 $(\text{Y}, \text{Gd})\text{BO}_3:\text{Eu}$ 等が挙げられる。

上記遷移金属をベースとした金属錯体塩類に用いられる遷移金属としては特に限定されず、例えば、Zn、Cu、Co、Ni、Hg、Pd等が挙げられる。

[0039] 本発明の無機微粒子分散ペースト組成物における上記無機微粒子の含有量としては特に限定されないが、好ましい下限が10重量%、好ましい上限が90重量%である。上記無機微粒子の含有量が10重量%未満であると、無機微粒子分散ペースト組成物の粘度が十分に得られないことがある。上記無機微粒子の含有量が90重量%を超えると、上記無機微粒子分散ペースト組成物に無機微粒子を分散させることが困難になることがある。

[0040] 本発明の無機微粒子分散ペースト組成物は、無機微粒子としてガラス粉末を用いた

場合、ガラスペースト組成物として好適に使用することができる。また、無機微粒子としてセラミック粉末を用いた場合はセラミックペースト組成物、無機微粒子として蛍光体粉末を用いた場合は蛍光体ペースト組成物、無機微粒子として導電性粉末を用いた場合は導電ペースト組成物として好適に使用することができる。更に、無機微粒子としてガラス粉末又はセラミックス粉末を用いることで、グリーンシートの材料として好適に使用することができる。これらの用途で本発明の無機微粒子分散ペースト組成物を用いることで、低温での脱脂が可能となり、焼結時の無機微粒子の酸化を最低限度に抑えることが可能となる。

発明の効果

- [0041] 本発明のバインダー樹脂は、メチルメタクリレート、イソブチルメタクリレート及びポリオキシアルキレンエーテルモノメタクリレートに由来するセグメントを有し、かつ、これらのセグメントの含有量を所定の範囲内とすることで、熱分解性を大幅に向上させることができることから、無機微粒子分散ペースト組成物のバインダー樹脂として用いた場合に、300°C未満のような低温プロセスでの脱脂が可能となり、かつ、燃焼時における煤の発生を防止して、焼結後の残留炭素を低減させることが可能となる。

発明を実施するための最良の形態

- [0042] 以下に実施例を掲げて本発明を更に詳しく説明するが、本発明はこれら実施例のみに限定されるものではない。

- [0043] (実施例1)

(バインダー樹脂の作製)

攪拌機、冷却器、温度計、湯浴及び窒素ガス導入口を備えた2Lセパラブルフラスコに、モノマーとしてメチルメタクリレート(MMA)25重量部、イソブチルメタクリレート(I BMA)70重量部、ポリプロピレングリコールモノメタクリレート(日油社製、ブレンマー PP1000)5重量部、連鎖移動剤としてメルカプトプロパンジオール0.3重量部、及び、有機溶剤として酢酸エチル100重量部とを混合し、モノマー混合液を得た。

- [0044] 得られたモノマー混合液を、窒素ガスを用いて20分間バブリングすることにより溶存酸素を除去した後、セパラブルフラスコ系内を窒素ガスで置換し攪拌しながら湯浴が沸騰するまで昇温した。重合開始剤を酢酸エチルで希釈した溶液を加え、重合を開

始させた。また、重合中に重合開始剤を含む酢酸エチル溶液を数回添加した。

[0045] 重合開始から7時間経過後、室温まで冷却して重合を終了させた。得られた重合液をステンレスバット上に展開し、100°Cオーブンにて12時間乾燥させることにより、バインダー樹脂を得た。

[0046] (ビヒクル組成物の作製)

このようにして得られたバインダー樹脂8重量部に対して、テルピネオール7重量部を添加し、高速分散機で分散させてビヒクル組成物を作製した。

[0047] (無機微粒子分散ペースト組成物の作製)

得られたビヒクル組成物15重量部に対して、無機微粒子として軟化点360°Cの低融点ガラスフリット85重量部を添加し、高速攪拌装置を用いて充分混練し、3本ロールミルにてなめらかになるまで処理を行うことにより、無機微粒子分散ペースト組成物を作製した。

[0048] (実施例2)

実施例1の(バインダー樹脂の作製)において、モノマーとしてメチルメタクリレート(MMA)15重量部、イソブチルメタクリレート(IBMA)80重量部、ポリプロピレングリコールモノメタクリレート(日油社製、ブレンマーPP1000)5重量部、連鎖移動剤としてメルカプトコハク酸1.0重量部、及び、有機溶剤として酢酸エチル100重量部とを混合し、モノマー混合液を得た以外は実施例1と同様にしてバインダー樹脂、ビヒクル組成物及び無機微粒子分散ペースト組成物を得た。

[0049] (実施例3)

実施例1の(バインダー樹脂の作製)において、モノマーとしてメチルメタクリレート(MMA)40重量部、イソブチルメタクリレート(IBMA)50重量部、ポリプロピレングリコールモノメタクリレート(日油社製、ブレンマーPP1000)10重量部、連鎖移動剤としてメルカプトプロパンジオール0.3重量部、及び、有機溶剤として酢酸エチル100重量部とを混合し、モノマー混合液を得た以外は実施例1と同様にしてバインダー樹脂、ビヒクル組成物及び無機微粒子分散ペースト組成物を得た。

[0050] (実施例4)

実施例1の(バインダー樹脂の作製)において、モノマーとしてメチルメタクリレート(M

MA) 10重量部、イソブチルメタクリレート (IBMA) 80重量部、ポリプロピレングリコールモノメタクリレート (日油社製、ブレンマーPP1000) 10重量部、連鎖移動剤としてメルカプトコハク酸1.0重量部、及び、有機溶剤として酢酸エチル100重量部とを混合し、モノマー混合液を得た以外は実施例1と同様にしてバインダー樹脂、ビヒクル組成物及び無機微粒子分散ペースト組成物を得た。

[0051] (実施例5)

実施例1の(バインダー樹脂の作製)において、モノマーとしてメチルメタクリレート (MMA) 55重量部、イソブチルメタクリレート (IBMA) 30重量部、ポリプロピレングリコールモノメタクリレート (日油社製、ブレンマーPP1000) 15重量部、連鎖移動剤としてメルカプトプロパンジオール0.3重量部、及び、有機溶剤として酢酸エチル100重量部とを混合し、モノマー混合液を得た以外は実施例1と同様にしてバインダー樹脂、ビヒクル組成物及び無機微粒子分散ペースト組成物を得た。

[0052] (実施例6)

実施例1の(バインダー樹脂の作製)において、モノマーとしてメチルメタクリレート (MMA) 5重量部、イソブチルメタクリレート (IBMA) 80重量部、ポリプロピレングリコールモノメタクリレート (日油社製、ブレンマーPP1000) 15重量部、連鎖移動剤としてメルカプトコハク酸1.0重量部、及び、有機溶剤として酢酸エチル100重量部とを混合し、モノマー混合液を得た以外は実施例1と同様にしてバインダー樹脂、ビヒクル組成物及び無機微粒子分散ペースト組成物を得た。

[0053] (実施例7)

実施例1の(バインダー樹脂の作製)において、モノマーとしてメチルメタクリレート (MMA) 18重量部、イソブチルメタクリレート (IBMA) 75重量部、ポリプロピレングリコールモノメタクリレート (日油社製、ブレンマーPP1000) 7重量部、連鎖移動剤としてメルカプトプロパンジオール0.3重量部、及び、有機溶剤として酢酸エチル100重量部とを混合し、モノマー混合液を得た以外は実施例1と同様にしてバインダー樹脂、ビヒクル組成物及び無機微粒子分散ペースト組成物を得た。

[0054] (実施例8)

実施例1の(バインダー樹脂の作製)において、モノマーとしてメチルメタクリレート (M

MA) 28重量部、イソブチルメタクリレート (IBMA) 60重量部、ポリプロピレングリコールモノメタクリレート (日油社製、ブレンマーPP1000) 12重量部、連鎖移動剤としてメルカプトプロパンジオール0.3重量部、及び、有機溶剤として酢酸エチル100重量部とを混合し、モノマー混合液を得た以外は実施例1と同様にしてバインダー樹脂、ビヒクル組成物及び無機微粒子分散ペースト組成物を得た。

[0055] (実施例9)

実施例1の (バインダー樹脂の作製) において、モノマーとしてメチルメタクリレート (MMA) 30重量部、イソブチルメタクリレート (IBMA) 60重量部、ポリプロピレングリコールモノメタクリレート (日油社製、ブレンマーPP1000) 10重量部、連鎖移動剤としてメルカプトプロパンジオール0.3重量部、及び、有機溶剤として酢酸エチル100重量部とを混合し、モノマー混合液を得た以外は実施例1と同様にしてバインダー樹脂を得た。その後、得られたバインダー樹脂6.2重量部に対して、エチルセルロース (WAKOケミカル社製、STD10) 0.3重量部及びテルピネオール8.5重量部を添加し、高速分散機で分散させてビヒクル組成物を作製した。更に、実施例1と同様にして無機微粒子分散ペースト組成物を得た。

[0056] (実施例10)

実施例1の (バインダー樹脂の作製) において、モノマーとしてメチルメタクリレート (MMA) 25重量部、イソブチルメタクリレート (IBMA) 55重量部、ポリテトラメチレングリコール鎖を含有するモノメタクリレート (日油社製、ブレンマー10PPB-500B) 20重量部、連鎖移動剤としてメルカプトプロパンジオール0.3重量部、及び、有機溶剤として酢酸エチル100重量部とを混合し、モノマー混合液を得た以外は実施例1と同様にしてバインダー樹脂、ビヒクル組成物及び無機微粒子分散ペースト組成物を得た。

[0057] (比較例1)

実施例1の (バインダー樹脂の作製) において、モノマーとしてイソブチルメタクリレート (IBMA) 100重量部、連鎖移動剤としてドデカンチオール0.05重量部、及び、有機溶剤として酢酸エチル100重量部とを混合し、モノマー混合液を得た以外は実施例1と同様にしてバインダー樹脂、ビヒクル組成物及び無機微粒子分散ペースト組成

物を得た。

[0058] (比較例2)

実施例1の(バインダー樹脂の作製)において、モノマーとしてメチルメタクリレート(MMA)100重量部、連鎖移動剤としてドデカンチオール0.05重量部、及び、有機溶剤として酢酸エチル100重量部とを混合し、モノマー混合液を得た以外は実施例1と同様にしてバインダー樹脂、ビヒクル組成物及び無機微粒子分散ペースト組成物を得た。

[0059] (比較例3)

実施例1の(バインダー樹脂の作製)において、モノマーとしてイソブチルメタクリレート(IBMA)85重量部、ポリエチレングリコールモノメタクリレート(日油社製、ブレンマーPE90)15重量部、連鎖移動剤としてメルカプトプロパンジオール0.3重量部、及び、有機溶剤として酢酸エチル100重量部とを混合し、モノマー混合液を得た以外は実施例1と同様にしてバインダー樹脂、ビヒクル組成物及び無機微粒子分散ペースト組成物を得た。

[0060] (比較例4)

実施例1の(バインダー樹脂の作製)において、モノマーとしてメチルメタクリレート(MMA)85重量部、ポリエチレングリコールモノメタクリレート(日油社製、ブレンマーPE90)15重量部、連鎖移動剤としてメルカプトコハク酸1.0重量部、及び、有機溶剤として酢酸エチル100重量部とを混合し、モノマー混合液を得た以外は実施例1と同様にしてバインダー樹脂、ビヒクル組成物及び無機微粒子分散ペースト組成物を得た。

[0061] (比較例5)

実施例1の(バインダー樹脂の作製)において、モノマーとしてメチルメタクリレート(MMA)10重量部、イソブチルメタクリレート(IBMA)85重量部、ポリプロピレングリコールモノメタクリレート(日油社製、ブレンマーPP1000)5重量部、連鎖移動剤としてメルカプトプロパンジオール0.3重量部、及び、有機溶剤として酢酸エチル100重量部とを混合し、モノマー混合液を得た以外は実施例1と同様にしてバインダー樹脂、ビヒクル組成物及び無機微粒子分散ペースト組成物を得た。

[0062] (比較例6)

実施例1の(バインダー樹脂の作製)において、モノマーとしてメチルメタクリレート(MMA)5重量部、イソブチルメタクリレート(IBMA)85重量部、ポリプロピレングリコールモノメタクリレート(日油社製、ブレンマーPP1000)10重量部、連鎖移動剤としてメルカプトコハク酸1.0重量部、及び、有機溶剤として酢酸エチル100重量部とを混合し、モノマー混合液を得た以外は実施例1と同様にしてバインダー樹脂、ビヒクル組成物及び無機微粒子分散ペースト組成物を得た。

[0063] (比較例7)

実施例1の(バインダー樹脂の作製)において、モノマーとしてメチルメタクリレート(MMA)60重量部、イソブチルメタクリレート(IBMA)25重量部、ポリプロピレングリコールモノメタクリレート(日油社製、ブレンマーPP1000)15重量部、連鎖移動剤としてメルカプトプロパンジオール0.3重量部、及び、有機溶剤として酢酸エチル100重量部とを混合し、モノマー混合液を得た以外は実施例1と同様にしてバインダー樹脂、ビヒクル組成物及び無機微粒子分散ペースト組成物を得た。

[0064] (比較例8)

実施例1の(バインダー樹脂の作製)において、モノマーとしてイソブチルメタクリレート(IBMA)85重量部、ポリプロピレングリコールモノメタクリレート(日油社製、ブレンマーPP1000)15重量部、連鎖移動剤としてメルカプトコハク酸1.0重量部、及び、有機溶剤として酢酸エチル100重量部とを混合し、モノマー混合液を得た以外は実施例1と同様にしてバインダー樹脂、ビヒクル組成物及び無機微粒子分散ペースト組成物を得た。

[0065] (比較例9)

実施例1の(バインダー樹脂の作製)において、モノマーとしてメチルメタクリレート(MMA)60重量部、イソブチルメタクリレート(IBMA)20重量部、ポリテトラメチレングリコール鎖を含有するモノメタクリレート(日油社製、ブレンマー10PPB-500B)20重量部、連鎖移動剤としてドデカンチオール0.05重量部、及び、有機溶剤として酢酸エチル100重量部とを混合し、モノマー混合液を得た以外は実施例1と同様にしてバインダー樹脂、ビヒクル組成物及び無機微粒子分散ペースト組成物を得た。

[0066] (比較例10)

実施例1の(バインダー樹脂の作製)において、モノマーとしてメチルメタクリレート(MMA)20重量部、イソブチルメタクリレート(IBMA)50重量部、ポリテトラメチレングリコール鎖を含有するモノメタクリレート(日油社製、ブレンマー10PPB-500B)30重量部、連鎖移動剤としてドデカンチオール0.05重量部、及び、有機溶剤として酢酸エチル100重量部とを混合し、モノマー混合液を得た以外は実施例1と同様にしてバインダー樹脂、ビヒクル組成物及び無機微粒子分散ペースト組成物を得た。

[0067] (評価)

実施例及び比較例で得られたバインダー樹脂及び無機微粒子分散ペーストについて、以下の方法で評価を行った。結果を表1及び表2に示す。

(1) 平均分子量測定

得られたバインダー樹脂について、カラムとしてSHOKO社製カラムLF-804を用い、ゲルパーミエーションクロマトグラフィーによる分析を行うことにより、ポリスチレン換算による重量平均分子量を測定した。

[0068] (2) 粘度評価

得られた無機微粒子分散ペースト組成物を、B型粘度計(BROOK FILED社製、DVII+Pro)を用い、常温で、回転数10rpmとした場合の粘度を測定した。なお、ガラス粒子の沈降を防ぐためにはある程度の粘度が必要なため、表1及び表2中、10Pa・s以上であるものを「○」、10Pa・s未満であるものを「×」とした。

[0069] (3) 分解温度(TG-DTA評価)

得られたバインダー樹脂を熱分解装置(TAインスツルメンツ社製、simultaneousSDT2960)を用いて空気雰囲気下にて昇温温度10°C/minで300°Cまで加熱し、その状態を60分保持した場合の樹脂の分解性を評価した。60分以内に樹脂が全て分解した場合を「○」、95%以上分解した場合を「△」、熱分解が95%未満である場合を「×」として評価した。なお、60分以内に樹脂が全て分解した場合には、分解が終了した時間を示した。

[0070] (4) 焼結性

得られた無機微粒子分散ペーストを、アプリケータを用いてガラス基板上に10mmの

厚さで塗工し、150℃オーブン中で60分養生し、テルピネオールを蒸発させ、ガラス粒子層を得た。得られたガラス粒子層を、300℃のオーブンで60分加熱してバインダー樹脂を脱脂し、更に450℃まで高めることで、完全にガラスフリットを溶解させ、得られたガラス板の着色の状態及び光沢の有無を目視にて確認し、以下の基準で評価した。ガラス特有の光沢を有する場合を「○」、光沢を有しない場合を「×」とした。

[0071] [表1]

	バインダー樹脂(重量部)										評価										
	モノマー						連鎖移動剤				ビヒクル組成物 (重量部)		無機微粒子分散 ペースト組成物 (重量部)		重量 平均 分子量	粘度		TG-DTA		焼結性	
	イソブチル メタクリレート		ホリアロピレン グリコール モノメタクリレート		ホリエチレン グリコール モノメタクリレート		ポリトリオメチレン グリコール鎖を 含有する モノメタクリレート		メルカプト コハク酸	ドデカン チオール	バインダー 樹脂	エチル セルロース	テルピネ オール	ビヒクル 組成物		ガラス フリット	10ppm (Pa·s)	増粘性	熱分解性	分解終了 時間(分)	着色
	メチル メタクリレート	イソブチル メタクリレート	ホリアロピレン グリコール モノメタクリレート	ホリエチレン グリコール モノメタクリレート	ポリトリオメチレン グリコール鎖を 含有する モノメタクリレート	メルカプト コハク酸	ドデカン チオール	バインダー 樹脂	エチル セルロース	テルピネ オール	ビヒクル 組成物	ガラス フリット	重量 平均 分子量	10ppm (Pa·s)	増粘性	熱分解性	分解終了 時間(分)	着色	表面 状態		
実施例1	25	70	5	-	-	0.3	-	8	-	7	15	85	7万	30	○	○	25	無色	○		
実施例2	15	80	5	-	-	1.0	8	-	7	15	85	7万	25	○	○	30	無色	○			
実施例3	40	50	10	-	-	0.3	8	-	7	15	85	7万	40	○	○	40	無色	○			
実施例4	10	80	10	-	-	1.0	8	-	7	15	85	7万	15	○	○	25	無色	○			
実施例5	55	30	15	-	-	0.3	8	-	7	15	85	7万	45	○	○	35	無色	○			
実施例6	5	80	15	-	-	1.0	8	-	7	15	85	7万	12	○	○	40	無色	○			
実施例7	18	75	7	-	-	0.3	8	-	7	15	85	7万	27	○	○	40	無色	○			
実施例8	28	60	12	-	-	0.3	8	-	7	15	85	7万	35	○	○	30	無色	○			
実施例9	30	60	10	-	-	0.3	6.2	0.3	8.5	15	85	7万	30	○	○	25	無色	○			
実施例10	25	55	-	-	20	0.3	8	-	7	15	85	7万	30	○	○	20	無色	○			

[0072] [表2]

	ハインダー樹脂(重量部)										評価							
	モノマー					連鎖移動剤					無機粒子分散 ベース組成物 (重量部)	TG-DTA		焼結性				
	メチル メタクリレート	イソブチル メタクリレート	ポリプロピレン グリコール メタクリレート	ポリエチレン グリコール メタクリレート	ポリブタジエン グリコール鎖を 含有する メタクリレート	メチル メタクリレート	アリブチル メタクリレート	アリブチル メタクリレート	アリブチル メタクリレート	アリブチル メタクリレート		重量 平均 分子量	粘度 10rpm (Pa·s)	増粘性	熱分解性	分解終了 時間(分)	着色	表面状態
比較例1	-	100	-	-	-	-	0.05	8	-	7	15	85	10万	○	×	残留	淡黄色	×(くもり)
比較例2	100	-	-	-	-	-	0.05	8	-	7	15	85	10万	○	×	残留	淡黄色	×(くもり)
比較例3	-	85	-	15	-	0.3	-	8	-	7	15	85	10万	○	△	残留	茶褐色	×(凹凸、くもり)
比較例4	85	-	-	15	-	1.0	-	8	-	7	15	85	10万	○	△	残留	茶褐色	×(凹凸、くもり)
比較例5	10	85	5	-	-	0.3	-	8	-	7	15	85	7万	×	△	残留	淡黄色	×(くもり)
比較例6	5	85	10	-	-	1.0	-	8	-	7	15	85	7万	×	△	残留	茶褐色	×(凹凸、くもり)
比較例7	60	25	15	-	-	0.3	-	8	-	7	15	85	7万	○	×	残留	茶褐色	×(凹凸、くもり)
比較例8	-	85	15	-	-	1.0	-	8	-	7	15	85	7万	×	△	残留	茶褐色	×(凹凸、くもり)
比較例9	60	20	-	-	20	-	0.05	8	-	7	15	85	10万	○	×	残留	淡黄色	×(くもり)
比較例10	20	50	-	-	30	-	0.05	8	-	7	15	85	10万	○	×	残留	淡黄色	×(くもり)

産業上の利用可能性

[0073] 本発明によれば、無機微粒子分散ペースト組成物のバインダー樹脂として用いた場合に、焼結後の残留炭素が少なく、低温雰囲気下であっても脱脂処理が可能なバインダー樹脂を提供できる。更に、本発明によれば、該バインダー樹脂を用いて得られるビヒクル組成物及び無機微粒子分散ペースト組成物を提供できる。

図面の簡単な説明

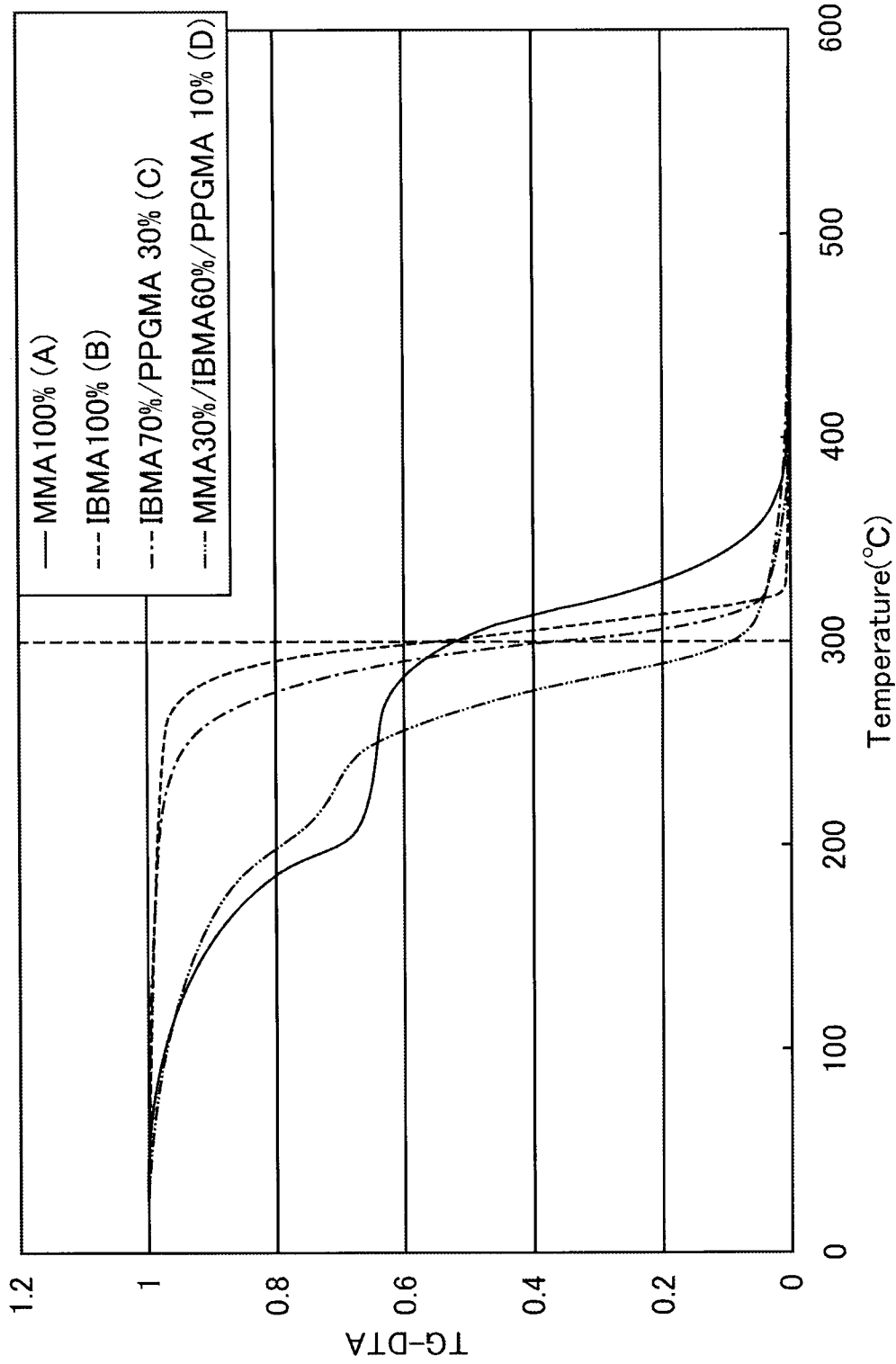
[0074] [図1]各種アクリル樹脂の熱分解挙動(TG-DTA)を示すグラフである。

請求の範囲

- [1] 無機微粒子を含有する無機微粒子分散ペースト組成物に用いるバインダー樹脂であって、
メチルメタクリレートに由来するセグメント、イソブチルメタクリレートに由来するセグメント、及び、ポリオキシアルキレンエーテルモノメタクリレートに由来するセグメントを有し、
メチルメタクリレートに由来するセグメントを5重量%以上、55重量%以下、
イソブチルメタクリレートに由来するセグメントを30重量%以上、80重量%以下、及び、
ポリオキシアルキレンエーテルモノメタクリレートに由来するセグメントを5重量%以上、20重量%以下含有することを特徴とするバインダー樹脂。
- [2] ポリオキシアルキレンエーテルモノメタクリレートのポリオキシアルキレンエーテル鎖がポリテトラメチレングリコール鎖を含有することを特徴とする請求項1記載のバインダー樹脂。
- [3] ポリスチレン換算による重量平均分子量が2万以上、7万以下であることを特徴とする請求項1又は2記載のバインダー樹脂。
- [4] 請求項1、2又は3記載のバインダー樹脂と、有機溶剤とを含有することを特徴とするビヒクル組成物。
- [5] 有機溶剤は、沸点が150°C以上であることを特徴とする請求項4記載のビヒクル組成物。
- [6] 有機溶剤は、テルピネオール、テルピネオールアセテート、ジヒドロテルピネオール及びジヒドロテルピネオールアセテートから選択される少なくとも1種であることを特徴とする請求項4記載のビヒクル組成物。
- [7] 更に、エチルセルロースを含有することを特徴とする請求項4、5又は6記載のビヒクル組成物。
- [8] 焼結体の製造に用いる無機微粒子分散ペースト組成物であって、
請求項4、5、6又は7記載のビヒクル組成物と、無機微粒子とを含有する

ことを特徴とする無機微粒子分散ペースト組成物。

[図1]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2008/066109

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
C08F220/10(2006.01)i, C08F290/06(2006.01)i, C08K3/00(2006.01)i, C08L33/04(2006.01)i

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)
C08F220/10-220/28, C08F290/06, C08K3/00-13/08, C08L33/04-33/14

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

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2008
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2008	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2008

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2006-308973 A (Sekisui Chemical Co., Ltd.), 09 November, 2006 (09.11.06), Claims; Par. Nos. [0012] to [0022]; examples (Family: none)	1-8
A	JP 2007-171311 A (Sekisui Chemical Co., Ltd.), 05 July, 2007 (05.07.07), Claims; Par. Nos. [0009] to [0023]; examples (Family: none)	1-8
A	JP 2000-7442 A (Mitsui Chemicals, Inc.), 11 January, 2000 (11.01.00), Claims; Par. Nos. [0009] to [0011] (Family: none)	1-8

Further documents are listed in the continuation of Box C. See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"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
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"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
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date	"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
"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)	"&" document member of the same patent family
"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	

Date of the actual completion of the international search 02 October, 2008 (02.10.08)	Date of mailing of the international search report 14 October, 2008 (14.10.08)
--	---

Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office	Authorized officer
Facsimile No.	Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2008/066109

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2004-315719 A (Nippon Shokubai Co., Ltd.), 11 November, 2004 (11.11.04), Claims; Par. Nos. [0006] to [0019] (Family: none)	1-8
A	JP 6-56511 A (Nippon Shokubai Co., Ltd.), 01 March, 1994 (01.03.94), Claims; Par. Nos. [0013] to [0022] (Family: none)	1-8

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))
 Int.Cl. C08F220/10(2006.01)i, C08F290/06(2006.01)i, C08K3/00(2006.01)i, C08L33/04(2006.01)i

B. 調査を行った分野
 調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))
 Int.Cl. C08F220/10-220/28, C08F290/06, C08K3/00-13/08, C08L33/04-33/14

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2008年
日本国実用新案登録公報	1996-2008年
日本国登録実用新案公報	1994-2008年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	JP 2006-308973 A (積水化学工業株式会社) 2006. 11. 09, 特許請求の範囲, 段落【0012】 - 【0022】, 実施例 (ファミリーなし)	1-8
A	JP 2007-171311 A (積水化学工業株式会社) 2007. 07. 05, 特許請求の範囲, 段落【0009】 - 【0023】, 実施例 (ファミリーなし)	1-8

C欄の続きにも文献が列挙されている。 パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー	の日の後に公表された文献
「A」特に関連のある文献ではなく、一般的な技術水準を示すもの	「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの	「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)	「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献	「&」同一パテントファミリー文献
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願	

国際調査を完了した日 02. 10. 2008	国際調査報告の発送日 14. 10. 2008
----------------------------	----------------------------

国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/JP) 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	特許庁審査官 (権限のある職員) 藤本 保	4 J	9 5 5 2
	電話番号 03-3581-1101 内線 3457		

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	JP 2000-7442 A (三井化学株式会社) 2000.01.11, 特許請求の範囲, 段落【0009】 - 【0011】 (ファミリーなし)	1-8
A	JP 2004-315719 A (株式会社日本触媒) 2004.11.11, 特許請求の範 囲, 段落【0006】 - 【0019】 (ファミリーなし)	1-8
A	JP 6-56511 A (株式会社日本触媒) 1994.03.01, 特許請求の範囲, 段 落【0013】 - 【0022】 (ファミリーなし)	1-8