

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号
特許第6274076号
(P6274076)

(45) 発行日 平成30年2月7日 (2018.2.7)

(24) 登録日 平成30年1月19日 (2018.1.19)

(51) Int.Cl.			F 1		
B 2 2 F	1/00	(2006.01)	B 2 2 F	1/00	L
H O 1 B	5/00	(2006.01)	H O 1 B	5/00	H
H O 1 B	1/22	(2006.01)	H O 1 B	5/00	G
H O 1 B	13/00	(2006.01)	H O 1 B	1/22	A
H O 1 B	1/00	(2006.01)	H O 1 B	13/00	5 O 1 P
請求項の数 8 (全 18 頁) 最終頁に続く					

(21) 出願番号	特願2014-222710 (P2014-222710)	(73) 特許権者	000183303
(22) 出願日	平成26年10月31日 (2014.10.31)		住友金属鉱山株式会社
(65) 公開番号	特開2016-89199 (P2016-89199A)		東京都港区新橋5丁目11番3号
(43) 公開日	平成28年5月23日 (2016.5.23)	(74) 代理人	100106002
審査請求日	平成28年10月6日 (2016.10.6)		弁理士 正林 真之
		(74) 代理人	100120891
			弁理士 林 一好
		(72) 発明者	岡田 浩
			愛媛県新居浜市磯浦町17-5 住友金属
			鉱山株式会社 新居浜研究所内
		(72) 発明者	山下 雄
			愛媛県新居浜市磯浦町17-5 住友金属
			鉱山株式会社 新居浜研究所内
		審査官	國方 康伸
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 銅粉及びそれを用いた銅ペースト、導電性塗料、導電性シート

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

樹枝状に成長した主幹と該主幹から分かれた複数の枝とを有する形状の銅粒子が集合した銅粉であって、

前記銅粒子の主幹及び枝は断面平均厚さが0.02μm～0.3μmの平板状であり、当該銅粉の平均粒子径(D50)が1.0μm～30μmであることを特徴とする銅粉。

【請求項2】

前記銅粒子の表面に微細な凸部があり、該凸部の平均高さが0.01μm～0.3μmであることを特徴とする請求項1に記載の銅粉。

【請求項3】

前記平板状の銅粒子の断面厚さを当該銅粉の平均粒子径(D50)で除した比が $8.0 \times 10^{-4} \sim 1.5 \times 10^{-1}$ の範囲であり、且つ、当該銅粉の嵩密度が0.5g/cm³～5.0g/cm³の範囲であることを特徴とする請求項1又は2に記載の銅粉。

【請求項4】

X線回折による(111)面のミラー指数における結晶子径が800Å～2000Åの範囲に属することを特徴とする請求項1乃至3のいずれかに記載の銅粉。

【請求項5】

請求項1乃至4のいずれかに記載の銅粉を、全体の20質量%以上の割合で含有していることを特徴とする金属フィラー。

【請求項 6】

請求項 5 に記載の金属フィラーを樹脂に混合させてなることを特徴とする銅ペースト。

【請求項 7】

請求項 5 に記載の金属フィラーを用いたことを特徴とする電磁波シールド用の導電性塗料。

【請求項 8】

請求項 5 に記載の金属フィラーを用いたことを特徴とする電磁波シールド用の導電性シート。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

10

【0001】

本発明は、導電性ペースト等の材料として用いられる銅粉に関するものであり、より詳しくは、導電性を改善させることのできる新規な形状を有する銅粉及びそれを用いた銅ペースト、導電性塗料、導電性シートに関する。

【背景技術】

【0002】

電子機器における配線層や電極等の形成には、樹脂型ペーストや焼成型ペーストのような、銀粉や銅粉等の金属フィラーを使用したペーストが多く用いられている。銀や銅の金属フィラーペーストは、電子機器の各種基材上に塗布又は印刷され、加熱硬化や加熱焼成の処理を受けて、配線層や電極等となる導電膜を形成する。

20

【0003】

例えば、樹脂型導電性ペーストは、金属フィラーと、樹脂、硬化剤、溶剤等からなり、導電体回路パターン又は端子の上に印刷し、100℃～200℃で加熱硬化させて導電膜とし、配線や電極を形成する。樹脂型導電性ペーストは、熱によって熱硬化型樹脂が硬化収縮するために金属フィラーが圧着され相互に接触することで金属フィラー同士が重なり、その結果電氣的に接続した電流パスが形成される。この樹脂型導電性ペーストは、硬化温度が200℃以下で処理されることから、プリント配線板等の熱に弱い材料を使用している基板に使用されていることが多い。

【0004】

一方、焼成型導電性ペーストは、金属フィラーと、ガラス、溶剤等からなり、導電体回路パターン又は端子の上に印刷し、600℃～800℃に加熱焼成して導電膜とし、配線や電極を形成する。焼成型導電性ペーストは、高い温度によって処理することで、金属フィラー同士が焼結して導通性が確保されるものである。この焼成型導電性ペーストは、このように高い焼成温度で処理されるため、樹脂材料を使用するようなプリント配線基板には使用できない点があるが、金属フィラーは焼結によって接続するので低抵抗が得られやすい特長がある。このような焼成型導電性ペーストは、例えば、積層セラミックコンデンサの外部電極等に使用されている。

30

【0005】

さて、これらの樹脂型導電性ペーストや焼成型導電性ペーストに使用される金属フィラーとしては、従来から銀の粉末が多く用いられてきた。しかしながら、近年では、貴金属価格が高騰し、低コスト化のためにも、銀粉より安価な銅粉の使用が好まれてきた。

40

【0006】

ここで、金属フィラーとして用いられる銅等の粉末としては、上述したように、粒子同士が接続して導電するために、粒状や樹枝状、平板状等の形状が多く用いられてきた。特に、粒子を縦・横・厚さの3方向のサイズから評価する場合、厚さが薄い平板状の形状は、厚さが減少することによる配線材の薄型化に貢献するとともに、一定の厚さがある立方体や球状の粒子よりも粒同士が接触する面積を大きく確保でき、それだけ低抵抗、すなわち高導電率が達成できるという利点がある。このため、平板状の形状の銅粉は、特に導電性を維持したい導電塗料や導電性ペーストの用途に適している。

【0007】

50

なお、導電性ペーストを薄く塗布して用いる場合には、銅粉に含まれる不純物の影響も考慮することが好ましくなる。

【0008】

このような平板状の銅粉を作製するために、例えば特許文献1では、導電性ペーストの金属フィラーに適したフレーク状銅粉を得る方法が開示されている。具体的には、平均粒径0.5～10 μm の球状銅粉を原料とし、ボールミルや振動ミルを用いて、ミル内に装填したメディアの機械的エネルギーにより機械的に平板状に加工するものである。

【0009】

また、例えば特許文献2では、導電性ペースト用銅粉末、詳しくはスルーホール用及び外部電極用銅ペーストとして高性能が得られる円盤状銅粉末及びその製造方法に関する技術が開示されている。具体的には、粒状アトマイズ銅粉末を媒体攪拌ミルに投入し、粉碎媒体として1/8～1/4インチ径のスチールボールを使用して、銅粉末に対して脂肪酸を重量で0.5～1%添加し、空気中あるいは不活性雰囲気中で粉碎することによって平板状に加工するものである。

【0010】

さらに、例えば特許文献3では、電解銅粉の樹枝を必要以上に発達させることなく、従来の電解銅粉よりも成形性が向上した、高い強度に成形できる電解銅粉を得る方法が開示されている。具体的には、電解銅粉自体の強度を増して高い強度に成形できる電解銅粉を析出させるために、電解銅粉を構成する結晶子のサイズを微細化させることを目的として、電解液である硫酸銅水溶液中にタングステン酸塩、モリブデン酸塩、及び硫黄含有有機化合物から選択される1種又は2種以上を添加して、電解銅粉を析出させるものである。

【0011】

これらの特許文献に開示された方法は、いずれも得られた粒状の銅粉をボール等の媒体を使用して機械的に変形（加工）させることによって平板状としており、加工してできた平板状の銅粉の大きさは、特許文献1の技術では平均粒径が1～30 μm であり、特許文献3での技術は平均粒径が7～12 μm の大きさとしている。

【0012】

一方、デンドライト状と呼ばれる樹枝状に析出した電解銅粉が知られており、形状が樹枝状になっていることから、表面積が大きく、成形性や焼結性が優れており、粉末冶金用途として含油軸受けや機械部品等の原料として使用されている。特に、含油軸受け等では、小型化が進み、それに伴って多孔質化や薄肉化、並びに複雑な形状が要求されるようになっている。それらの要求を満足するために、例えば特許文献4では、複雑3次元形状で寸法精度の高い金属粉末射出成形用銅粉末とそれを用いた射出成形品の製造方法が開示されている。具体的には、樹枝状の形状をより発達させることで、圧縮成形時に隣接する電解銅粉の樹枝が互いに絡み合って強固に連結するようになるため、高い強度に成形できることが示されている。さらに、導電性ペーストや電磁波シールド用の金属フィラーとして利用する場合には、樹枝状の形状であることから、球状と比べて接点を多くできることを利用することができるとしている。

【0013】

しかしながら、上述のような樹枝状の銅粉を導電性ペーストや電磁波シールド用樹脂等の金属フィラーとして利用する場合、樹脂中の金属フィラーが樹枝状に発達した形状であると、樹枝状の銅粉同士が絡み合って凝集が発生してしまい、樹脂中に均一に分散しないという問題や、凝集によりペーストの粘度が上昇して印刷による配線形成に問題が生じる。このような問題は、例えば特許文献3でも指摘されている。

【0014】

このように、樹枝状の銅粉を導電性ペースト等の金属フィラーとして用いるのは容易でなく、ペーストの導電性の改善がなかなか進まない原因ともなっていた。なお、導電性を確保するためには、樹枝状の方が粒状よりも接点を確保しやすく、導電性ペーストや電磁波シールドとして高い導電性を確保することができる。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0015】

【特許文献1】特開2005-200734号公報

【特許文献2】特開2002-15622号公報

【特許文献3】特開2011-58027号公報

【特許文献4】特開平9-3510号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0016】

本発明は、上述したような実情に鑑みて提案されたものであり、銅粉同士の接点を多くして優れた導電性を確保しつつ、導電性ペーストや電磁波シールド等の用途として好適に利用することができる銅粉を提供することを目的とする。

10

【課題を解決するための手段】

【0017】

本発明者らは、上述した課題を解決するための鋭意検討を重ねた。その結果、樹枝状に成長した主幹とその主幹から分かれた複数の枝とを有する形状であり且つ断面平均厚さが特定の範囲である平板状の銅粒子が集合して構成された銅粉であって、当該銅粉の平均粒子径（D50）が特定の範囲であることにより、優れた導電性を確保しつつ、例えば樹脂と均一に混合させることができ導電性ペースト等の用途に好適に用いることができることを見出し、本発明を完成させた。すなわち、本発明は、以下のものを提供する。

20

【0018】

（1）本発明に係る第1の発明は、樹枝状に成長した主幹と該主幹から分かれた複数の枝とを有する形状の銅粒子が集合した銅粉であって、前記銅粒子の主幹及び枝は断面平均厚さが $0.02\mu\text{m}\sim 0.3\mu\text{m}$ の平板状であり、当該銅粉の平均粒子径（D50）が $1.0\mu\text{m}\sim 30\mu\text{m}$ であることを特徴とする銅粉である。

【0019】

（2）本発明に係る第2の発明は、第1の発明において、前記銅粒子の表面に微細な凸部があり、該凸部の平均高さが $0.01\mu\text{m}\sim 0.3\mu\text{m}$ であることを特徴とする銅粉である。

【0020】

30

（3）本発明に係る第3の発明は、第1又は第2の発明において、前記平板状の銅粒子の断面厚さを当該銅粉の平均粒子径（D50）で除した比が $8.0\times 10^{-4}\sim 1.5\times 10^{-1}$ の範囲であり、且つ、当該銅粉の嵩密度が $0.5\text{g}/\text{cm}^3\sim 5.0\text{g}/\text{cm}^3$ の範囲であることを特徴とする銅粉である。

【0021】

（4）本発明に係る第4の発明は、第1乃至第3のいずれかの発明において、X線回折による（111）面のミラー指数における結晶子径が $800\text{\AA}\sim 2000\text{\AA}$ の範囲に属することを特徴とする銅粉である。

【0022】

（5）本発明に係る第5の発明は、第1乃至第4の発明のいずれかの銅粉を、全体の20質量%以上の割合で含有していることを特徴とする金属フィラーである。

40

【0023】

（6）本発明に係る第6の発明は、第5の発明に係る金属フィラーを樹脂に混合させることを特徴とする銅ペーストである。

【0024】

（7）本発明に係る第7の発明は、第5の発明に係る金属フィラーを用いたことを特徴とする電磁波シールド用の導電性塗料である。

【0025】

（8）本発明に係る第8の発明は、第5の発明に係る金属フィラーを用いたことを特徴とする電磁波シールド用の導電性シートである。

50

【発明の効果】

【0026】

本発明に係る銅粉によれば、接点を多く確保することができるとともに接触面積を大きくとることができ、優れた導電性を確保し、また凝集を防止して導電性ペーストや電磁波シールド等の用途に好適に利用することができる。

【図面の簡単な説明】

【0027】

【図1】樹枝状銅粉を構成する銅粒子の具体的な形状を模式的に示した図である。

【図2】樹枝状銅粉を走査電子顕微鏡により倍率5,000倍で観察したときの観察像を示す写真図である。

10

【図3】樹枝状銅粉を走査電子顕微鏡により倍率1,000倍で観察したときの観察像を示す写真図である。

【図4】樹枝状銅粉を構成する銅粒子を走査電子顕微鏡により倍率10,000倍で観察したときの観察像を示す写真図である。

【図5】樹枝状銅粉を構成する銅粒子を走査電子顕微鏡により倍率30,000倍で観察したときの観察像を示す写真図である。

【図6】比較例1にて得られた銅粉を走査電子顕微鏡により倍率250倍で観察したときの観察像を示す写真図である。

【発明を実施するための形態】

【0028】

20

以下、本発明に係る銅粉の具体的な実施形態（以下、「本実施の形態」という）について、図面を参照しながら詳細に説明する。なお、本発明は、以下の実施形態に限定されるものではなく、本発明の要旨を変更しない範囲で種々の変更が可能である。

【0029】

《1. 樹枝状銅粉》

図1は、本実施の形態に係る銅粉を構成する銅粒子の具体的な形状を示した模式図である。図1の模式図に示すように、銅粒子1は、2次元又は3次元の形態である樹枝状の形状を有している。より具体的に、銅粒子1は、樹枝状に成長した主幹2とその主幹2から分かれた複数の枝3を有する形状を有しており、その断面平均厚さが0.02 μm ～0.3 μm の平板状である。本実施の形態に係る銅粉は、このような平板状の銅粒子1が集合して構成された、主幹と複数の枝とを有する樹枝状形状の銅粉（以下、「樹枝状銅粉」ともいう）であり（図2、図3の銅粉のSEM像参照）、この平板状の銅粒子1から構成される樹枝状銅粉の平均粒子径（D50）は、1.0 μm ～30 μm である。

30

【0030】

なお、銅粒子1における枝3は、主幹2から分岐した枝3aと、その枝3aからさらに分岐した枝3bの両方を意味する。

【0031】

本実施の形態に係る樹枝状銅粉は、詳しくは後述するが、例えば、銅イオンを含む硫酸酸性の電解液に陽極と陰極を浸漬し、直流電流を流して電気分解することにより陰極上に析出させて得ることができる。

40

【0032】

図2、図3は、本実施の形態に係る樹枝状銅粉について走査電子顕微鏡（SEM）により観察したときの観察像の一例を示す写真図である。なお、図2は樹枝状銅粉を倍率5,000倍で観察したものであり、図3は樹枝状銅粉を倍率1,000倍で観察したものである。また、図4、図5は、本実施の形態に係る樹枝状銅粉を構成する銅粒子をSEMにより観察したときの観察像の一例を示す写真図である。なお、図4は銅粒子を倍率10,000倍で観察したものであり、図5は銅粒子を倍率30,000倍で観察したものである。

【0033】

図2、図3の観察像に示されるように、本実施の形態に係る樹枝状銅粉は、主幹とその

50

主幹から分岐した枝とを有する、2次元又は3次元の樹枝状の析出状態を呈している。また、本実施の形態に係る樹枝状銅粉においては、その主幹及び枝が、平板状であって樹枝状の形状を有する銅粒子が集合して構成されている。具体的に、図4、図5の銅粒子の観察像に示されるように、本実施の形態に係る樹枝状銅粉を構成する銅粒子は、樹枝状に成長した主幹とその主幹から分かれた複数の枝とを有する樹脂状であって、且つ、所定の断面厚さの平板状である。

【0034】

ここで、本実施の形態に係る樹枝状銅粉を構成し、主幹2及び枝3を有する平板状の銅粒子1は、その断面平均厚さが $0.02\mu\text{m}\sim 0.3\mu\text{m}$ である。平板状の銅粒子1の断面平均厚さは、より薄い方が平板としての効果が発揮されることになる。すなわち、断面平均厚さが $0.3\mu\text{m}$ 以下の平板状の銅粒子1により樹枝状銅粉の主幹及び枝が構成されることで、その銅粒子1同士、またそれにより構成される樹枝状銅粉同士が接触する面積を大きく確保することができる。そして、その接触面積が大きくなることで、低抵抗、すなわち高導電率を実現することができる。このことにより、より導電性に優れ、またその導電性を良好に維持することができ、導電性塗料や導電性ペーストの用途に好適に用いることができる。また、樹枝状銅粉が平板状の銅粒子1により構成されていることで、配線材等の薄型化にも貢献することができる。

10

【0035】

なお、平板状の銅粒子1の断面平均厚さの下限としては、特に限定されるものではないが、後述する銅イオンを含む硫酸酸性の電解液から電気分解することにより陰極上に析出させる方法では、 $0.02\mu\text{m}$ 以上の断面平均厚さを有する平板状の銅粒子1が集合した樹枝状銅粉を得ることができる。

20

【0036】

また、本実施の形態に係る樹枝状銅粉を構成し、主幹2及び枝3を有する平板状の銅粒子1は、その表面に微細な凸部を有する。具体的に、上述した図4、図5に示す銅粒子の観察像からも、平板状の銅粒子の表面に微細な凸部が存在することが分かる。そして、銅粒子1においては、その表面に有する凸部の平均高さが $0.01\mu\text{m}\sim 0.3\mu\text{m}$ であることが好ましい。

【0037】

ここで、特許文献1や特許文献2に記載されているように、機械的な方法で例えば球状銅粉を平板状にする場合には、機械的加工時に銅の酸化を防止する必要があるため、脂肪酸を添加し、空気中あるいは不活性雰囲気中で粉砕することによって平板状に加工している。しかしながら、完全に酸化を防止することができないことや、加工時に添加している脂肪酸がペースト化するとき分散性に影響を及ぼす場合があるため、加工終了後に除去することが必要となるが、その脂肪酸が機械加工時の圧力で銅表面に強固に固着する場合があります。また、機械的加工によって平板にするため、表面は平滑なものとなり、また機械的な圧力によって平板にするため、形成された平板状銅粉は水平な面ではなく反った形になる。そのことから、導電性ペーストや電磁波シールド用の樹脂等の金属フィラーとして利用する場合に金属フィラー同士の接点を確保しようとする、機械的に平板にした銅粉は表面が平滑で反った状態となるため、接点の確保が困難となり、利用時には平板状の銅粉だけでなく粒状の銅粉を混ぜ合わせる等の方法によって、金属フィラー同士の接点を確保しなければならない。

30

40

【0038】

これに対して、本実施の形態に係る樹枝状銅粉を構成する平板状の銅粒子1は、その表面に微細な凸部を有し、その凸部の平均高さが好ましくは $0.01\mu\text{m}\sim 0.3\mu\text{m}$ である。このような銅粒子1が集合してなる樹枝状銅粉では、機械的に加工して得られた平板状銅粉に比べて金属フィラー同士の接点を容易に確保できるという特徴を有している。つまり、本実施の形態に係る樹枝状銅粉は、それを構成する平板状の銅粒子1の表面に微細な凸部があるため、導電性ペーストや電磁波シールド用の樹脂等の金属フィラーとして利用する場合に、その平板状の銅粒子1の表面の凸部によって容易に接点を確保することが

50

できる。さらに、この樹枝状銅粉は、機械的な加工を行うことなく直接樹枝状銅粉の形状に成長させて作製するため、機械加工で問題となる酸化の発生や脂肪酸の除去は必要なく、電気導電性の特性を極めて良好な状態とすることができる。

【0039】

平板状の銅粒子1の表面にある微細な凸部の平均高さは、上述したように、 $0.01\mu\text{m}$ ～ $0.3\mu\text{m}$ の形状が好ましい。平均高さが $0.01\mu\text{m}$ 未満であると、接点を確保するための形状としては十分な効果が得られず、一方で、平均高さが $0.3\mu\text{m}$ を超えると、導電性ペースト等に利用した場合にペースト中の金属フィラーの充填率が上がらず、かえって満足できる抵抗値が得られなくなる可能性がある。

【0040】

また、本実施の形態に係る樹枝状銅粉においては、その平均粒子径(D50)(樹枝状銅粉の平均粒子径)が $1.0\mu\text{m}$ ～ $30\mu\text{m}$ である。なお、平均粒子径(D50)は、例えば、レーザー回折散乱式粒度分布測定法により測定することができる。

【0041】

例えば特許文献1でも指摘されているように、樹枝状銅粉の問題点としては、導電性ペーストや電磁波シールド用の樹脂等の金属フィラーとして利用する場合に、樹脂中の金属フィラーが樹枝状に発達した形状であると、樹枝状の銅粉同士が絡み合っ

て凝集が発生し、樹脂中に均一に分散しないことが挙げられる。また、その凝集により、ペーストの粘度が上昇して印刷による配線形成に問題が生じる。このことは、樹枝状銅粉の形状(粒子径)が大きいために発生するものであり、樹枝状の形状を有効に活かしなが

らこの問題を解決するためには、樹枝状銅粉の形状を小さくすることが必要となる。ところが、樹枝状銅粉の粒子径を小さくし過ぎると、その樹枝状形状を確保することができなくなる。そのため、樹枝状形状であることの効果、すなわち3次元

的形状であることにより表面積が大きく成形性や焼結性に優れ、また枝状の箇所を介して強固に連結されて高い強度に成形できるとい

う効果を確保するには、樹枝状銅粉が所定以上の大きさであることが必要となる。

【0042】

この点において、本実施の形態に係る樹枝状銅粉では、その平均粒子径が $1.0\mu\text{m}$ ～ $30\mu\text{m}$ であることにより、表面積が大きくなり、良好な成形性や焼結性を確保することができる。そして、この樹枝状銅粉は、樹枝状の形状であることに加えて、主幹2及び枝3を有する樹脂状であって平板形状を有する銅粒子1が集合して構成されているため、樹枝状であることの3次元

的效果と、その樹枝形状を構成する銅粒子1が平板状であることの効果により、銅粉同士の接点をより多く確保することができる。

【0043】

また、本実施の形態に係る樹枝状銅粉は、特に限定されないが、上述した平板状の銅粒子1の断面平均厚さを、当該樹枝状銅粉の平均粒子径(D50)で除した比(断面平均厚さ/平均粒子径)が 8.0×10^{-4} ～ 1.5×10^{-1} の範囲であることが好ましい。「断面平均厚さ/平均粒子径」で表される比(アスペクト比)は、例えば導電性の銅ペーストとして加工するときの凝集度合や分散性、また銅ペーストの塗布時における外観形状の保持性等の指標となる。このアスペクト比が 8.0×10^{-4} 未満であると、球状の銅粒子からなる銅粉に近似するようになり、凝集が生じやすくな

ってペースト化に際して樹脂中に均一に分散させることが困難となる。一方で、アスペクト比が 1.5×10^{-1} を超えると、ペースト化に際して粘性が高まり、その銅ペーストの塗布時の外観形状の保持性や表面平滑性が悪化することがある。

【0044】

また、本実施の形態に係る樹枝状銅粉の嵩密度としては、特に限定されないが、 $0.5\text{g}/\text{cm}^3$ ～ $5.0\text{g}/\text{cm}^3$ の範囲であることが好ましい。嵩密度が $0.5\text{g}/\text{cm}^3$ 未満であると、銅粉同士の接点を十分に確保することができない可能性がある。一方で、嵩密度が $5.0\text{g}/\text{cm}^3$ を超えると、樹枝状銅粉の平均粒子径も大きくなってしまい、すると表面積が小さくなって成形性や焼結性が悪化することがある。

【0045】

また、本実施の形態に係る樹枝状銅粉は、特に限定されないが、その結晶子径が800 Å（オングストローム）～2000 Åの範囲に属することが好ましい。結晶子径が800 Å未満であると、その主幹や枝を構成する銅粒子1が平板状ではなく球状に近い形状となる傾向があり、接触面積を十分に大きく確保することが困難となり、導電性が低下する可能性がある。一方で、結晶子径が2000 Åを超えると、樹枝状銅粉の平均粒子径も大きくなってしまい、すると表面積が小さくなって成形性や焼結性が悪化することがある。

【0046】

なお、ここでの結晶子径とは、X線回折測定装置により得られる回折パターンから下記数式で示されるScherrerの計算式に基づいて求められるものであり、X線回折による(111)面のミラー指数における結晶子径である。

$$D = 0.9\lambda / \beta \cos \theta$$

（なお、D：結晶子径（Å）、 β ：結晶子の大きさによる回折ピークの拡がり（rad）、 λ ：X線の波長[CuK α]（Å）、 θ ：回折角（°）である。）

【0047】

《2. 樹枝状銅粉の製造方法》

本実施の形態に係る樹枝状銅粉は、例えば、銅イオンを含有する硫酸酸性溶液を電解液として用いて所定の電解法により製造することができる。

【0048】

電解に際しては、例えば、金属銅を陽極（アノード）とし、ステンレス板やチタン板等を陰極（カソード）とし設置した電解槽中に、上述した銅イオンを含有する硫酸酸性の電解液を収容し、その電解液に所定の電流密度で直流電流を通電することによって電解処理を施す。これにより、通電に伴って陰極上に樹枝状銅粉を析出（電析）させることができる。特に、本実施の形態においては、電解により得られた粒状等の銅粉をボール等の媒体を用いて機械的に変形加工等することなく、その電解のみによって、平板状の微細銅粒子が集合して樹枝状を形成した樹枝状銅粉を陰極表面に析出させることができる。

【0049】

より具体的に、電解液としては、例えば、水溶性銅塩と、硫酸と、アミン化合物等の添加剤と、塩化物イオンとを含有するものを用いることができる。

【0050】

水溶性銅塩は、銅イオンを供給する銅イオン源であり、例えば硫酸銅五水和物等の硫酸銅、塩化銅、硝酸銅等が挙げられるが特に限定されない。また、電解液中での銅イオン濃度としては、1 g/L～20 g/L程度、好ましくは5 g/L～10 g/L程度とすることができる。

【0051】

硫酸は、硫酸酸性の電解液とするためのものである。電解液中の硫酸の濃度としては、遊離硫酸濃度として20 g/L～300 g/L程度、好ましくは50 g/L～150 g/L程度とすることができる。この硫酸濃度は、電解液の電導度に影響するため、カソード上に得られる銅粉の均一性に影響する。

【0052】

添加剤としては、例えばアミン化合物を用いることができる。このアミン化合物が、後述する塩化物イオンと共に、析出する銅粉の形状制御に寄与し、陰極表面に析出させる銅粉を、樹枝状形状を有し且つ所定の断面平均厚さの平板状である銅粒子から構成される、主幹と複数の枝とを有する樹枝状銅粉とすることができる。

【0053】

アミン化合物としては、例えばヤヌスグリーン（Janus Green、C₃₀H₃₁N₆Cl、CAS番号：2869-83-2）等を用いることができる。なお、アミン化合物としては、1種単独で添加してもよく、2種類以上を併用して添加してもよい。また、アミン化合物類の添加量としては、電解液中における濃度が0.1 mg/L～500 mg/L程度の範囲となる量とすることが好ましい。

【0054】

塩化物イオンとしては、塩酸、塩化ナトリウム等の塩化物イオンを供給する化合物（塩化物イオン源）を電解液中に添加することによって含有させることができる。塩化物イオンは、上述したアミン化合物等の添加剤と共に、析出する銅粉の形状制御に寄与する。電解液中の塩化物イオン濃度としては、特に限定されないが、 $200\text{ mg/L} \sim 1000\text{ mg/L}$ 程度、好ましくは $250\text{ mg/L} \sim 800\text{ mg/L}$ 程度とすることができる。

【0055】

本実施の形態に係る樹枝状銅粉の製造方法においては、例えば、上述したような組成の電解液を用いて電解することによって陰極上に銅粉を析出生成させて製造する。電解方法としては、公知の方法を用いることができる。例えば、電流密度としては、硫酸酸性の電解液を用いて電解するにあたっては $5\text{ A/dm}^2 \sim 30\text{ A/dm}^2$ の範囲とすることが好ましく、電解液を攪拌しながら通電させる。また、電解液の液温（浴温）としては、例えば $20^\circ\text{C} \sim 60^\circ\text{C}$ 程度とすることができる。

10

【0056】

《3. 導電性ペースト、導電塗料等の用途》

本実施の形態に係る樹枝状銅粉は、上述したように、主幹と複数の枝とを有する樹枝状の銅粉であり、この樹枝状銅粉は、図1の模式図に示したような、主幹2及びその主幹2から分岐した複数の枝3とを有する樹枝状であって且つ断面厚さが $0.02\text{ }\mu\text{m} \sim 0.3\text{ }\mu\text{m}$ である平板状の銅粒子1が集合して構成されている。そして、当該樹枝状銅粉の平均粒子径（ $D50$ ）は、 $1.0\text{ }\mu\text{m} \sim 30\text{ }\mu\text{m}$ である。このような樹枝状銅粉では、樹枝状の形状であることにより表面積が大きくなり、成形性や焼結性に優れたものとなり、また樹枝状であって且つ所定の断面平均厚さを有する平板状の銅粒子1から構成されていることにより、接点の数を多く確保することができ、優れた導電性を発揮する。

20

【0057】

また、このような所定の構造を有する樹枝状銅粉によれば、銅ペースト等とした場合であっても、凝集を抑制することができ、樹脂中に均一に分散させることが可能となり、またペーストの粘度上昇等による印刷性不良等の発生を抑制することができる。したがって、樹枝状銅粉は、導電性ペーストや導電塗料等の用途に好適に用いることができる。

【0058】

本実施の形態においては、金属フィラー中に、上述した樹枝状銅粉が20質量%以上、好ましくは30質量%以上、より好ましくは50質量%以上の量の割合となるよう構成する。金属フィラー中の樹枝状銅粉の割合を20質量%以上とすれば、例えばその金属フィラーを銅ペーストに用いた場合、樹脂中に均一に分散させることができ、またペーストの粘度が過度に上昇して印刷性不良が生じることを防ぐことができる。また、平板状の微細な銅粒子1の集合体からなる樹枝状銅粉であることにより、導電性ペーストとして優れた導電性を発揮させることができる。なお、金属フィラーとしては、上述したように樹枝状銅粉が20質量%以上の量の割合となるように含んでいればよく、その他は例えば $1\text{ }\mu\text{m} \sim 10\text{ }\mu\text{m}$ 程度の球状銅粉等を混ぜ合わせてもよい。

30

【0059】

例えば導電性ペースト（銅ペースト）としては、本実施の形態に係る樹枝状銅粉を金属フィラーとして含み、バインダ樹脂、溶剤、さらに必要に応じて酸化防止剤やカップリング剤等の添加剤と混練することによって作製することができる。

40

【0060】

具体的に、バインダ樹脂としては、特に限定されないが、エポキシ樹脂、フェノール樹脂等を用いることができる。また、溶剤としては、エチレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、グリセリン、ターピネオール等の有機溶剤を用いることができる。また、その有機溶剤の添加量としては、特に限定されないが、スクリーン印刷やディスペンサー等の導電膜形成方法に適した粘度となるように、樹枝状銅粉の粒度を考慮して添加量を調整することができる。

【0061】

さらに、粘度調整のために他の樹脂成分を添加することもできる。例えば、エチルセル

50

ローズに代表されるセルローズ系樹脂等が挙げられ、ターピネオール等の有機溶剤に溶解した有機ビヒクルとして添加される。なお、その樹脂成分の添加量としては、焼結性を阻害しない程度に抑える必要があり、好ましくは全体の5質量%以下とする。

【0062】

また、添加剤としては、焼成後の導電性を改善するために酸化防止剤等を添加することができる。酸化防止剤としては、特に限定されないが、例えばヒドロキシカルボン酸等を挙げることができる。より具体的には、クエン酸、リンゴ酸、酒石酸、乳酸等のヒドロキシカルボン酸が好ましく、銅への吸着力が高いクエン酸又はリンゴ酸が特に好ましい。酸化防止剤の添加量としては、酸化防止効果やペーストの粘度等を考慮して、例えば1～15質量%程度とすることができる。

10

【0063】

次に、電磁波シールド用材料として、本実施の形態に係る金属フィラーを利用する場合においても、特に限定された条件で使用するのではなく、一般的な方法、例えば金属フィラーを樹脂と混合して使用することができる。

【0064】

例えば、電磁波シールド用導電性シートの電磁波シールド層を形成するために使用される樹脂としては、特に限定されるものではなく、従来使用されている、塩化ビニル樹脂、酢酸ビニル樹脂、塩化ビニリデン樹脂、アクリル樹脂、ポリウレタン樹脂、ポリエステル樹脂、オレフィン樹脂、塩素化オレフィン樹脂、ポリビニルアルコール系樹脂、アルキッド樹脂、フェノール樹脂などの各種重合体及び共重合体からなる熱可塑性樹脂、熱硬化性樹脂、放射線硬化型樹脂等を適宜使用することができる。

20

【0065】

電磁波シールド材を製造する方法としては、例えば、上述したような金属フィラーと樹脂とを、溶媒に分散又は溶解して塗料とし、その塗料を基材上に塗布又は印刷によって電磁波シールド層を形成し、表面が固化する程度に乾燥することで製造することができる。また、本実施の形態に係る金属フィラーを導電性シートの導電性接着剤層に利用することもできる。

【0066】

また、本実施の形態に係る金属フィラーを利用して電磁波シールド用導電性塗料とする場合においても、特に限定された条件で使用するのではなく、一般的な方法、例えば金属フィラーを樹脂及び溶剤と混合し、さらに必要に応じて酸化防止剤、増粘剤、沈降防止剤等と混合して混練することで導電性塗料として利用することができる。

30

【0067】

このときに使用するバインダ樹脂及び溶剤についても、特に限定されたものではなく、従来使用されている塩化ビニル樹脂、酢酸ビニル樹脂、アクリル樹脂、ポリエステル樹脂、フッ素樹脂、シリコン樹脂やフェノール樹脂等を利用することができる。また、溶剤についても、従来使用されているイソプロパノール等のアルコール類、トルエン等の芳香族炭化水素類、酢酸メチル等のエステル類、メチルエチルケトン等のケトン類等を利用することができる。まあ、添加剤としての酸化防止剤についても、従来使用されている脂肪酸アミド、高級脂肪酸アミン、フェニレンジアミン誘導体、チタネート系カップリング剤等

40

【実施例】

【0068】

以下、本発明の実施例を比較例と共に示してさらに具体的に説明するが、本発明は以下の実施例に何ら限定されるものではない。

【0069】

<評価方法>

下記実施例及び比較例にて得られた銅粉について、以下の方法により、形状の観察、平均粒子径の測定、結晶子径の測定を行った。

【0070】

50

(形状の観察)

走査型電子顕微鏡（日本電子株式会社製，JSM-7100F型）により、所定の倍率の視野で任意に20視野を観察し、その視野内に含まれる銅粉を観察した。

【0071】

(平均粒子径の測定)

得られた銅粉の平均粒子径(D50)は、レーザー回折・散乱法粒度分布測定器（日機装株式会社製，HRA9320 X-100）を用いて測定した。

【0072】

(結晶子径の測定)

X線回折測定装置（PANalytical社製，X'Pert PRO）により得られた回折パターンから、一般にScherrerの式として知られる公知の方法を用いて算出した。

【0073】

(アスペクト比の測定)

得られた銅粉をエポキシ樹脂に埋め込んで測定試料を作製し、その試料に対して切断・研磨を行い、走査型電子顕微鏡で観察することによって銅粉の断面を観察した。まず、銅粉を20個観察して、その銅粉の平均厚さ（断面平均厚さ）を求めた。次に、その平均厚さの値とレーザー回折・散乱法粒度分布測定器で求めた平均粒子径(D50)との比から、アスペクト比（平均厚さ/D50）を求めた。

【0074】

(比抵抗値測定)

被膜の比抵抗値は、低抵抗率計（三菱化学株式会社製，Loresta-GP MCP-T600）を用いて四端子法によりシート抵抗値を測定し、表面粗さ形状測定器（東京精密株式会社製，SURFCOM130A）により被膜の膜厚を測定して、シート抵抗値を膜厚で除することによって求めた。

【0075】

(電磁波シールド特性)

電磁波シールド特性の評価は、各実施例及び比較例にて得られた試料について、周波数1GHzの電磁波を用いて、その減衰率を測定して評価した。具体的には、樹枝状銅粉を使用していない比較例3の場合のレベルを『△』として、その比較例3のレベルよりも悪い場合を『×』とし、その比較例3のレベルよりも良好な場合を『○』とし、さらに優れている場合を『◎』として評価した。

【0076】

また、電磁波シールドの可撓性についても評価するために、作製した電磁波シールドを折り曲げて電磁波シールド特性が変化するか否かを確認した。

【0077】

<実施例、比較例>

[実施例1]

容量が100Lの電解槽に、電極面積が200mm×200mmのチタン製の電極板を陰極として、電極面積が200mm×200mmの銅製の電極板を陽極として用いて、その電解槽中に電解液を装入し、これに直流電流を通電して銅粉を陰極板に析出させた。

【0078】

このとき、電解液としては、銅イオン濃度が10g/L、硫酸濃度が100g/Lの組成のものを用いた。また、この電解液に、添加剤としてヤヌスグリーン（和光純薬工業株式会社製）を電解液中の濃度として125mg/Lとなるように添加し、さらに塩酸溶液（和光純薬工業株式会社製）を電解液中の塩化物イオン（塩素イオン）濃度として50mg/Lとなるように添加した。そして、上述したような濃度に調整した電解液を、定量ポンプを用いて15L/minの流量で循環しながら、温度を25℃に維持し、陰極の電流密度が15A/dm²になるように通電して陰極板上に銅粉を析出させた。陰極板上に析出した電解銅粉を、スクレーパーを用いて機械的に電解槽の槽底に掻き落として回収し、

10

20

30

40

50

回収した銅粉を純水で洗浄した後、減圧乾燥器に入れて乾燥した。

【0079】

得られた電解銅粉の形状を、上述した走査型電子顕微鏡（SEM）による方法で観察した結果、析出した銅粉は、2次元又は3次元の樹枝状の形状の銅粉であって、主幹とその主幹から分岐した複数の枝と、さらにその枝からさらに分岐した枝とを有する樹枝状形状を呈した銅粒子が集合してなる樹枝状銅粉であった。また、その主幹及び枝を有する樹枝状形状の銅粒子は、その断面厚さ（断面平均厚さ）が $0.03\mu\text{m}$ の平板状であり、その表面に微細な凸部を有していた。なお、その表面に形成されている凸部の高さは平均で $0.02\mu\text{m}$ であった。また、その樹枝状銅粉の平均粒子径（D50）は $26.7\mu\text{m}$ であった。そして、その銅粒子の断面平均厚さと樹枝状銅粉の平均粒子径から算出されるアスペクト比（断面平均厚さ／平均粒子径）は 1.1×10^{-3} であった。また、得られた樹枝状銅粉の嵩密度は $1.2\text{g}/\text{cm}^3$ であった。また、樹枝状銅粉の結晶子径は $1826\text{\AA}$ であった。なお、このような樹枝状銅粉は、得られた銅粉全体の中に少なくとも65%以上の割合で存在することが確認された。表1に、これらの結果をまとめて示す。

10

【0080】

〔実施例2〕

電解液として、銅イオン濃度が $8\text{g}/\text{L}$ 、硫酸濃度が $100\text{g}/\text{L}$ の組成のものを用い、その電解液に、添加剤としてヤヌスグリーンを電解液中の濃度として $150\text{mg}/\text{L}$ となるように添加し、さらに塩酸溶液を電解液中の塩素イオン濃度として $125\text{mg}/\text{L}$ となるように添加した。そして、上述したような濃度に調整した電解液を、定量ポンプを用いて $20\text{L}/\text{min}$ の流量で循環しながら、温度を 30°C に維持し、陰極の電流密度が $20\text{A}/\text{dm}^2$ になるように通電し陰極板上に銅粉を析出させた。これら以外の条件は実施例1と同一として電解銅粉を作製した。

20

【0081】

得られた電解銅粉の形状を、上述した走査型電子顕微鏡（SEM）による方法で観察した結果、析出した銅粉は、2次元又は3次元の樹枝状の形状の銅粉であって、主幹から分岐した複数の枝と、さらにその枝からさらに分岐した枝とを有する樹枝状形状を呈した銅粒子が集合してなる樹枝状銅粉であった。また、その主幹及び枝を有する樹枝状形状の銅粒子は、その断面厚さ（断面平均厚さ）が $0.08\mu\text{m}$ の平板状であり、その表面に微細な凸部を有していた。なお、その表面に形成されている凸部の高さは平均で $0.02\mu\text{m}$ であった。また、その樹枝状銅粉の平均粒子径（D50）は $14.3\mu\text{m}$ であった。そして、その銅粒子の断面平均厚さと樹枝状銅粉の平均粒子径から算出されるアスペクト比（断面平均厚さ／平均粒子径）は 5.6×10^{-3} であった。また、得られた樹枝状銅粉の嵩密度は $2.2\text{g}/\text{cm}^3$ であった。また、樹枝状銅粉の結晶子径は $1568\text{\AA}$ であった。なお、このような樹枝状銅粉は、得られた銅粉全体の銅粉中に少なくとも70%以上の割合で存在することが確認された。表1に、これらの結果をまとめて示す。

30

【0082】

〔実施例3〕

電解液として、銅イオン濃度が $5\text{g}/\text{L}$ 、硫酸濃度が $125\text{g}/\text{L}$ の組成のものを用い、その電解液に、添加剤としてヤヌスグリーンを電解液中の濃度として $200\text{mg}/\text{L}$ となるように添加し、さらに塩酸溶液を電解液中の塩素イオン濃度として $150\text{mg}/\text{L}$ となるように添加した。そして、上述したような濃度に調整した電解液を、定量ポンプを用いて $25\text{L}/\text{min}$ の流量で循環しながら、温度を 35°C に維持し、陰極の電流密度が $25\text{A}/\text{dm}^2$ になるように通電して陰極板上に銅粉を析出させた。これら以外の条件は実施例1と同一として電解銅粉を作製した。

40

【0083】

得られた電解銅粉の形状を、上述した走査型電子顕微鏡（SEM）による方法で観察した結果、析出した銅粉は、2次元又は3次元の樹枝状の形状の銅粉であって、主幹から直線的に分岐した複数の枝と、さらにその枝からさらに分岐した枝とを有する樹枝状形状を呈した銅粒子が集合してなる樹枝状銅粉であった。また、その主幹及び枝を有する銅粒子

50

は、その断面厚さ（断面平均厚さ）が $0.12\text{ }\mu\text{m}$ の平板状であり、その表面に微細な凸部を有していた。なお、その表面に形成されている凸部の高さは平均で $0.02\text{ }\mu\text{m}$ であった。また、その樹枝状銅粉の平均粒子径（ D_{50} ）は $7.8\text{ }\mu\text{m}$ であった。そして、その銅粒子の断面平均厚さと樹枝状銅粉の平均粒子径から算出されるアスペクト比（断面平均厚さ／平均粒子径）は 1.5×10^{-2} であった。また、得られた樹枝状銅粉の嵩密度は 3.8 g/cm^3 であった。また、樹枝状銅粉の結晶子径は $912\text{ }\text{\AA}$ であった。なお、このような樹枝状銅粉は、得られた銅粉全体の銅粉中に少なくとも75%以上の割合で存在することが確認された。表1に、これらの結果をまとめて示す。

【0084】

[実施例4]

実施例1で得られた樹枝状銅粉55質量部に、フェノール樹脂（群栄化学株式会社製，PL-2211）15質量部、ブチルセロソルブ（関東化学株式会社製，鹿特級）10質量部を混合し、小型ニーダー（日本精機製作所製，ノンバブリングニーダーNBK-1）を用い、 1200 rpm 、3分間の混錬を3回繰り返すことでペースト化した。得られた導電ペーストを金属スキージでガラス上に印刷し、大気雰囲気中にて 150°C 、 200°C でそれぞれ30分間硬化させた。

【0085】

硬化により得られた被膜の比抵抗値は、それぞれ、 $7.8\times 10^{-5}\text{ }\Omega\cdot\text{cm}$ （硬化温度 150°C ）、 $2.2\times 10^{-5}\text{ }\Omega\cdot\text{cm}$ （硬化温度 200°C ）であった。表1に、これらの結果をまとめて示す。

【0086】

[実施例5]

実施例2で得られた樹枝状銅粉55質量部に、フェノール樹脂（群栄化学株式会社製，PL-2211）15質量部、ブチルセロソルブ（関東化学株式会社製，鹿特級）10質量部を混合し、小型ニーダー（日本精機製作所製，ノンバブリングニーダーNBK-1）を用い、 1200 rpm 、3分間の混錬を3回繰り返すことでペースト化した。得られた導電ペーストを金属スキージでガラス上に印刷し、大気雰囲気中にて 150°C 、 200°C でそれぞれ30分間硬化させた。

【0087】

硬化により得られた被膜の比抵抗値は、それぞれ、 $8.1\times 10^{-5}\text{ }\Omega\cdot\text{cm}$ （硬化温度 150°C ）、 $2.6\times 10^{-5}\text{ }\Omega\cdot\text{cm}$ （硬化温度 200°C ）であった。表1にこれらの結果をまとめて示す。

【0088】

[実施例6]

実施例1にて作製した樹枝状銅粉を樹脂に分散して電磁波シールド材とした。

【0089】

すなわち、実施例1にて得られた樹枝状銅粉40gに対して、塩化ビニル樹脂100gと、メチルエチルケトン200gとをそれぞれ混合し、小型ニーダーを用いて、 1200 rpm 、3分間の混錬を3回繰り返すことによってペースト化した。ペースト化に際しては、銅粉が凝集することなく、樹脂中に均一に分散した。これを、 $100\text{ }\mu\text{m}$ の厚さの透明ポリエチレンテレフタレートシートからなる基材の上にメイヤーバーを用いて塗布・乾燥し、厚さ $25\text{ }\mu\text{m}$ の電磁波シールド層を形成した。

【0090】

電磁波シールド特性については、周波数 1 GHz の電磁波を用いて、その減衰率を測定することによって評価した。表1に、特性評価の結果を示す。

【0091】

[比較例1]

電解液に、添加剤としてのヤヌスグリーンと、塩素イオンとを添加しない条件としたこと以外は、実施例1と同じ条件で銅粉を陰極板上に析出させて電解銅粉を作製した。

【0092】

得られた電解銅粉の形状を、上述した走査型電子顕微鏡（SEM）による方法で観察した結果、得られた銅粉は樹枝状の形状を呈していたものの、粒状の銅粒子が集合したものであった。なお、図6は、この比較例1にて得られた銅粉のSEM観察像（倍率：250倍）である。また、得られた銅粉の平均粒子径（D50）は40 μ m以上にもなる非常に大きな樹枝状銅粉であることが確認された。また、樹枝状部には微小な凸部は形成されていなかった。

【0093】

〔比較例2〕

従来の平板状銅粉との比較を行うため、機械的に扁平化して平板状銅粉を作製した。具体的に、平板状銅粉の作製は、平均粒子径5.4 μ mの粒状アトマイズ銅粉（メイキンメタルパウダーズ社製）500gにステアリン酸5gを添加し、ボールミルで扁平化処理を行った。ボールミルには、3mmのジルコニアビーズを5kg投入し、500rpmの回転速度で90分間回転した。こうして作製した平板状銅粉をレーザー回折・散乱法粒度分布測定器で測定した結果、平均粒子径が12.6 μ mであり、走査型電子顕微鏡で観察した結果、厚さは0.5 μ mであり、表面は平滑で微小な凸部は形成されていなかった。そして、その断面平均厚さと平均粒子径から算出されるアスペクト比（断面平均厚さ／平均粒子径）は 3.9×10^{-3} であった。

【0094】

得られた平板状銅粉を、実施例4と同様にして、平板銅粉55質量部に、フェノール樹脂（群栄化学株式会社製，PL-2211）15質量部、ブチルセロソルブ（関東化学株式会社製，鹿特級）10質量部を混合し、小型ニーダー（日本精機製作所製，ノンブリングニーダーNBK-1）を用い、1200rpm、3分間の混錬を3回繰り返すことでペースト化した。得られた導電ペーストを金属スキージでガラス上に印刷し、大気雰囲気中にて150℃、200℃でそれぞれ30分間硬化させた。

【0095】

硬化により得られた被膜の比抵抗値は、それぞれ、 $5.6 \times 10^{-4} \Omega \cdot \text{cm}$ （硬化温度150℃）、 $8.3 \times 10^{-5} \Omega \cdot \text{cm}$ （硬化温度200℃）であった。表1に、これらの結果をまとめて示す。

【0096】

〔比較例3〕

比較例2にて作製した平板状銅粉を樹脂に分散して電磁波シールド材とした。

【0097】

すなわち、比較例2にて得られた平板状銅粉40gに対して、塩化ビニル樹脂100gと、メチルエチルケトン200gとをそれぞれ混合し、小型ニーダーを用いて、1200rpm、3分間の混錬を3回繰り返すことによってペースト化した。ペースト化に際しては、銅粉が凝集することなく、樹脂中に均一に分散した。これを100 μ mの厚さの透明ポリエチレンテレフタレートシートからなる基材の上にメイヤーバーを用いて塗布・乾燥し、厚さ25 μ mの電磁波シールド層を形成した。

【0098】

電磁波シールド特性については、周波数1GHzの電磁波を用いて、その減衰率を測定することによって評価した。表1に、特性評価の結果を示す。

【0099】

【表 1】

	形状			導電性ペースト特性 ($\times 10^{-5} \Omega \text{cm}$)		電磁波 シールド特性	
	断面 平均厚さ [μm]	平均 粒子径 [μm]	アスペクト比 [厚さ/平均粒径]	150°C	200°C	平面	折り 曲げ
実施例 1	0.03	26.7	1.1×10^{-3}	—	—	—	—
実施例 2	0.08	14.3	5.6×10^{-3}	—	—	—	—
実施例 3	0.12	7.8	1.5×10^{-2}	—	—	—	—
実施例 4	0.03	26.7	1.1×10^{-3}	7.8	2.2	—	—
実施例 5	0.08	14.3	5.6×10^{-3}	8.1	2.6	—	—
実施例 6	0.03	26.7	1.1×10^{-3}	—	—	◎	○
比較例 2	0.5	12.6	3.9×10^{-3}	56	8.3	—	—
比較例 3	0.5	12.6	3.9×10^{-3}	—	—	△	×

【符号の説明】

【0 1 0 0】

1 銅粒子

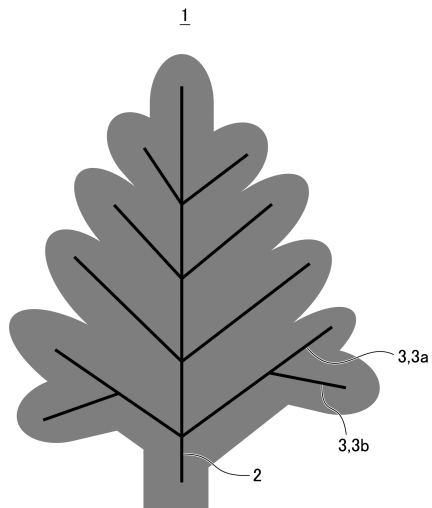
2 (銅粒子の) 主幹

3, 3 a, 3 b (銅粒子の) 枝

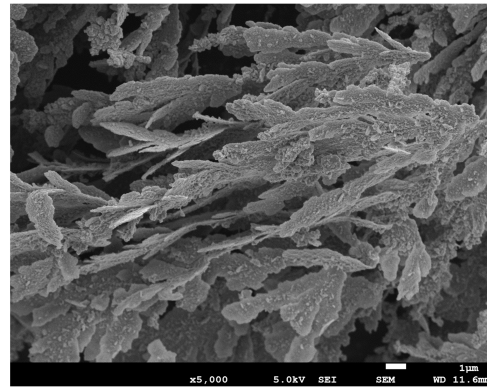
10

20

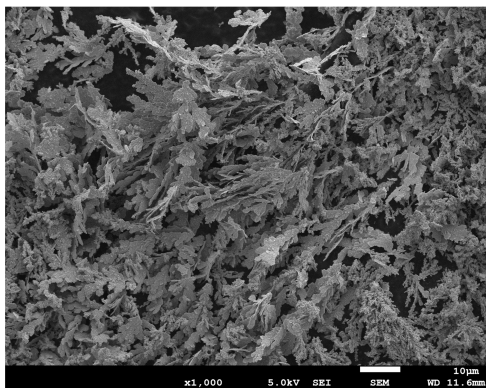
【図 1】



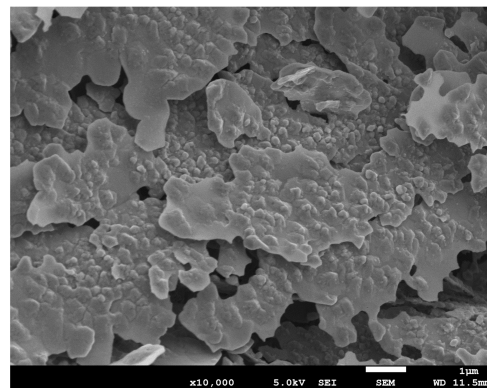
【図 2】



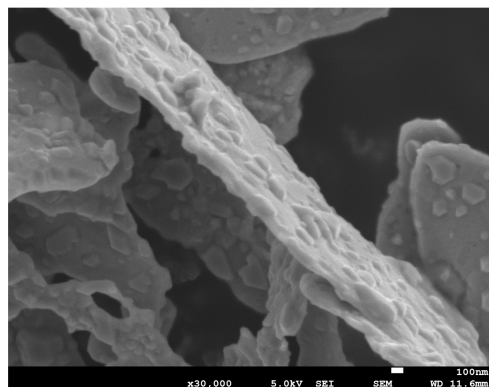
【図 3】



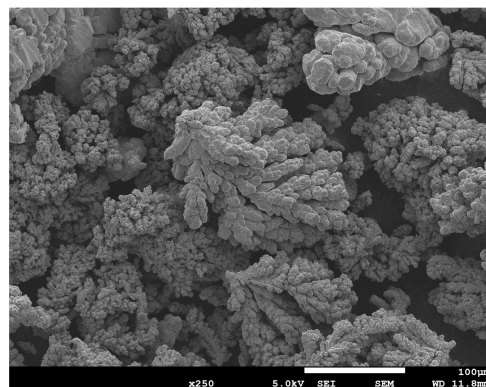
【図 4】



【図 5】



【図 6】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.			F I		
C 2 5 C	5/02	(2006.01)	H 0 1 B	1/00	G
			H 0 1 B	1/00	H
			H 0 1 B	1/22	B
			C 2 5 C	5/02	

(56)参考文献 特開平01-247584 (JP, A)
特開2011-058027 (JP, A)
特開昭63-081706 (JP, A)
特開平03-053092 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

B 2 2 F	1/00-	8/00
C 2 5 C	1/00-	7/08
H 0 1 B	1/00-	1/24