

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2010-80179

(P2010-80179A)

(43) 公開日 平成22年4月8日(2010.4.8)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
H O 1 B 13/00 (2006.01)	H O 1 B 13/00 5 O 1 Z	4 K O 1 8
H O 1 B 5/00 (2006.01)	H O 1 B 5/00 C	5 E 3 1 9
H O 1 B 1/22 (2006.01)	H O 1 B 1/22 D	5 G 3 0 1
B 2 2 F 1/00 (2006.01)	B 2 2 F 1/00 L	5 G 3 0 7
B 2 2 F 1/02 (2006.01)	B 2 2 F 1/02 A	
審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 15 頁) 最終頁に続く		

(21) 出願番号 特願2008-245791 (P2008-245791)
 (22) 出願日 平成20年9月25日 (2008. 9. 25)

(71) 出願人 000002174
 積水化学工業株式会社
 大阪府大阪市北区西天満2丁目4番4号
 (74) 代理人 100086586
 弁理士 安富 康男
 (74) 代理人 100119529
 弁理士 諸田 勝保
 (72) 発明者 佐々木 拓
 大阪府三島郡島本町百山2-1 積水化学
 工業株式会社内
 (72) 発明者 脇屋 武司
 東京都港区虎ノ門2-3-17 積水化学
 工業株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 導電性微粒子の製造方法、導電性微粒子、異方性導電材料、及び、導電接続構造体

(57) 【要約】

【課題】本発明は、粒子径の小さい導電性微粒子を効率よく簡便な方法で製造することができる導電性微粒子の製造方法を提供する。また、本発明は、該導電性微粒子の製造方法を用いて製造された導電性微粒子、該導電性微粒子を用いて製造された異方性導電材料、及び、導電接続構造体を提供する。

【解決手段】基材微粒子の表面に導電層及び低融点金属層が順次形成された導電性微粒子の製造方法であって、基材微粒子の表面に導電層が形成された導電層形成微粒子と、低融点金属を含有する低融点金属微粒子と、高沸点溶媒とを含有する微粒子分散液を上記低融点金属の融点以上に加熱する工程、上記導電層形成微粒子と上記低融点金属微粒子とを接触させることにより、上記導電層形成微粒子の表面に低融点金属層を形成する工程、及び、上記微粒子分散液を冷却する工程を有する導電性微粒子の製造方法である。

【選択図】なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

基材微粒子の表面に導電層及び低融点金属層が順次形成された導電性微粒子の製造方法であって、

基材微粒子の表面に導電層が形成された導電層形成微粒子と、低融点金属を含有する低融点金属微粒子と、高沸点溶媒とを含有する微粒子分散液を前記低融点金属の融点以上に加熱する工程、

前記導電層形成微粒子と前記低融点金属微粒子とを接触させることにより、前記導電層形成微粒子の表面に低融点金属層を形成する工程、及び、

前記微粒子分散液を冷却する工程を有することを特徴とする導電性微粒子の製造方法。

10

【請求項 2】

基材微粒子の表面に導電層及び低融点金属層が順次形成された導電性微粒子の製造方法であって、

基材微粒子の表面に導電層が形成された導電層形成微粒子と、低融点金属とを前記低融点金属の融点以上に加熱し、混合することにより得られた溶融混合物と、高沸点溶媒とを含有する溶融混合物分散液を前記低融点金属の融点以上に加熱する工程、

前記溶融混合物分散液を攪拌することにより、前記導電層形成微粒子の表面に低融点金属層を形成する工程、及び、

前記溶融混合物分散液を冷却する工程を有することを特徴とする導電性微粒子の製造方法。

20

【請求項 3】

低融点金属は、錫又は錫合金であることを特徴とする請求項 1 又は 2 記載の導電性微粒子の製造方法。

【請求項 4】

基材微粒子は、樹脂微粒子であることを特徴とする請求項 1、2 又は 3 記載の導電性微粒子の製造方法。

【請求項 5】

基材微粒子は、銅微粒子であることを特徴とする請求項 1、2 又は 3 記載の導電性微粒子の製造方法。

【請求項 6】

請求項 1、2、3、4 又は 5 記載の導電性微粒子の製造方法により製造されていることを特徴とする導電性微粒子。

30

【請求項 7】

請求項 6 記載の導電性微粒子と、バインダー樹脂とを含有することを特徴とする異方性導電材料。

【請求項 8】

請求項 6 記載の導電性微粒子、又は、請求項 7 記載の異方性導電材料を用いることにより導電接続されていることを特徴とする導電接続構造体。

【発明の詳細な説明】

40

【技術分野】

【0001】

本発明は、粒子径の小さい導電性微粒子を効率よく簡便な方法で製造することができる導電性微粒子の製造方法に関する。また、本発明は、該導電性微粒子の製造方法を用いて製造された導電性微粒子、該導電性微粒子を用いて製造された異方性導電材料、及び、導電接続構造体に関する。

【背景技術】

【0002】

導電性の金属層を表面に有する導電性微粒子は、バインダー樹脂や粘着剤等と混合することにより、例えば、異方性導電ペースト、異方性導電インク、異方性導電接着剤、異方

50

性導電フィルム、異方性導電シート等の異方性導電材料として広く用いられている。これらの異方性導電材料は、例えば、液晶ディスプレイ、パーソナルコンピュータ、携帯電話等の電子機器において、基板同士を電氣的に接続したり、半導体素子等の小型部品を基板に電氣的に接続したりするために、相対向する回路基板や電極端子の間に挟み込んで使用されている。

【 0 0 0 3 】

また、電子回路基板において、ＩＣやＬＳＩは、電極をプリント基板にハンダ付けすることによって接続されていた。しかし、ハンダ付けでは、プリント基板と、ＩＣやＬＳＩとを効率的に接続することはできなかった。また、ハンダ付けでは、ＩＣやＬＳＩの実装密度を向上させることが困難であった。

10

これを解決するためにハンダを球状にした、いわゆるハンダボールでＩＣやＬＳＩを基板に接続するＢＧＡ（ボールグリッドアレイ）という技術が開発された。この技術によれば、チップ又は基板上に実装されたハンダボールを高温で溶融し、基板とチップとを接続することにより、高い生産性と、高い接続信頼性とを両立した電子回路基板を製造することができる。

しかし、近年、基板の多層化が進み、多層基板は使用環境の影響を受けやすいことから、基板に歪みや伸縮が発生し、基板間の接続部に断線が発生するという問題があった。例えば、ハンダボールを用いて、半導体が基板に接続されると、半導体と基板との線膨張係数が違うため、ハンダボールに応力が加わる。その結果、ハンダボールに亀裂が入り、断線することがあった。

20

【 0 0 0 4 】

このような問題に対し、特許文献１には樹脂微粒子を基材微粒子として、最外層に錫合金めっき皮膜が形成された導電性微粒子が開示されている。錫合金めっき皮膜を形成する方法として、電気めっき法、無電解めっき法等が例示されている。

しかし、従来の方法では、粒子径が $200\mu\text{m}$ 以下の基材微粒子に錫合金めっき皮膜を形成することは、困難であった。例えば、粒子径が $200\mu\text{m}$ 以下の基材微粒子の表面に、電気めっき法を用いて錫合金めっき皮膜を形成しようとする、基材微粒子がめっき液中で浮遊することがある。その結果、基材微粒子が電極と十分に接触できず、めっき皮膜が形成されないという問題があった。また、形成する錫合金めっき皮膜の組成に合わせて、めっき液を開発する必要があり、所望の組成を有する錫合金めっき皮膜を形成できないことがあった。更に、めっき工程は手間がかかり、めっき液の調製や、めっき装置の導入により費用が増大するという問題があった。

30

【特許文献１】特開２００１－２２０６９１号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【 0 0 0 5 】

本発明は、粒子径の小さい導電性微粒子を効率よく簡便な方法で製造することができる導電性微粒子の製造方法を提供することを目的とする。また、本発明は、該導電性微粒子の製造方法を用いて製造された導電性微粒子、該導電性微粒子を用いて製造された異方性導電材料、及び、導電接続構造体を提供することを目的とする。

40

【課題を解決するための手段】

【 0 0 0 6 】

本発明は、基材微粒子の表面に導電層及び低融点金属層が順次形成された導電性微粒子の製造方法であって、基材微粒子の表面に導電層が形成された導電層形成微粒子と、低融点金属を含有する低融点金属微粒子と、高沸点溶媒とを含有する微粒子分散液を上記低融点金属の融点以上に加熱する工程、上記導電層形成微粒子と上記低融点金属微粒子とを接触させることにより、上記導電層形成微粒子の表面に低融点金属層を形成する工程、及び、上記微粒子分散液を冷却する工程を有する導電性微粒子の製造方法である。

また、本発明の別の態様は、基材微粒子の表面に導電層及び低融点金属層が順次形成された導電性微粒子の製造方法であって、基材微粒子の表面に導電層が形成された導電層形成

50

微粒子と、低融点金属とを上記低融点金属の融点以上に加熱し、混合することにより得られた溶融混合物と、高沸点溶媒とを含有する溶融混合物分散液を上記低融点金属の融点以上に加熱する工程、上記溶融混合物分散液を攪拌することにより、上記導電層形成微粒子の表面に低融点金属層を形成する工程、及び、上記溶融混合物分散液を冷却する工程を有する導電性微粒子の製造方法である。

以下に本発明を詳述する。

【0007】

本発明の導電性微粒子の製造方法は、基材微粒子の表面に導電層が形成された導電層形成微粒子と、低融点金属を含有する低融点金属微粒子と、高沸点溶媒とを含有する微粒子分散液を上記低融点金属の融点以上に加熱する工程、上記導電層形成微粒子と上記低融点金属微粒子とを接触させることにより、上記導電層形成微粒子の表面に低融点金属層を形成する工程、及び、上記微粒子分散液を冷却する工程を有する。

10

本発明の導電性微粒子の製造方法は、上記基材微粒子の表面に導電層が形成された導電層形成微粒子と、低融点金属を含有する低融点金属微粒子と、高沸点溶媒とを含有する微粒子分散液を調製する工程を有してもよい。

【0008】

図1は、本発明において、低融点金属層を形成する過程の一例を模式的に示す図面である。なお、図1では、高沸点溶媒の記載を省略している。

本発明では、基材微粒子の表面に導電層が形成された導電層形成微粒子1と、低融点金属を含有する低融点金属微粒子2と、高沸点溶媒（図示せず）とを含有する微粒子分散液を調製する工程を行なうことが好ましい。上記微粒子分散液には、導電層形成微粒子1及び低融点金属微粒子2が分散している（図1（a））。次いで、微粒子分散液を低融点金属の融点以上に加熱し、例えば、ホモジナイザー等を用いて微粒子分散液を攪拌し、導電層形成微粒子1に低融点金属微粒子2を接触させる（図1（b））。これにより、溶融した低融点金属微粒子2は導電層形成微粒子1に付着し、低融点金属の皮膜が形成される（図1（c））。その後、図1（a）～（c）が繰り返されることにより、導電層形成微粒子1の表面に低融点金属層が形成された導電性微粒子3が得られる（図1（d））。

20

【0009】

本発明では、図1に示すような工程を行うことで、粒子径が200μm以下の導電層形成微粒子にも好適に低融点金属層を形成することができる。また、低融点金属の選定によって、所望の組成を有する低融点金属層を形成することができる。更に、めっき液の調製等の煩雑な工程を行う必要がなく、簡便な方法で安価に導電性微粒子を製造することができる。

30

【0010】

本発明において、上記導電層形成微粒子と上記低融点金属微粒子とを接触させる方法として、例えば、微粒子分散液をホモジナイザー、高速攪拌機、インラインミキサー、マイクロフルイダイザー等を使用して混合する方法等が挙げられる。なかでもホモジナイザーを用いる方法が好ましい。

【0011】

上記基材微粒子は特に限定されず、例えば、樹脂微粒子、無機微粒子、有機無機ハイブリッド微粒子、金属微粒子等が挙げられる。

40

上記樹脂微粒子は特に限定されず、例えば、ポリオレフィン樹脂、アクリル樹脂、ポリアルキレンテレフタレート樹脂、ポリスルホン樹脂、ポリカーボネート樹脂、ポリアミド樹脂、フェノールホルムアルデヒド樹脂、メラミンホルムアルデヒド樹脂、ベンゾグアナミンホルムアルデヒド樹脂、尿素ホルムアルデヒド樹脂等で構成される樹脂微粒子が挙げられる。

上記ポリオレフィン樹脂は特に限定されず、例えば、ポリエチレン樹脂、ポリプロピレン樹脂、ポリスチレン樹脂、ポリイソブチレン樹脂、ポリブタジエン樹脂等が挙げられる。上記アクリル樹脂は特に限定されず、例えば、ポリメチルメタクリレート樹脂、ポリメチルアクリレート樹脂等が挙げられる。これらの樹脂は、単独で用いられてもよいし、2種

50

以上が併用されてもよい。

【 0 0 1 2 】

上記樹脂微粒子を作製する方法は特に限定されず、例えば、重合法による方法、高分子保護剤を用いる方法、界面活性剤を用いる方法等が挙げられる。

上記重合法は特に限定されず、乳化重合、懸濁重合、シード重合、分散重合、分散シード重合等の重合法が挙げられる。

【 0 0 1 3 】

上記無機微粒子は特に限定されず、例えば、シリカ、アルミナ等の金属酸化物で構成される微粒子が挙げられる。上記有機無機ハイブリッド微粒子は特に限定されず、例えば、オルガノシロキサン骨格の中にアクリルポリマーを含有するハイブリッド微粒子が挙げられる。

10

【 0 0 1 4 】

上記金属微粒子は特に限定されず、例えば、銅微粒子が挙げられる。上記銅微粒子は、実質的に銅金属のみで形成された銅微粒子であってもよく、銅金属を含有する銅微粒子であってもよい。なお、上記基材微粒子が銅微粒子である場合は、後述する導電層を形成しなくてもよい。

【 0 0 1 5 】

上記基材微粒子が樹脂微粒子である場合、10% K 値の好ましい下限は1000 MPa、好ましい上限は15000 MPaである。上記10% K 値が1000 MPa未満であると、樹脂微粒子を圧縮変形させると、樹脂微粒子が破壊されることがある。上記10% K 値が15000 MPaを超えると、導電性微粒子が電極を傷つけることがある。上記10% K 値のより好ましい下限は2000 MPa、より好ましい上限は10000 MPaである。

20

【 0 0 1 6 】

なお、上記10% K 値は、微小圧縮試験器（例えば、島津製作所社製「PCT-200」）を用い、樹脂微粒子を直径50 μmのダイヤモンド製円柱の平滑圧子端面で、圧縮速度2.6 mN/秒、最大試験荷重10 gの条件下で圧縮した場合の圧縮変位（mm）を測定し、下記式により求めることができる。

$$K \text{ 値 (N/mm}^2\text{)} = (3/\sqrt{2}) \cdot F \cdot S^{-3/2} \cdot R^{-1/2}$$

F：樹脂微粒子の10%圧縮変形における荷重値（N）

S：樹脂微粒子の10%圧縮変形における圧縮変位（mm）

R：樹脂微粒子の半径（mm）

30

【 0 0 1 7 】

上記基材微粒子の平均粒子径は特に限定されないが、好ましい下限は1 μm、好ましい上限は2000 μmである。上記基材微粒子の平均粒子径が1 μm未満であると、基材微粒子が凝集しやすく、凝集した基材微粒子の表面に低融点金属層を形成した導電性微粒子を用いると、隣接する電極間を短絡させることがある。上記基材微粒子の平均粒子径が2000 μmを超えると、回路基板等の電極間の接続に適した範囲を超えることがある。上記基材微粒子の平均粒子径のより好ましい下限は3 μm、より好ましい上限は1000 μmである。

40

なお、上記基材微粒子の平均粒子径は、光学顕微鏡又は電子顕微鏡を用いて無作為に選んだ50個の基材微粒子の粒子径を測定し、測定した粒子径を算術平均することにより求めることができる。

【 0 0 1 8 】

上記基材微粒子の平均粒子径の変動係数は特に限定されないが、10%以下であることが好ましい。上記変動係数が10%を超えると、導電性微粒子の接続信頼性が低下することがある。なお、上記変動係数は、粒子径分布から得られる標準偏差を平均粒子径で除して得られる値を百分率（%）で示した数値である。

【 0 0 1 9 】

上記基材微粒子の形状は、対向する電極の間隔を維持できる形状であれば特に限定されな

50

いが、真球形状であることが好ましい。また、上記基材微粒子の表面は平滑であってもよいし、突起を有していてもよい。

【0020】

上記導電層形成微粒子は、上記基材微粒子の表面に、導電層を有する。

上記導電層を形成する金属は特に限定されず、例えば、金、銀、銅、亜鉛、鉄、鉛、錫、アルミニウム、コバルト、インジウム、ニッケル、クロム、アンチモン、ビスマス、ゲルマニウム、カドミウム等が挙げられる。なかでも、導電性に優れることから、上記導電層を形成する金属は、金、銅又はニッケルであることが好ましい。

【0021】

上記基材微粒子の表面に、上記導電層を形成させる方法は特に限定されず、例えば、無電解メッキ法、電解メッキ法、真空蒸着法、イオンプレーティング法、イオンスパッタリング法等が挙げられる。

【0022】

上記導電層の厚さは特に限定されないが、好ましい下限は0.1 μm 、好ましい上限は100 μm である。上記導電層の厚さが0.1 μm 未満であると、導電性が十分に得られないことがある。上記導電層の厚さが100 μm を超えると、導電性微粒子の柔軟性が低下することがある。上記導電層の厚さのより好ましい下限は0.2 μm 、より好ましい上限は50 μm である。

なお、上記導電層の厚さは、無作為に選んだ10個の導電性微粒子の断面を走査型電子顕微鏡(SEM)により観察して測定し、これらを算術平均した厚さである。

【0023】

上記微粒子分散液における導電層形成微粒子の含有量の好ましい下限は5重量%、好ましい上限は25重量%である。上記導電層形成微粒子の含有量が5重量%未満であると、効率よく導電性微粒子を製造することができないことがあり、上記導電層形成微粒子の含有量が25重量%を超えると、上記導電層形成微粒子同士が接触するため、十分な厚みを有する低融点金属層が形成できないことがある。

【0024】

上記低融点金属微粒子を構成する低融点金属は特に限定されないが、錫又は錫合金が好ましい。また、上記低融点金属は、融点が300以下であることが好ましい。上記錫合金は特に限定されず、例えば、錫-銅合金、錫-銀合金、錫-ビスマス合金、錫-亜鉛合金、錫-インジウム合金等が挙げられる。なかでも、低融点金属層の融点を低下させることができることから、錫-銀合金が好適である。上記低融点金属微粒子は、実質的に低融点金属のみで形成された低融点金属微粒子であってもよく、低融点金属を含有する低融点金属微粒子であってもよい。

本発明の導電性微粒子の製造方法を用いれば、従来の電気めっき法、無電解めっき法等では形成することができなかった組成の低融点金属層を形成することができる。

【0025】

更に、上記低融点金属層と電極との接合強度を向上させるために、上記低融点金属微粒子は、ニッケル、アンチモン、アルミニウム、鉄、金、チタン、リン、ゲルマニウム、テルル、ガリウム、コバルト、マンガン、クロム、モリブデン、パラジウム、インジウム等の金属を含有してもよい。なかでも、上記低融点金属層と電極との接合強度を向上させる効果に優れていることから、上記低融点金属微粒子にニッケル、アンチモン、アルミニウムを含有させることが好適である。

上記低融点金属微粒子に含有される金属の合計に占める上記金属の含有量は特に限定されないが、好ましい下限は0.0001重量%、好ましい上限は2重量%である。上記金属の含有量が0.0001重量%未満であると、上記低融点金属層と電極との接合強度が十分に得られないことがある。上記金属の含有量が2重量%を超えると導電性微粒子の柔軟性が低下することがある。

【0026】

上記低融点金属微粒子の平均粒子径は特に限定されないが、好ましい下限は0.1 μm 、

10

20

30

40

50

好ましい上限は $100\text{ }\mu\text{m}$ である。上記低融点金属微粒子の平均粒子径が $0.1\text{ }\mu\text{m}$ 未満であると、低融点金属微粒子が凝集しやすいため、低融点金属層を形成することが困難となることがある。上記低融点金属微粒子の平均粒子径が $100\text{ }\mu\text{m}$ を超えると、低融点金属微粒子が十分に溶融しないため、低融点金属層を形成することが困難となることがある。なお、上記低融点金属微粒子の平均粒子径は、光学顕微鏡又は電子顕微鏡を用いて無作為に選んだ 50 個の低融点金属微粒子の粒子径を測定し、測定した粒子径を算術平均することにより求めることができる。

また、上記低融点金属微粒子の平均粒子径は、上記導電層形成微粒子の平均粒子径の $1/10$ 以下であることが好ましい。上記低融点金属微粒子の平均粒子径が、上記導電層形成微粒子の平均粒子径の $1/10$ を超えると、上記低融点金属微粒子を接触させて、上記導電層形成微粒子の表面に低融点金属層を形成できないことがある。

10

【0027】

上記微粒子分散液における上記低融点金属微粒子の含有量の好ましい下限は 5 重量%、好ましい上限は 25 重量%である。上記低融点金属微粒子の含有量が 5 重量%未満であると、所望の厚みの低融点金属層を形成することができないことがあり、上記低融点金属微粒子の含有量が 25 重量%を超えると、上記低融点金属微粒子が過剰となり、低融点金属微粒子が凝集してしまうことがある。

【0028】

本発明の導電性微粒子の製造方法を用いて製造された導電性微粒子は、上記導電層形成微粒子の表面に、低融点金属層が形成されている。上記低融点金属層は、リフロー工程において溶融することにより、面接触で電極に接合する。

20

【0029】

上記低融点金属層の厚さの好ましい下限は $0.1\text{ }\mu\text{m}$ 、好ましい上限は $200\text{ }\mu\text{m}$ である。上記低融点金属層の厚さが $0.1\text{ }\mu\text{m}$ 未満であると、リフローして溶融させても十分に電極に接合できないことがある。上記低融点金属層の厚さが $200\text{ }\mu\text{m}$ を超えると、低融点金属層を形成する際に導電性微粒子の凝集が生じやすく、凝集した導電性微粒子は隣接する電極間の短絡を引き起こすことがある。上記低融点金属層の厚さのより好ましい下限は $0.2\text{ }\mu\text{m}$ 、より好ましい上限は $100\text{ }\mu\text{m}$ である。

なお、上記低融点金属層の厚さは、無作為に選んだ 10 個の導電性微粒子の断面を走査型電子顕微鏡 (SEM) により観察して測定し、これらを算術平均した厚さである。

30

【0030】

上記高沸点溶媒は、上記低融点金属の融点以上の沸点を有する溶媒であれば特に限定されず、例えば、ひまし油等の動植物油類、シリコンオイル類、グリコール類等が挙げられる。

【0031】

上記高沸点溶媒の沸点は 300 以上であることが好ましい。上記高沸点溶媒の沸点が 300 未満であると、上記微粒子分散液を上記低融点金属の融点以上に加熱する工程において、上記低融点金属微粒子を溶融させることができず、所望の低融点金属層を形成できないことがある。

【0032】

上記微粒子分散液における高沸点溶媒の含有量の好ましい下限は 50 重量%、好ましい上限は 90 重量%である。上記高沸点溶媒の含有量が 50 重量%未満であると、所望の形状の低融点金属層を形成することができないことがある。上記高沸点溶媒の含有量が 90 重量%を超えると、上記導電層形成微粒子と上記低融点金属微粒子とを十分に接触させることができないことがある。

40

【0033】

上記微粒子分散液を上記低融点金属の融点以上に加熱する工程における加熱温度は、上記低融点金属の融点以上であれば特に限定されないが、上記低融点金属の融点より高く、かつ、上記低融点金属の融点より 25 高い温度以下とすることが好ましい。

【0034】

50

上記微粒子分散液を冷却する工程における冷却温度は特に限定されないが、上記微粒子分散液の温度を、上記低融点金属の融点より低い温度に冷却することが好ましい。上記微粒子分散液を冷却する工程において、上記微粒子分散液を冷却してもよく、上記微粒子分散液の温度が上記低融点金属の融点より低くなるまで、放置してもよい。上記微粒子分散液を冷却する工程を行なうことにより、上記導電層形成微粒子の表面に低融点金属層が固着する。

【0035】

別の態様の本発明は、基材微粒子の表面に導電層及び低融点金属層が順次形成された導電性微粒子の製造方法であって、基材微粒子の表面に導電層が形成された導電層形成微粒子と、低融点金属とを上記低融点金属の融点以上に加熱し、混合することにより得られた溶融混合物と、高沸点溶媒とを含有する溶融混合物分散液を上記低融点金属の融点以上に加熱する工程、上記溶融混合物分散液を攪拌することにより、上記導電層形成微粒子の表面に低融点金属層を形成する工程、及び、上記溶融混合物分散液を冷却する工程を有する導電性微粒子の製造方法である。

10

【0036】

図2は、別の態様の本発明において、低融点金属層を形成する過程の一例を模式的に示す図面である。なお、図2では、高沸点溶媒を省略している。

別の態様の本発明では、基材微粒子の表面に導電層が形成された導電層形成微粒子1と、低融点金属2aとを含有する溶融混合物4(図2(a))を、高沸点溶媒(図示せず)に分散させて得られた溶融混合物分散液を、低融点金属2aの融点以上に加熱して、低融点金属2を溶融させる(図2(b))。次いで、例えば、ホモジナイザー等を用いて溶融混合物分散液を攪拌することで、低融点金属2aを表面に有する導電層形成微粒子1を分離させる(図2(c))。その後、溶融混合物分散液を冷却することで、基材微粒子の表面に導電層及び低融点金属層が形成された導電性微粒子3が得られる(図2(d))。

20

なお、別の態様の本発明は、基材微粒子の表面に導電層が形成された導電層形成微粒子1と、低融点金属2aとを低融点金属2aの融点以上に加熱し、混合することにより溶融混合物を作製する工程を有してもよい。

【0037】

別の態様の本発明では、図2に示すような工程を行うことで、粒子径が200 μ m以下の導電層形成微粒子に好適に低融点金属層を形成することができる。また、低融点金属微粒子の選定によって、所望の組成を有する低融点金属層を形成することができる。更に、めっき液の調製等の煩雑な工程を行う必要がなく、簡便な方法で安価に導電性微粒子を製造することができる。加えて、別の態様の本発明では、比較的厚い低融点金属層を形成することができる。

30

【0038】

本発明において、上記導電層形成微粒子の表面に低融点金属層を形成させる方法として、例えば、溶融混合物分散液をホモジナイザー、高速攪拌機、インラインミキサー、マイクロフルイダイザー等を使用して混合する方法等が挙げられる。なかでもホモジナイザーを用いる方法が好ましい。

【0039】

上記溶融混合物における導電層形成微粒子の含有量の好ましい下限は10重量%、好ましい上限は50重量%である。上記導電層形成微粒子の含有量が10重量%未満であると、所望の形状の低融点金属層を形成することができないことがある。上記導電層形成微粒子の含有量が50重量%を超えると、十分な厚みの低融点金属層が形成されないことがある。

40

【0040】

上記溶融混合物分散液における上記溶融混合物の含有量の好ましい下限は10重量%、好ましい上限は50重量%である。上記溶融混合物の含有量が10重量%未満であると、所望の厚みの低融点金属層を形成することができないことがある。上記溶融混合物の含有量が50重量%を超えると、上記溶融混合物が過剰となり、導電性微粒子が凝集してしまう

50

ことがある。

【 0 0 4 1 】

別の態様の本発明では、上記溶融混合物の分散性を高めるため、上記溶融混合物分散液に分散剤を添加することが好ましい。

上記分散剤として、例えば、カルボキシル基を有する化合物、硫黄化合物、窒素化合物等が挙げられる。上記カルボキシル基を有する化合物として、例えば、ロジン、ロジン誘導体、高級脂肪酸等が挙げられ、上記硫黄化合物として、例えば、チオール類、スルフィド類等が挙げられ、上記窒素化合物として、例えば、アミン類等が挙げられる。

【 0 0 4 2 】

別の態様の本発明の導電性微粒子の製造方法において用いられる導電層形成微粒子、低融点金属、高沸点溶媒は、本発明の導電性微粒子の製造方法と同様の材料を使用することができる。

また、上記溶融混合物分散液を上記低融点金属の融点以上に加熱する工程における加熱温度、及び、上記溶融混合物分散液を冷却する工程における冷却温度は、特に限定されず、例えば、本発明の導電性微粒子の製造方法と同様の温度が挙げられる。

【 0 0 4 3 】

上述した本発明の導電性微粒子の製造方法では、従来の方法に比べて、粒子径の小さい導電性微粒子を製造することができる。また、このような導電性微粒子を簡便な方法で安価に製造することができる。本発明の導電性微粒子の製造方法により製造される導電性微粒子もまた、本発明の 1 つである。

【 0 0 4 4 】

本発明の導電性微粒子と、バインダー樹脂とを含有する異方性導電材料もまた、本発明の 1 つである。

【 0 0 4 5 】

本発明の異方性導電材料は、例えば、異方性導電ペースト、異方性導電インク、異方性導電粘着剤、異方性導電フィルム、異方性導電シート等が挙げられる。

【 0 0 4 6 】

上記バインダー樹脂は特に限定されないが、ビニル樹脂、熱可塑性樹脂、硬化性樹脂、熱可塑性ブロック共重合体、エラストマー等が挙げられる。

上記ビニル樹脂は特に限定されないが、酢酸ビニル樹脂、アクリル樹脂、スチレン樹脂等が挙げられる。上記熱可塑性樹脂は特に限定されないが、ポリオレフィン樹脂、エチレン - 酢酸ビニル共重合体、ポリアミド樹脂等が挙げられる。上記硬化性樹脂は特に限定されないが、エポキシ樹脂、ウレタン樹脂、ポリイミド樹脂、不飽和ポリエステル樹脂等が挙げられる。上記熱可塑性ブロック共重合体は特に限定されないが、スチレン - ブタジエン - スチレンブロック共重合体、スチレン - イソブレン - スチレンブロック共重合体、スチレン - ブタジエン - スチレンブロック共重合体の水素添加物、スチレン - イソブレン - スチレンブロック共重合体の水素添加物等が挙げられる。これらの樹脂は、単独で用いられてもよいし、2 種以上が併用されてもよい。

また、上記硬化性樹脂は、常温硬化型樹脂、熱硬化型樹脂、光硬化型樹脂、湿気硬化型樹脂であってもよい。

【 0 0 4 7 】

本発明の異方性導電材料には、必要に応じて、例えば、増量剤、可塑剤、粘接着性向上剤、酸化防止剤、熱安定剤、光安定剤、紫外線吸収剤、着色剤、難燃剤、有機溶媒等の各種添加剤が添加されてもよい。

【 0 0 4 8 】

本発明の異方性導電材料を製造する方法は特に限定されず、例えば、上記バインダー樹脂中に本発明の導電性微粒子を添加し、均一に混合して分散させ、異方性導電ペースト、異方性導電インク、異方性導電粘着剤等とする方法が挙げられる。また、本発明の異方性導電材料を製造する方法として、上記バインダー樹脂中に本発明の導電性微粒子を添加し、均一に分散させるか、又は、加熱溶解させて、離型紙や離型フィルム等の離型材の離型処

10

20

30

40

50

理面に所定の厚さとなるように塗工し、必要に応じて乾燥や冷却等を行って、異方性導電フィルム、異方性導電シート等とする方法も挙げられる。なお、異方性導電材料の種類に対応して、適宜の製造方法を選択することができる。

また、上記バインダー樹脂と、本発明の導電性微粒子とを混合することなく、別々に用いて異方性導電材料としてもよい。

【0049】

本発明の導電性微粒子又は本発明の異方性導電材料を用いることにより導電接続されている導電接続構造体もまた、本発明の1つである。

【0050】

本発明の導電接続構造体は、一对の回路基板間に、本発明の導電性微粒子又は本発明の異方性導電材料を充填することにより、一对の回路基板の電極間を導電接続させた導電接続構造体である。

10

【発明の効果】

【0051】

本発明によれば、粒子径の小さい導電性微粒子を効率よく簡便な方法で製造することができる導電性微粒子の製造方法を提供することができる。また、本発明は、該導電性微粒子の製造方法を用いて製造された導電性微粒子、該導電性微粒子を用いて製造された異方性導電材料、及び、導電接続構造体を提供することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0052】

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ない。

20

【0053】

(実施例1)

(導電層形成微粒子の作製)

テトラメチロールメタンテトラアクリレートとジビニルベンゼンとの共重合樹脂微粒子(平均粒子径 $240\mu\text{m}$)の表面に、無電解ニッケルめっき法を用いてニッケル層を形成した後、電解銅めっき法を用いて厚さ $10\mu\text{m}$ の銅層(導電層)を形成することにより、導電層形成微粒子を得た。

【0054】

30

(低融点金属層の形成)

得られた導電層形成微粒子10重量部と、 $\text{Sn}42/\text{Bi}58$ 合金微粒子(粒子径分布 $10\sim25\mu\text{m}$ 、融点 139°C 、 $\text{Sn}42$ 重量%、 $\text{Bi}58$ 重量%)10重量部とをひまし油(和光純薬工業社製、沸点 313°C)80重量部に分散させ、微粒子分散液を調製した。

得られた微粒子分散液を $\text{Sn}42/\text{Bi}58$ 合金微粒子の融点以上である 164°C に加熱し、ホモジナイザーを用いて攪拌することにより、溶融した $\text{Sn}42/\text{Bi}58$ 合金微粒子を導電層形成微粒子に付着させ、導電層形成微粒子の表面に $\text{Sn}42/\text{Bi}58$ 合金層(低融点金属層)を形成した。その後、分散状態を保持したまま、室温まで冷却した後、粒子をエタノールで洗浄することにより、厚さ $2\mu\text{m}$ の低融点金属層を有する導電性微粒子を得た。

40

【0055】

(実施例2)

実施例1の(低融点金属層の形成)において、以下の方法を用いた以外は、実施例1と同様にして、導電性微粒子を得た。

【0056】

(低融点金属層の形成)

実施例1で得られた導電層形成微粒子100重量部と、 $\text{Sn}42/\text{Bi}58$ 合金の塊(融点 139°C)100重量部とを、るつぼに入れて、 164°C に加熱しながら混合し、その後、室温まで冷却することにより、溶融混合物を得た。

50

得られた溶融混合物 20 重量部をひまし油（和光純薬工業社製、沸点 313）80 重量部に分散させ、溶融混合物分散液を調製した。

得られた溶融混合物分散液を Sn42 / Bi58 合金の融点以上である 164 に加熱し、ホモジナイザーを用いて攪拌することにより、導電層形成微粒子の表面に Sn42 / Bi58 合金層（低融点金属層）を形成した。その後、分散状態を保持したまま、室温まで冷却した後、粒子をエタノールで洗浄することにより、厚さ 4 μm の低融点金属層を有する導電性微粒子を得た。

【0057】

< 評価 >

実施例 1 ~ 2 で得られた導電性微粒子の直径方向の断面形状を、SEM（走査型電子顕微鏡）を用いて撮影し、低融点金属層の断面形状を確認した。図 3、4 は、実施例 1、2 で得られた導電性微粒子の低融点金属層及び導電層の断面形状を撮影した拡大写真である。

【産業上の利用可能性】

【0058】

本発明によれば、粒子径の小さい導電性微粒子を効率よく簡便な方法で製造することができる導電性微粒子の製造方法を提供することができる。また、本発明は、該導電性微粒子の製造方法を用いて製造された導電性微粒子、該導電性微粒子を用いて製造された異方性導電材料、及び、導電接統構造体を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【0059】

【図 1】本発明において、低融点金属層を形成する過程の一例を模式的に示す図面である。

【図 2】別の態様の本発明において、低融点金属層を形成する過程の一例を模式的に示す図面である。

【図 3】実施例 1 で得られた導電性微粒子の直径方向の断面を SEM で撮影した写真である。

【図 4】実施例 2 で得られた導電性微粒子の直径方向の断面を SEM で撮影した写真である。

【符号の説明】

【0060】

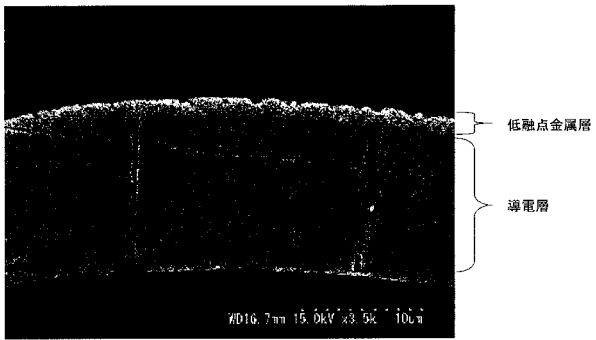
- 1 導電層形成微粒子
- 2 低融点金属微粒子
- 2 a 低融点金属
- 3 導電性微粒子
- 4 溶融混合物

10

20

30

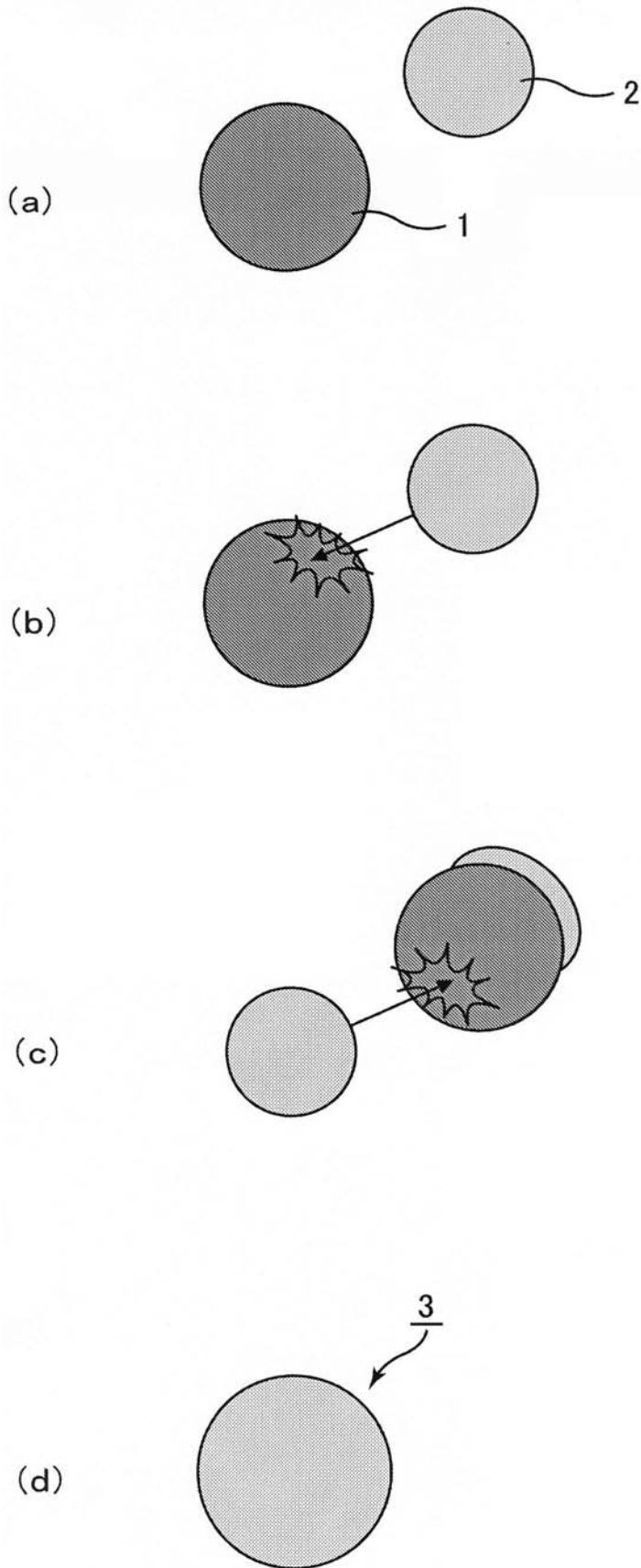
【 図 3 】



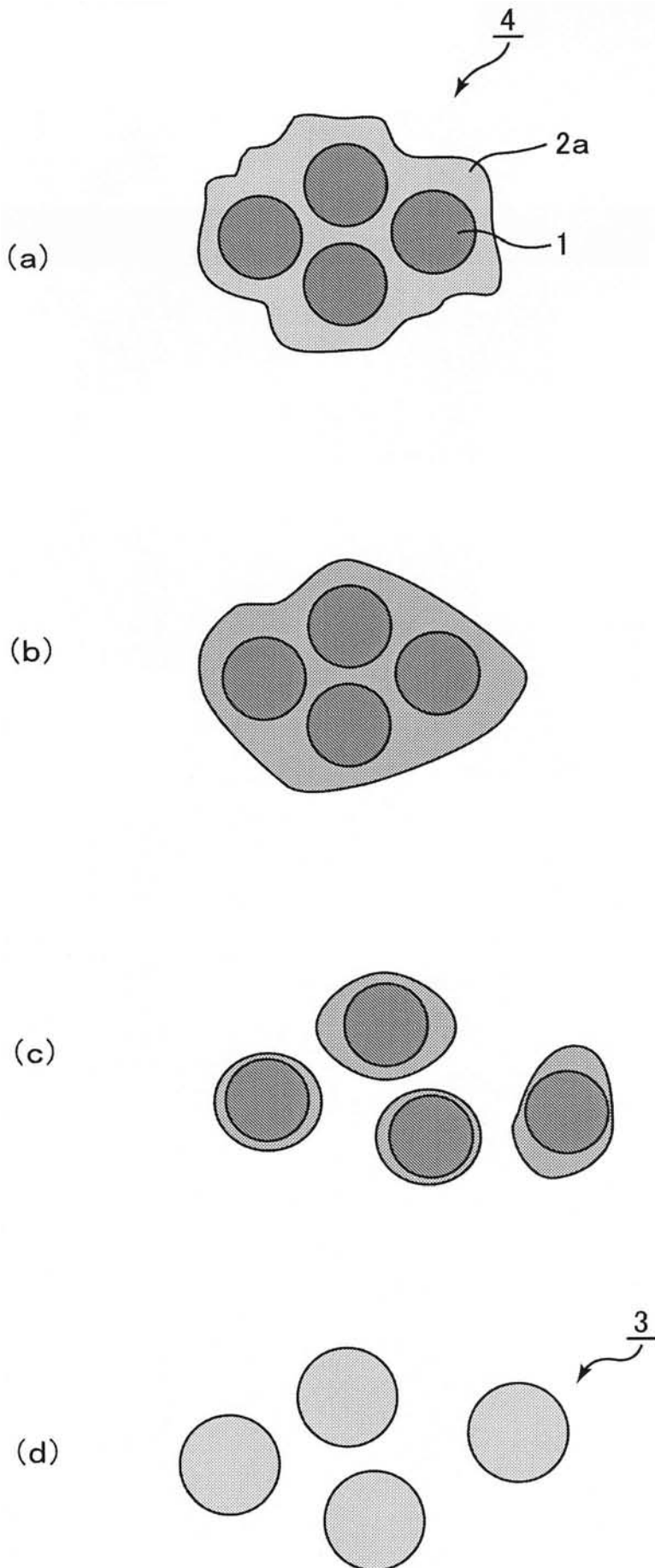
【 図 4 】



【図 1】



【 図 2 】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.			F I			テーマコード(参考)
H 0 1 R	11/01	(2006.01)	H 0 1 R	11/01	5 0 1 E	
H 0 5 K	3/32	(2006.01)	H 0 5 K	3/32	B	
			H 0 1 B	1/22	A	

(72)発明者 上野山 伸也
滋賀県甲賀市水口町泉 1 2 5 9 積水化学工業株式会社内

F ターム(参考) 4K018 BA02 BC23 BC26 BD04 KA33
5E319 BB16 CC61 GG03
5G301 DA02 DA13 DA42 DD03
5G307 AA08