

(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2008-13466  
(P2008-13466A)

(43) 公開日 平成20年1月24日(2008.1.24)

(51) Int. Cl.	F I	テーマコード (参考)
<b>C07C 211/03 (2006.01)</b>	C O 7 C 211/03	4 H O O 6
<b>H01L 23/14 (2006.01)</b>	H O 1 L 23/14 M	4 H O 4 8
<b>B22F 9/30 (2006.01)</b>	B 2 2 F 9/30 Z	4 K O 1 7
<b>H01B 13/00 (2006.01)</b>	H O 1 B 13/00 5 O 1 Z	4 M 1 O 4
<b>H01L 21/288 (2006.01)</b>	H O 1 L 21/288 Z	5 F O 3 3

審査請求 未請求 請求項の数 11 O L (全 20 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2006-184971 (P2006-184971)	(71) 出願人	000002369 セイコーエプソン株式会社 東京都新宿区西新宿2丁目4番1号
(22) 出願日	平成18年7月4日(2006.7.4)	(74) 代理人	100091292 弁理士 増田 達哉
		(74) 代理人	100091627 弁理士 朝比 一夫
		(72) 発明者	ウィリアム マリット 長野県諏訪市大和3丁目3番5号 セイコーエプソン株式会社内
		Fターム(参考)	4H006 AA01 AA03 AB84 4H048 AA03 AB84 VB10 4K017 AA03 AA06 BA05 DA01 DA07 EK05

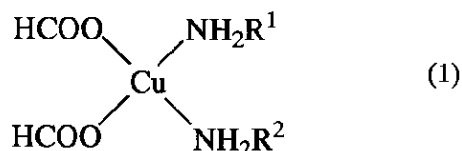
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ギ酸銅錯体、銅粒子の製造方法および配線基板の製造方法

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】簡便かつ低コストに、銅粒子を製造する方法および当該銅粒子を分散させた液体材料を用いた配線基板の製造方法、ならびに、当該銅粒子を製造するために用いられるギ酸銅錯体を提供すること。

【解決手段】本発明は、下記一般式(1)



(式中、Cuは2価の銅、R<sup>1</sup>およびR<sup>2</sup>はそれぞれ置換基を有していてもよい脂肪族炭化水素基を示す。)で表されるギ酸銅錯体の前記2価の銅が0価の銅に還元されるとともに、前記ギ酸配位子が二酸化炭素に酸化されるように前記ギ酸銅錯体を分解することにより銅粒子を得る銅粒子の製造方法、当該銅粒子を分散させた液体材料を基板に塗布する配線基板の製造方法、上記一般式(1)で表されるギ酸銅錯体を提供することを特徴とする。

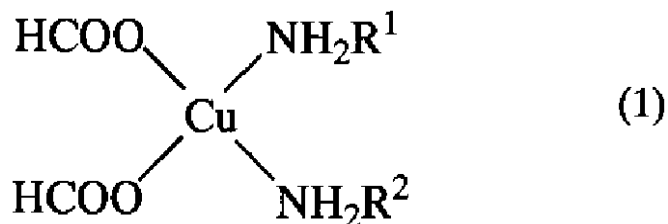
【選択図】なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

下記一般式(1)

【化 1】



10

(式中、Cuは2価の銅、R<sup>1</sup>およびR<sup>2</sup>はそれぞれ置換基を有していてもよい脂肪族炭化水素基を示す。)

で表されることを特徴とするギ酸銅錯体。

【請求項 2】

前記一般式(1)中のR<sup>1</sup>およびR<sup>2</sup>は、それぞれその炭素数が4~20である請求項1に記載のギ酸銅錯体。

【請求項 3】

前記一般式(1)中の-NH<sub>2</sub>R<sup>1</sup>および-NH<sub>2</sub>R<sup>2</sup>は、それぞれ1級アミン配位子である請求項1または2に記載のギ酸銅錯体。 20

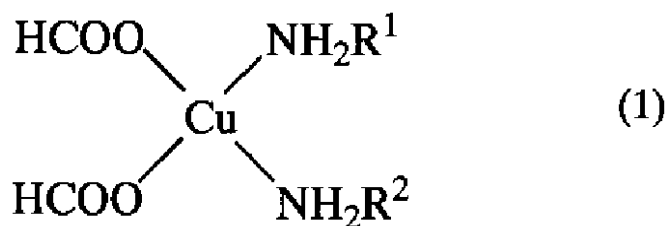
【請求項 4】

前記脂肪族炭化水素基は、アルキル基である請求項1ないし3のいずれかに記載のギ酸銅錯体。

【請求項 5】

下記一般式(1)

【化 2】



30

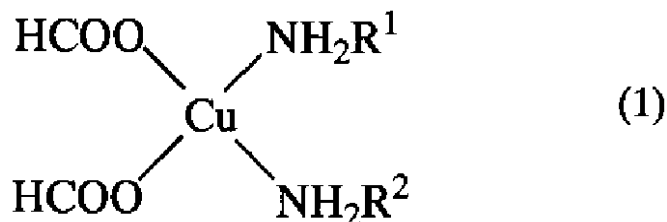
(式中、Cuは2価の銅、R<sup>1</sup>およびR<sup>2</sup>はそれぞれ置換基を有していてもよい脂肪族炭化水素基を示す。)

で表されるギ酸銅錯体の前記2価の銅が0価の銅に還元されるとともに、前記ギ酸配位子が二酸化炭素に酸化されるように前記ギ酸銅錯体を分解することにより銅粒子を得ることを特徴とする銅粒子の製造方法。 40

【請求項 6】

無修飾ギ酸銅を脂肪族アミンに溶解することにより、下記一般式(1)

【化 3】



(式中、Cuは2価の銅、R<sup>1</sup>およびR<sup>2</sup>はそれぞれ置換基を有していてもよい脂肪族炭化水素基を示す。) 10

で表されるギ酸銅錯体を得る第1の工程と、

前記ギ酸銅錯体の前記2価の銅が0価の銅に還元されるとともに、前記ギ酸配位子が二酸化炭素に酸化されるように前記ギ酸銅錯体を分解することにより銅粒子を得る第2の工程とを有することを特徴とする銅粒子の製造方法。

【請求項7】

前記無修飾ギ酸銅の溶解は、加熱することにより行われる請求項6に記載の銅粒子の製造方法。

【請求項8】

前記脂肪族アミンは、その炭素数が4～20の飽和の脂肪族アミンである請求項6または7に記載の銅粒子の製造方法。 20

【請求項9】

前記ギ酸銅錯体の分解は、前記ギ酸銅錯体の分解温度付近までまたは当該分解温度以上に加熱することにより行われる請求項5ないし8のいずれかに記載の銅粒子の製造方法。

【請求項10】

前記ギ酸銅錯体の加熱温度は、70～200である請求項9に記載の銅粒子の製造方法。

【請求項11】

請求項5ないし10のいずれかに記載の銅粒子の製造方法で製造された銅粒子を分散媒に分散させて液体材料を形成する液体材料形成工程と、 30

前記液体材料を基板に塗布する塗布工程と、

前記塗布工程の後、前記基板に熱処理を施し前記基板上に配線を形成する熱処理工程と、を有する配線基板の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、ギ酸銅錯体、銅粒子の製造方法および配線基板の製造方法に関するものである。

【背景技術】

【0002】

現代産業の基盤となる電子デバイスの多くは、クリーンルーム中に設置された装置を用いること、真空プロセスでの成膜を行うこと、フォトリソグラフィによるパターンニングを行うこと、を基本として作製されている。その中核となるのが半導体やフラットパネルディスプレイの製造技術であり、非常に高価な装置、膨大な資源・エネルギー消費など高環境負荷の装置産業として抱える問題が顕在化してきている。そのため、このような産業構造を変革する超低エネルギープロセス工業の出現が望まれている。そして、その代替技術として、真空、クリーンルーム、フォトリソグラフィを使わないデバイス作製法が期待されている。

【0003】

このような超低エネルギープロセスとして、現在「マイクロ液体プロセス」と呼ばれる 50

非常に効率の高いデバイス製造プロセスが注目されている。マイクロ液体プロセスは、必要な箇所のみ機能性液体材料をパターン塗布して薄膜パターンを得るものである。そのプロセスは非常に簡便であるのに加えて、材料の利用効率が100%に近く、理想的なプロセスと考えることができる。

【0004】

例えば、機能性液体材料である金属ナノ粒子を含有した金属インクをインクジェット法により、デバイスの構造の中、配線（リブ、スペーサー等）、ゲート、ソース及びドレインにパターン塗布する。その後、乾燥・焼成の工程によって、デバイスの配線（リブ、スペーサー）及びデバイスのキー伝導性要素（ゲート、ソース、ドレイン）を作成することができる。

10

【0005】

ところで、近年、このような金属ナノ粒子を含む機能性液体材料の使用が注目されている。例えば、銀微粒子を含有した導電性ペーストを塗布した低雑音増幅器が研究されている（例えば、特許文献1）。

また、ヘキサデシルアミンと[Cu(OCH(Me)CH<sub>2</sub>NMe<sub>2</sub>)<sub>2</sub>]錯体を混合してヘキサデシルアミンが表面修飾された銅ナノ粒子を得ることが報告されている（例えば、非特許文献1）。

【0006】

しかしながら、銀微粒子ではコスト面で問題があり、銅ナノ粒子では出発原料である銅錯体の合成が困難であるという問題がある。また、ヘキサデシルアミンはインクの媒体ではないため、インク化するために、ヘキサデシルアミンからナノ粒子の単離、再分散、濃縮、濾過等を行わなければならない、微粒子調製の操作が煩雑という問題がある。

20

一方、金属銅の積層のためのプレカーサーとして役に立つギ酸銅錯体を、無水ギ酸銅と置換ピリジン誘導体とから得る方法が知られている。しかし、当該錯体から銅微粒子は未だ調製できていない（例えば、特許文献2）。

【0007】

【特許文献1】特開2004-304649号公報

【特許文献2】米国第6770122号公報

【非特許文献1】Langmuir、2004、20、9453~9455

【発明の開示】

30

【発明が解決しようとする課題】

【0008】

本発明の目的は、簡便かつ低コストに、銅粒子を製造する方法および当該銅粒子を分散させた液体材料を用いた配線基板の製造方法、ならびに、当該銅粒子を製造するために用いられるギ酸銅錯体を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

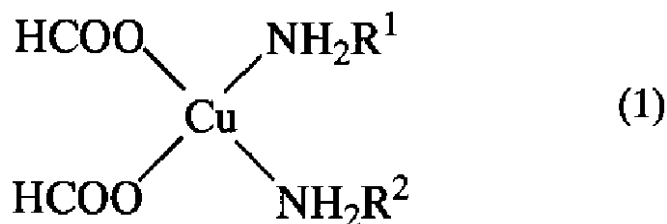
【0009】

このような目的は、下記の本発明により達成される。

本発明のギ酸銅錯体は、下記一般式(1)

【化1】

40



(式中、Cuは2価の銅、R<sup>1</sup>およびR<sup>2</sup>はそれぞれ置換基を有していてもよい脂肪族炭化水素基を示す。)

50

で表されることを特徴とする。

これにより、銅粒子の修飾剤として優れている脂肪族アミンが銅に配位しているため、銅粒子の製造に好ましく用いられるギ酸銅錯体を得ることができる。

【0010】

本発明のギ酸銅錯体では、前記一般式(1)中の $R^1$ および $R^2$ は、それぞれその炭素数が4~20であることが好ましい。

これにより、脂肪族アミン配位子の炭素数が4~20と比較的長いため、安定なギ酸銅錯体を得ることができる。また、ギ酸銅錯体を分解することにより、銅に当該脂肪族アミンが修飾した安定で均一な粒径の銅粒子を製造することができる。

【0011】

本発明のギ酸銅錯体では、前記一般式(1)中の $-NH_2R^1$ および $-NH_2R^2$ は、それぞれ1級アミン配位子であることが好ましい。

これにより、アミン配位子同士の立体障害を防止または低減することができるため、安定なギ酸銅錯体を得ることができる。また、ギ酸銅錯体を分解することにより、安定な銅粒子を製造することができる。

【0012】

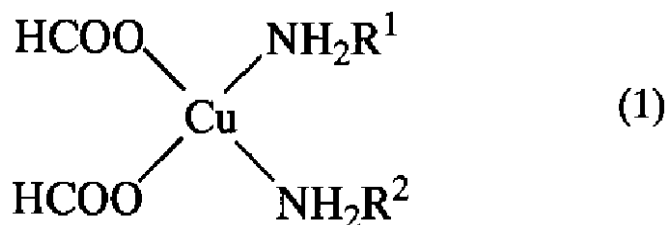
本発明のギ酸銅錯体では、前記脂肪族炭化水素基は、アルキル基であることが好ましい。

これにより、ギ酸銅錯体が不飽和結合を有さないので、副反応を起こすことなく、安定なギ酸銅錯体を得ることができる。また、ギ酸銅錯体を分解することにより、安定な銅粒子を製造することができる。

【0013】

本発明の銅粒子の製造方法は、下記一般式(1)

【化2】



(式中、Cuは2価の銅、 $R^1$ および $R^2$ はそれぞれ置換基を有していてもよい脂肪族炭化水素基を示す。)

で表されるギ酸銅錯体の前記2価の銅が0価の銅に還元されるとともに、前記ギ酸配位子が二酸化炭素に酸化されるように前記ギ酸銅錯体を分解することにより銅粒子を得ることを特徴とする。

これにより、ギ酸銅錯体を分解するのみで銅粒子を得ることができるため、簡便かつ迅速に銅粒子を収率よく製造することができる。

【0014】

本発明の銅粒子の製造方法は、無修飾ギ酸銅を脂肪族アミンに溶解することにより、下記一般式(1)

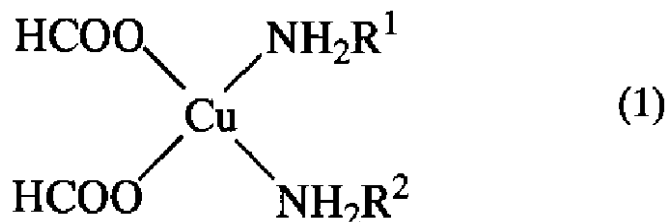
10

20

30

40

【化 3】



(式中、Cuは2価の銅、R<sup>1</sup>およびR<sup>2</sup>はそれぞれ置換基を有していてもよい脂肪族炭化水素基を示す。)

で表されるギ酸銅錯体を得る第1の工程と、

前記ギ酸銅錯体の前記2価の銅が0価の銅に還元されるとともに、前記ギ酸配位子が二酸化炭素に酸化されるように前記ギ酸銅錯体を分解することにより銅粒子を得る第2の工程とを有することを特徴とする。

これにより、安価な材料を用いているため、低コストで銅粒子を得ることができる。また、第1の工程に引き続いて第2の工程を行うため、極めて簡便かつ迅速に収率よく銅粒子を得ることができる。

【0015】

本発明の銅粒子の製造方法では、前記無修飾ギ酸銅の溶解は、加熱することにより行われることが好ましい。

これにより、脂肪族アミンが確実に溶解するため、効率的に銅粒子を得ることができる。

本発明の銅粒子の製造方法では、前記脂肪族アミンは、その炭素数が4～20の飽和の脂肪族アミンであることが好ましい。

これにより、脂肪族アミン配位子が炭素数4～20の飽和のものであるため、副反応を起こすことなく、凝集しない、均一な粒径の安定な銅粒子を得ることができる。

【0016】

本発明の銅粒子の製造方法では、前記ギ酸銅錯体の分解は、前記ギ酸銅錯体の分解温度付近までまたは当該分解温度以上に加熱することにより行われることが好ましい。

これにより、確実にギ酸銅錯体が分解されるため、確実に銅粒子を得ることができる。

本発明の銅粒子の製造方法では、前記ギ酸銅錯体の加熱温度は、70～200であることが好ましい。

これにより、より確実にギ酸銅錯体が分解されるため、より確実に銅粒子を得ることができる。

【0017】

本発明の配線基板の製造方法は、本発明の銅粒子の製造方法で製造された銅粒子を分散媒に分散させて液体材料を形成する液体材料形成工程と、

前記液体材料を基板に塗布する塗布工程と、

前記塗布工程の後、前記基板に熱処理を施し前記基板上に配線を形成する熱処理工程とを有する。

これにより、信頼性の高い配線基板を得ることができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0018】

以下、本発明のギ酸銅錯体、銅粒子の製造方法、配線基板の製造方法の好適実施形態について詳細に説明する。

<銅粒子>

図1は、本発明の銅粒子を示す模式図である。

図1に示すように、本発明の銅粒子10は、0価の銅で構成される粒状の核11の表面に、脂肪族アミン12が結合(被覆)してなるものである。この脂肪族アミン12は、銅

を核 1 1 側にして、核 1 1 の表面に結合している。これにより、銅粒子 1 0 同士が凝集するのを防止することができ、銅粒子 1 0 が安定して存在することができる。

ここで、本発明の銅粒子 1 0 は、その平均粒径（図 1 中、長さ D）が 0.5 ~ 120 nm 程度、好ましくは 1 ~ 20 nm 程度のものを言う。平均粒径がこのような範囲の大きさであるため、銅微粒子ともいう。

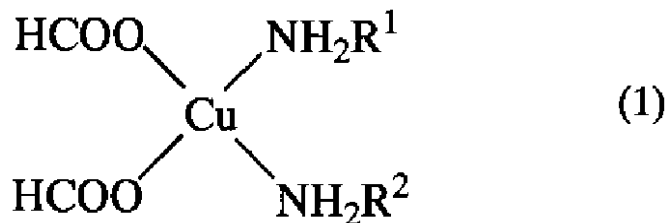
【0019】

<銅粒子の製造方法>

本発明の銅粒子 1 0 の製造方法は、例えば、下記一般式（1）

【0020】

【化 4】



10

（式中、Cu は 2 価の銅、 $\text{R}^1$  および  $\text{R}^2$  はそれぞれ置換基を有していてもよい脂肪族炭化水素基を示す。）で表されるギ酸銅錯体の、前記 2 価の銅が 0 価の銅に還元されるとともに、前記ギ酸配位子が二酸化炭素に酸化されるように前記ギ酸銅錯体を分解することにより銅粒子 1 0 を得る方法である。これにより、ギ酸銅錯体が分解され、簡便に収率よく銅粒子 1 0 を得ることができる。

20

【0021】

まず、銅粒子 1 0 の製造に用いられるギ酸銅錯体について詳細に説明する。

銅粒子 1 0 の製造に用いられるギ酸銅錯体は、前記一般式（1）で表される化合物である。これにより、脂肪族アミン配位子が銅に配位結合しているため、一般式（1）で表されるギ酸銅錯体を分解することで、脂肪族アミン 1 2 で修飾された銅粒子 1 0 を簡便に得ることができる。

【0022】

一般式（1）中の  $\text{R}^1$  および  $\text{R}^2$  は、それぞれ置換基を有していてもよい脂肪族炭化水素基である。これにより、一般式（1）で表されるギ酸銅錯体を分解して得られる銅粒子 1 0 の凝集を抑えることができ、安定で粒径が均一な銅粒子 1 0 を得ることができる。

30

一般式（1）中の  $\text{R}^1$  および  $\text{R}^2$  のそれぞれの脂肪族炭化水素基は、その炭素数が 4 ~ 20 のものが好ましく、6 ~ 20 のものがより好ましい。炭素数を 6 ~ 20 とすることで、一般式（1）で表されるギ酸銅錯体を分解して得られる銅粒子 1 0 の凝集をより抑えることができ、より安定で粒径がより均一な銅粒子 1 0 を得ることができる。また、当該銅粒子 1 0 をインクに含有したとき、再分散性が良好となる。

【0023】

また、一般式（1）中の  $\text{R}^1$  および  $\text{R}^2$  のそれぞれの脂肪族炭化水素基は、飽和の脂肪族炭化水素基または不飽和の脂肪族炭化水素基が挙げられる。

40

飽和の脂肪族炭化水素基としては、アルキル基が挙げられる。例えば、アルキル基として、ブチル基、ヘキシル基、オクチル基、デシル基、ドデシル基、ヘキサデシル基、ノナデシル基などの直鎖アルキル基、イソブチル基、1-メチルヘキシル基、1-メチルオクチル基、1-メチルデシル基、1-メチルドデシル基、1-エチルドデシル基、1-メチルヘキサデシル基、1-メチルノナデシル基、tert-ブチル基、1,1-ジメチルヘキシル基、1,1-ジメチルオクチル基、1,1-ジメチルデシル基、1,1-ジメチルドデシル基、1,1-ジメチルヘキサデシル基、1,1-ジメチルノナデシル基などの分岐アルキル基が挙げられる。

【0024】

50

不飽和の脂肪族炭化水素基としては、アルケニル基またはアルキニル基が挙げられる。

例えば、アルケニル基として、1-ブテニル基、1-ヘキセニル基、1-オクテニル基、1-デセニル基、1-ドデセニル基、1-ヘキサデセニル基、1-ノナデセニル基などの直鎖アルケニル基、イソブテニル基、1-メチル-1-ヘキセニル基、1-メチル-1-オクテニル基、1-メチル-1-デセニル基、1-メチル-1-ドデセニル基、1-メチル-1-ヘキサデセニル基、sec-ブテニル基、1,1-ジメチル-2-ヘキセニル基、1,1-ジメチル-3-オクテニル基、1,1-ジメチル-4-デセニル基、1,1-ジメチル-5-ドデセニル基、1,1-ジメチル-6-ヘキサデセニル基などの分岐アルケニル基が挙げられる。

【0025】

例えば、アルキニル基として、2-ブチニル基、2-ヘキシニル基、2-オクチニル基、2-デシニル基、2-ドデシニル基、2-ヘキサデシニル基、2-ノナデシニル基などの直鎖アルキニル基、イソブチニル基、1-メチル-2-ヘキシニル基、1-メチル-2-オクチニル基、1-メチル-2-デシニル基、1-メチル-2-ドデシニル基、1-メチル-2-ヘキサデシニル基、1,1-ジメチル-2-ヘキシニル基、1,1-ジメチル-3-オクチニル基、1,1-ジメチル-4-デシニル基、1,1-ジメチル-5-ドデシニル基、1,1-ジメチル-6-ヘキサデシニル基などの分岐アルキニル基などが挙げられる。

【0026】

これらのうち、飽和脂肪族炭化水素基であるアルキル基が好ましく、直鎖アルキル基がより好ましい。アルキル基であることにより、不飽和結合を有さないことから、副反応などを起こすことがなく、一般式(1)で表される安定なギ酸銅錯体を得ることができる。

また、直鎖アルキル基であることにより、アルキル基同士の立体障害を防止または低減することができるため、より一層安定なギ酸銅錯体を得ることができる。さらに、一般式(1)で表されるギ酸銅錯体を分解して得られる銅粒子10も、同様に安定なものが得られ、粒径が均一なものが得られる。

なお、一般式(1)中の $R^1$ および $R^2$ の脂肪族炭化水素基には、一般式(1)で表されるギ酸銅錯体および/または銅粒子10が安定に存在する限りにおいて、置換基を有していてもよい。そのような置換基としては、フッ素や塩素のようなハロゲン原子、アミノ基、シアノ基などが挙げられる。

【0027】

また、一般式(1)中の $-NH_2$ 、 $R^1$ および $-NH_2$ 、 $R^2$ は、それぞれ1級アミン配位子または2級アミン配位子のいずれであってもよい。

1級アミン配位子としては、例えば、ブチルアミン、ヘキシルアミン、オクチルアミン、デシルアミン、トリデシルアミン、ヘキサデシルアミン、ノナデシルアミン、1-ドデセニルアミン、2-ドデシニルアミンなどが挙げられる。

2級アミン配位子としては、例えば、ジプロピルアミン、ジブチルアミン、ジアミルアミン、ジヘキシルアミン、ジオクチルアミン、ジデシルアミン、ジドデシルアミン、ジトラデシルアミン、ジヘキサデシルアミンなどが挙げられる。

【0028】

これらのアミン配位子のうち、特に、1級アミン配位子が好ましい。これにより、原料である無修飾ギ酸銅が脂肪族1級アミンに溶解し、簡便に一般式(1)で表されるギ酸銅錯体を得ることができる。また、アミン配位子同士の立体障害を防止または低減することができるため、一般式(1)で表される安定なギ酸銅錯体を得ることができる。さらに、一般式(1)で表されるギ酸銅錯体を分解して得られる銅粒子10も、同様に安定なものが得られ、均一な粒径のものが得られる。

【0029】

次に、このような一般式(1)で表されるギ酸銅錯体の製造方法について説明する。

一般に、無修飾ギ酸銅は水に溶解するが、疎水性の有機溶媒に溶解しないことが知られている。そのため、無修飾ギ酸銅を用いて反応を行う場合、水やアルコールなどの親水性

10

20

30

40

50



溶媒が反応溶媒として用いられている。しかしながら、本発明者らは、ギ酸銅錯体の簡易な製造方法を検討した結果、驚くべきことに無修飾ギ酸銅が疎水性である脂肪族アミンに溶解することを見出した。そして、これにより、反応溶媒を用いずにギ酸銅錯体を簡易に製造する方法を完成するに至った。

#### 【0030】

すなわち、一般式(1)で表される本発明のギ酸銅錯体は、例えば、無修飾ギ酸銅を脂肪族アミンに溶解することにより得ることができる。これにより、溶解操作のみで一般式(1)で表されるギ酸銅錯体を得ることができるので、極めて簡便に収率よく一般式(1)で表されるギ酸銅錯体を得ることができる。

ここで、一般式(1)で表されるギ酸銅錯体の製造に用いられる無修飾ギ酸銅は、修飾されていないギ酸銅のことをいう。具体的には、ギ酸銅、無水ギ酸銅、ギ酸銅の水和物が挙げられる。これらのうち、無水ギ酸銅が好ましい。これにより、適切に脂肪族アミンとの反応が進行し、一般式(1)で表されるギ酸銅錯体を確実に得ることができる。

反応に用いられる無修飾ギ酸銅の量は、2当molの脂肪族アミンに対して、0.1~0.9当molが好ましく、0.2~0.5当molがより好ましい。これにより、脂肪族アミンとの反応が確実に進行し、一般式(1)で表されるギ酸銅錯体を確実に得ることができる。

#### 【0031】

一方、一般式(1)で表されるギ酸銅錯体の製造に用いられる脂肪族アミンは、炭素数4~20の脂肪族アミンが好ましく、6~20のものがより好ましい。炭素数を6~20とすることで、炭素鎖が長くなるため、一般式(1)で表される安定なギ酸銅錯体を得ることができる。

また、かかる脂肪族アミンは、飽和または不飽和の脂肪族アミンのいずれであってもよいが、飽和の脂肪族アミンが好ましい。これにより、脂肪族アミンが不飽和結合を有さないため、副反応などを起こすことなく、確実に一般式(1)で表されるギ酸銅錯体を得ることができる。

#### 【0032】

また、かかる脂肪族アミンは、1級アミンまたは2級アミンのいずれであってもよいが、1級アミンが好ましい。これにより、無修飾ギ酸銅が脂肪族アミンに溶解し、一般式(1)で表されるギ酸銅錯体を簡便に得ることができる。また、アミン同士の立体障害を防止または低減することができるため、一般式(1)で表される安定なギ酸銅錯体を得ることができる。

#### 【0033】

このような脂肪族アミンとしては、前記アミン配位子で具体的に説明したものと同様のアミンが挙げられる。

反応に用いられる脂肪族アミンの量は、1当molの無修飾ギ酸銅に対して、2.2~20当molが好ましく、4~10当molがより好ましい。これにより、無修飾ギ酸銅との反応が確実に進行するため、一般式(1)で表されるギ酸銅錯体を確実に得ることができる。

#### 【0034】

このような無修飾ギ酸銅の脂肪族アミンへの溶解は、例えば、それらを混合することにより行われる。

具体的には、炭素数が4~11の脂肪族アミンの場合は、室温(20℃)で液体であるため、そのまま無修飾ギ酸銅と混合することで一般式(1)で表されるギ酸銅錯体を極めて簡便に得ることができる。

#### 【0035】

一方、炭素数12~20の脂肪族アミンの場合は、室温(20℃)で固体であるため、脂肪族アミンを加熱融解または加熱・加圧融解させて、無修飾ギ酸銅と混合することで一般式(1)で表されるギ酸銅錯体を簡便に得ることができる。

かかる脂肪族アミンを加熱する温度は、脂肪族アミンの種類によって異なるが、それぞ

10

20

30

40

50

れの脂肪族アミンの融点以上の温度に加熱すればよい。具体的には、30～80 が好ましく、40～60 がより好ましい。脂肪族アミンの加熱温度をこのような範囲に設定することで、脂肪族アミンが融解し、無修飾ギ酸銅を確実に溶解させることができる。

【0036】

また、脂肪族アミンと無修飾ギ酸銅を混合する時間は、0.5～2時間が好ましく、0.5～1時間がより好ましい。これにより、確実に無修飾ギ酸銅が脂肪族アミンに溶解し、一般式(1)で表されるギ酸銅錯体を確実に得ることができる。

なお、無修飾ギ酸銅と脂肪族アミンとの混合により得られた一般式(1)で表されるギ酸銅錯体を結晶化させるために、貧溶媒を反応液に加えてもよい。このような貧溶媒は、ドデカンやデカリンなどの炭化水素系溶媒が挙げられる。これにより、きれいな針状結晶を得ることができる。

10

【0037】

以上のような方法により、無修飾ギ酸銅が脂肪族アミンに溶解するので、簡便に収率よく一般式(1)で表されるギ酸銅錯体を得ることができる。

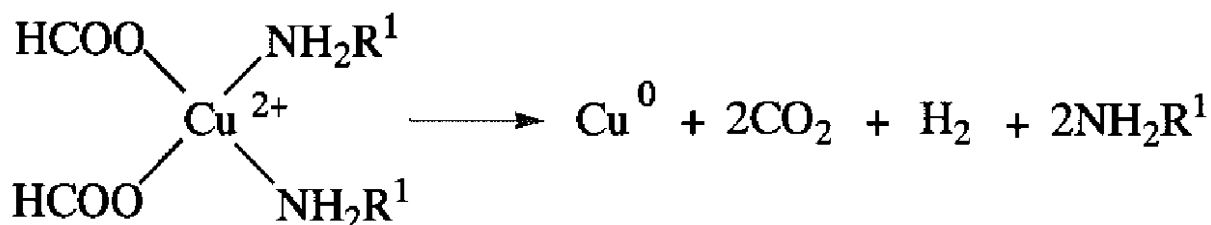
ところで、前述したように、銅粒子10は、このようにして得られた一般式(1)で表されるギ酸銅錯体を分解することにより得ることができる。

具体的には、下記式に示すように、一般式(1)で表されるギ酸銅錯体を有機溶媒に溶解したギ酸銅錯体溶液を、当該ギ酸銅錯体の2価の銅が0価の銅に還元されるとともに、ギ酸配位子が二酸化炭素に酸化されるように分解することにより行われる。これにより、一般式(1)で表されるギ酸銅錯体のアミン配位子が修飾剤として機能する銅粒子10を簡便に収率よく得ることができる。

20

【0038】

【化5】



30

【0039】

ここで、ギ酸銅錯体を溶解する有機溶媒は、ギ酸銅錯体を溶解することができれば特に限定されない。具体的には、前記アミン配位子で説明した脂肪族アミン、メタノール、エタノール、プロパノールまたはブタノールなどのアルコール系溶媒、プロピレンカーボネート、 $\gamma$ -ブチロラクトン、N-メチル-2-ピロリドン、ジメチルホルムアミド、ジメチルスルホキシド、シクロヘキサノンなどの極性溶媒などが挙げられる。これらのうち、脂肪族アミンが好ましい。これにより、一般式(1)で表されるギ酸銅錯体の配位子と溶媒が同種類のものとなるため、溶媒の脂肪族アミンが銅に結合することにより、銅粒子10に1種類の修飾剤を結合させることができる。また、溶媒の脂肪族アミン12が修飾剤として銅に結合するため、より効率的にかつより凝集しない銅粒子10を確実に得ることができる。

40

【0040】

なお、ギ酸銅の分解反応に用いられるギ酸銅錯体の使用量は、前記有機溶媒に溶解する量であれば特に限定されない。

また、一般式(1)で表されるギ酸銅錯体の分解は、当該ギ酸銅錯体の銅が0価に還元され、ギ酸配位子が二酸化炭素に酸化されれば特に限定されないが、当該ギ酸銅錯体の分解温度付近までまたは分解温度以上に加熱することが好ましい。これにより、確実に一般式(1)で表されるギ酸銅錯体の銅が0価に還元され、ギ酸配位子が二酸化炭素に酸化される。したがって、簡便に収率よく銅粒子10を得ることができる。

50

## 【0041】

一般式(1)で表されるギ酸銅錯体の加熱温度としては、70～250 であることが好ましく、70～200 であることがより好ましい。これにより、より確実に、一般式(1)で表されるギ酸銅錯体中の銅が0価に還元され、ギ酸配位子が二酸化炭素に酸化される。したがって、確実に収率のよい銅粒子10を得ることができる。

一般式(1)で表されるギ酸銅錯体の加熱時間は、当該ギ酸銅錯体の加熱温度によって異なる。例えば、一般式(1)で表されるギ酸銅錯体の加熱温度が高い場合には、当該ギ酸銅錯体の加熱時間は短く設定すればよい。また、一般式(1)で表されるギ酸銅錯体の加熱温度が低い場合には、当該ギ酸銅錯体の加熱時間は長く設定すればよい。具体的な時間としては、0.1～10時間が好ましく、0.5～4時間がより好ましい。これにより、確実に、一般式(1)で表されるギ酸銅錯体中の銅が0価に還元され、ギ酸配位子が二酸化炭素に酸化される。したがって、確実に収率よく銅粒子10を得ることができる。

10

## 【0042】

また、一般式(1)で表されるギ酸銅錯体を加熱する際の雰囲気は、例えば、アルゴンガス、窒素ガスなどの不活性ガス雰囲気であるのが好ましい。これにより、形成される核11(銅)が酸化するのを確実に防止することができる。その結果、例えば、銅粒子10を用いて後述するような配線基板を形成した場合、その配線基板の抵抗率が上昇するのを防止することができる。

## 【0043】

なお、一般式(1)で表されるギ酸銅錯体の分解は、上記加熱以外にも酸化剤や還元剤などを用いることにより、当該ギ酸銅錯体の銅を0価に還元し、ギ酸配位子を二酸化炭素に還元することで分解することもできる。

20

以上のように、本発明の銅粒子10の製造方法によれば、一般式(1)で表されるギ酸銅錯体を分解するのみで銅粒子10を収率よく製造することができるため、銅粒子10の生産効率を向上させることができる。

## 【0044】

また、本発明の銅粒子10の製造方法は、無修飾ギ酸銅と脂肪族アミンを反応させて一般式(1)で表されるギ酸銅錯体を製造する方法に引き続いて行うこともできる。

すなわち、本発明の銅粒子10の製造方法は、無修飾ギ酸銅を脂肪族アミンに溶解することにより、一般式(1)で表されるギ酸銅錯体を得る第1の工程と、当該ギ酸銅錯体の2価の銅が0価の銅に還元されるとともに、ギ酸配位子が二酸化炭素に酸化されるように当該ギ酸銅錯体を分解することにより銅粒子10を得る第2の工程とを有する方法であってもよい。これにより、安価な原料を用いて第1の工程と第2の工程とを連続して行っているため、低コストかつワンポットで収率よく銅粒子を得ることができる。

30

## 【0045】

かかる銅粒子10の製造方法は、第1の工程の反応液をそのまま第2の工程に使用してもよく、第1の工程で得られたギ酸銅錯体をいったん単離した後、有機溶媒に溶解し、第2の工程に使用してもよい。

第1の工程の反応液をそのまま第2の工程に使用することにより、同一系内で反応を行えるため、ワンポットで極めて簡便に収率よく銅粒子を得ることができる。

40

## 【0046】

また、第1工程で得られたギ酸銅錯体をいったん単離した後、有機溶媒に溶解し、第2工程に使用することにより、精製されているため、不純物の少ない銅粒子10を得ることができる。

なお、かかる有機溶媒は、前記ギ酸銅錯体の製造方法で説明したものと同様のものが挙げられる。

## 【0047】

このように、本発明の銅粒子10の製造方法は、ギ酸銅と脂肪族アミンという安価な原料を混合、溶解、加熱するのみで銅粒子10を得ることができるため、銅粒子10の生産効率をより向上させることができる。

50

以上のような製造方法により得られた銅粒子10は、例えば、インクに含有させて半導体系のデバイス分野で応用される。具体的には、TFT (transistor)、LCD (liquid crystal display) 及びAMP (alpha-1-microglobulin/bikunin precursor) が挙げられる。有機系のPCB (Polychlorinated Biphenyl) には、金属インクの応用がある。また、配線や電極等の導電性パターンの形成、抗菌剤、消臭剤等の各種の用途に応用される。

#### 【0048】

< 配線基板の製造方法 >

次に、本発明の配線基板の製造方法について、図を参照に説明する。

図2は、本発明の配線基板の製造方法の製造工程を説明する図、図3は、本発明の配線基板の製造方法に用いられる配線形成装置の概略斜視図である。なお、以下の説明では、図2および図3中の上側を「上」、下側を「下」という。 10

まず、図1 (S1) に示すように、配線を形成すべき基板101を用意する。

このような基板101としては、シリコン、石英ガラス、ガラス、プラスチックフィルム、金属などの各種基板を用いることができる。また、基板表面に半導体膜、金属膜、誘電体膜、有機膜などが下地層として形成されていてもよい。

#### 【0049】

(液体材料形成工程)

本実施形態では、銅粒子10を分散媒に分散させた分散液である液体材料21を用いる。 20

銅粒子10を分散させるために、銅粒子10表面に有機物などをコーティングして使うこともできる。また、基板101に塗布するにあたり、分散媒への分散しやすさとインクジェット法の適用の観点から、銅粒子10の粒径は1~20nmであることが好ましい。

#### 【0050】

次に、上記の銅粒子10を分散媒に分散させた液体材料21を調製する。ここで使用する分散媒は室温での蒸気圧が0.001~200mmHgであるものが好ましい。蒸気圧が200mmHgより高い場合には、塗布膜を形成するときに分散媒が先に蒸発してしまい、良好な塗布膜を形成することが困難となるためである。一方、室温での蒸気圧が0.001mmHgより低い分散媒の場合、乾燥が遅くなり塗布膜中に分散媒の成分が残留しやすくなり、後工程の熱および/または光処理後に良質の導電膜が得られにくい。また、液体材料21の塗布を後述のインクジェット装置によって行う場合には、分散媒の蒸気圧は0.001~50mmHgであることが好ましい。蒸気圧が50mmHgより高い場合には、インクジェット装置から液滴を吐出する際に乾燥によるノズル詰まりが起こり易く、安定な吐出が困難となるためである。一方、蒸気圧が0.001mmHgより低い場合には吐出したインクの乾燥が遅くなり導電膜中に分散媒の成分が残留し易くなり、後工程の熱処理後にも良質の導電膜が得られ難い。 30

#### 【0051】

使用する分散媒としては、上記の銅粒子10を分散できるもので、凝集を起こさないものであれば特に限定されないが、前述した有機溶媒の他、水、n-ヘプタン、n-オクタン、デカン、トルエン、キシレン、シメン、デュレン、インデン、ジペンテン、テトラヒドロナフタレン、デカヒドロナフタレン、シクロヘキシルベンゼン、デカリンなどの炭化水素系溶媒、エチレングリコールジメチルエーテル、エチレングリコールジエチルエーテル、エチレングリコールメチルエチルエーテル、ジエチレングリコールジメチルエーテル、ジエチレングリコールジエチルエーテル、ジエチレングリコールメチルエチルエーテル、1,2-ジメトキシエタン、ビス(2-メトキシエチル)エーテル、p-ジオキサンなどのエーテル系溶媒などを挙げることができる。これらのうち、銅粒子10の分散性と分散液の安定性、またインクジェット法への適用のし易さの点で、水、アルコール類、炭化水素系溶媒、エーテル系溶媒が好ましく、更に好ましい分散媒としては水、炭化水素系溶媒を挙げることができる。これらの分散媒は、単独でも、あるいは2種以上の混合物としても使用できる。 40

## 【0052】

上記銅粒子10を分散媒に分散する場合の分散質(銅粒子10)の分散密度は、液体材料21を基板101に塗布する方法によって適宜選択される。当該分散質の分散密度は、特に限定されないが、1~80重量%であることが好ましい。これにより、所望の機能性膜22の膜厚に応じて調整することができる。

特に、後述するインクジェット法の場合は、インクの流動性と速乾性が要求されるため、分散質の分散密度は10~80重量%が好ましく、30~70重量%がより好ましい。分散質の分散密度が前記上限値を超えると銅粒子10が凝集し易く、また、液体材料21の流動性が低下する。一方、分散質の分散密度が前記下限値よりも低い場合には、速乾性が低下する。

10

## 【0053】

上記銅粒子10が分散した液体材料21は、目的の機能を損なわない範囲で必要に応じてフッ素系、シリコン系、ノニオン系などの表面張力調節剤を微量添加することができる。ノニオン系表面張力調節剤は、液体材料21の塗布対象物への濡れ性を良好化し、塗布した膜のレベリング性を改良し、塗膜のぶつぶつの発生、ゆず肌の発生などの防止に役立つものである。

かくして調製した銅粒子10が分散した液体材料21の粘度は1~50mPa・sであることが好ましい。これにより、所望の機能性膜22を得ることができる。

## 【0054】

特に、後述するインクジェット法の場合は、インクの流動性と速乾性が要求されるため、液体材料21の粘度は2~40mPa・sが好ましく、5~20mPa・sがより好ましい。液体材料21の粘度が前記上限値を超えると銅粒子10が凝集し易く、液体材料21の流動性が低下する。また、ノズル孔での目詰まり頻度が高くなり円滑な液滴の吐出が困難となる。一方、液体材料21の粘度が前記下限値よりも低い場合には、速乾性が低下する。また、ノズル周辺部がインクの流出により汚染されやすい。

20

## 【0055】

さらに、かくして調製した銅粒子10が分散された液体材料21の表面張力は20~70dyn/cmの範囲に入ることが好ましい。後述のインクジェット装置にて液体材料21を塗布する場合、表面張力が20dyn/cm未満であると、インク組成物のノズル面に対する濡れ性が増大するため飛行曲りが生じ易くなり、70dyn/cmを超えるとノズル先端でのメニスカスの形状が安定しないためインク組成物の吐出量、吐出タイミングの制御が困難になるためである。

30

## 【0056】

(塗布工程)

次に、図1(S2)に示すように、本発明の銅粒子10を含有する液体材料21を基板101上に好ましくはインクジェット方式で塗布する。これにより、他の塗布方法に必要なマスクの形成工程、マスクの除去工程を有することなく、一度にパターン形成をすることができる。また、複雑な形状、微細な形状のパターンを容易に形成することができる。

## 【0057】

ただし、本発明における塗布方法は、かかるインクジェット方式に限られず、例えば、スピコート法、キャスト法、マイクログラビアコート法、グラビアコート法、バーコート法、ロールコート法、ワイヤーバーコート法、ディップコート法、スプレーコート法、スクリーン印刷法、フレキソ印刷法、オフセット印刷法等の各種塗布方法を用いることもできる。

40

## 【0058】

基板101上に付与されるインク滴の間隔は、吐出周波数及びインクジェットヘッド及び基板101の相対速度を制御することによって制御する。特に、同一配線内で互いに隣り合うインク滴が、基板101上に付与された際の液体材料21の直径の1~10%の重なりを生じるように付与されることが好ましい。すなわち、インク滴の間隔は、基板101上に付与された際の液体材料21の直径の90~99%の長さであることが好ましい。

50

これよりインク滴の間隔が狭く重なりが大きいとバルジが発生し、良好なラインが形成できない。一方これよりインク滴の間隔が広く重なりが小さいと、吐出位置精度誤差により液体材料 2 1 の重なりが生じなくなり、切れた配線 2 2 が形成されてしまう可能性がある。なお、配線 2 2 を形成する装置 1 0 0 は、後述する。

このように、銅粒子 1 0 を含んだ液体材料 2 1 を用いることにより、均一で優れた特性を有する配線 2 2 を塗布することができる。

#### 【 0 0 5 9 】

##### ( 熱処理工程 )

図 1 ( S 3 ) に示すように、銅粒子 1 0 が分散された液体材料 2 1 が所定パターンに塗布された基板 1 0 1 は、分散媒を除去し、銅粒子 1 0 間の電氣的接触をよくするために、熱処理に供される。熱処理は通常大気中で行なわれるが、必要に応じて、窒素、アルゴン、ヘリウムなどの不活性ガス雰囲気中に行なうこともできる。上記の熱処理の処理温度は分散媒の沸点 ( 蒸気圧 ) 、圧力および銅粒子 1 0 の熱的挙動により適宜定めればよく、特に限定されるものではないが室温 ~ 3 0 0 以下で行なうことが好ましい。プラスチックなどの基板 1 0 1 を使用する場合には、室温 ~ 1 0 0 で行なうことが好ましい。

また、熱処理は 2 回以上行ってもよい。その場合、例えば、1 回目は分散媒を除去できる低温で行い ( 乾燥 ) 、2 回目は高温で行う ( 焼成 ) 。低温で熱処理を行うことにより、分散媒を除去することができる。そして引き続き、高温で熱処理を行うことにより、銅粒子 1 0 が熱成され電氣的接触に優れた配線基板を得ることができる。

#### 【 0 0 6 0 】

熱処理を行う時間 ( 複数回行う場合は合計時間 ) は、特に限定されるものではないが、5 分 ~ 5 時間であることが好ましい。これにより、分散媒が除去され、電氣的接触に優れた配線基板を得ることができる。

熱処理は通常のホットプレート、電気炉などによる処理の他、ランプアニールによって行なうこともできる。ランプアニールに使用する光の光源としては、特に限定されないが、赤外線ランプ、キセノンランプ、YAG レーザー、アルゴンレーザー、炭酸ガスレーザー、XeF、XeCl、XeBr、KrF、KrCl、ArF、ArCl などのエキシマレーザーなどを光源として使用することができる。これらの光源は一般には、出力 1 0 ~ 5 0 0 0 W の範囲のものが用いられるが、本実施形態では 1 0 0 ~ 1 0 0 0 W の範囲で十分である。

#### 【 0 0 6 1 】

以上の工程により機能性膜 ( 配線 ) 2 2 が形成される。

なお、1 回の塗布工程、熱処理工程で所望の膜厚が得られない場合には、塗布工程、熱処理工程を複数回行って、膜を積層してもよい。例えば、液体材料 2 1 の基板 1 0 1 への塗布、熱処理 ( 乾燥 ) 、塗布、熱処理 ( 焼成 ) の順で配線基板を製造することもできる。これにより、所望の厚さの配線基板を得ることができる。

#### 【 0 0 6 2 】

配線 2 2 の膜厚は、0 . 1 ~ 1 0  $\mu\text{m}$  が好ましく、1 ~ 5  $\mu\text{m}$  がより好ましい。膜厚が前記上限値より厚いと配線基板の製造が煩雑で、配線 2 2 の均一性が低下する。一方、膜厚が前記下限値より薄いと抵抗値が増大する傾向を示す。

このように、熱処理をすることにより、細線、厚膜の配線基板を、バルジを発生させることなく形成することができる。

#### 【 0 0 6 3 】

##### ( 配線形成装置 )

次に、前記塗布工程において用いられる配線形成装置について説明する。

図 2 は、本発明の配線基板の製造方法に用いられる配線形成装置の概略斜視図である。配線形成装置 1 0 0 は、インクジェット式の液体塗布装置を備えており、インクジェットヘッド群 1、X 方向駆動軸 4、Y 方向ガイド軸 5、制御装置 6、載置台 7、クリーニング機構部 8、基台 9 およびヒータ 1 5 を備えている。

#### 【 0 0 6 4 】

インクジェットヘッド群 1 は、所定の液体をノズル（吐出口）から吐出して所定間隔で基板 101 に付与するインクジェット塗布手段としてのヘッドを備えている。

載置台 7 は、この塗布装置によって液体材料 21 を付与される基板 101 を載置させるもので、この基板 101 を基準位置に固定する機構を備える。

X 方向駆動軸 4 には、X 方向駆動モータ 2 が接続されている。X 方向駆動モータ 2 は、ステッピングモータ等であり、制御装置 6 から X 軸方向の駆動信号が供給されると、X 方向駆動軸 4 を回転させる。X 方向駆動軸 4 が回転させられると、インクジェットヘッド群 1 が X 軸方向に移動する。

#### 【0065】

Y 方向ガイド軸 5 は、基台 9 に対して動かないように固定されている。載置台 7 は、Y 方向駆動モータ 3 を備えている。Y 方向駆動モータ 3 は、ステッピングモータ等であり、制御装置 6 から Y 軸方向の駆動信号が供給されると、載置台 7 を Y 軸方向に移動させる。

制御装置 6 は、インクジェットヘッド群 1 の各ヘッドに液滴の吐出制御用の電圧を供給する。また、X 方向駆動モータ 2 にインクジェットヘッド群 1 の X 軸方向の移動を制御する駆動パルス信号を、Y 方向駆動モータ 3 に載置台 7 の Y 軸方向の移動を制御する駆動パルス信号を供給する。

#### 【0066】

クリーニング機構部 8 は、インクジェットヘッド群 1 をクリーニングする機構を備えている。クリーニング機構部 8 には、図示しない Y 方向の駆動モータが備えられる。この Y 方向の駆動モータの駆動により、クリーニング機構部 8 は、Y 方向ガイド軸 5 に沿って移動する。クリーニング機構部 8 の移動も、制御装置 6 によって制御される。

ヒータ 15 は、ここではランプアニールにより基板 101 を熱処理する手段であり、基板 101 上に塗布された液体材料 21 の蒸発・乾燥を行うとともに機能性材料の膜に変換させる。このヒータの電源の投入及び遮断も制御装置 6 によって制御される。

本実施形態の膜パターン形成装置 100 によれば、細線、厚膜の膜パターンを、バルジを発生させることなく形成することができる。

#### 【0067】

##### < 配線基板 >

以上のような方法により製造した配線基板について説明する。

図 4 は、液晶装置の第 1 基板上の信号電極等（配線基板）の平面レイアウトを示すものである。かかる液晶装置は、この第 1 基板と、走査電極等が設けられた第 2 基板（図示せず）と、第 1 基板と第 2 基板との間に封入された液晶（図示せず）とから概略構成されている。

#### 【0068】

図 4 に示すように、第 1 基板 300 上の画素領域 303 には、複数の信号電極 310 が多重マトリクス状に設けられている。特に各信号電極 310 は、各画素に対応して設けられた複数の画素電極部分 310a とこれらを多重マトリクス状に接続する信号配線部分 310b とから構成されており、Y 方向に伸延している。

また、符号 350 は 1 チップ構造の液晶駆動回路で、この液晶駆動回路 350 と信号配線部分 310b の一端側（図中下側）とが第 1 引き回し配線 331 を介して接続されている。

#### 【0069】

また、符号 340 は上下導通端子で、この上下導通端子 340 と、図示しない第 2 基板上に設けられた端子とが上下導通材 341 によって接続されている。また、上下導通端子 340 と液晶駆動回路 350 とが第 2 引き回し配線 332 を介して接続されている。

本実施形態では、上記第 1 基板 300 上に設けられた信号配線部分 310b、第 1 引き回し配線 331、第 2 引き回し配線 332 が、各々上記配線形成装置 100 を用いて、上記配線基板の製造方法によって形成されている。本液晶装置によれば、上記各配線類の断線や短絡等の不良が生じにくく、しかも、小型化、薄型化が可能な液晶装置とすることができる。

## 【0070】

以上、本発明の銅粒子の製造方法、ギ酸銅錯体、配線基板の製造方法を好適実施形態に基づいて説明したが、本発明は、これらに限定されるものではない。

例えば、本発明の銅粒子の製造方法では、任意の目的の工程が1または2以上追加されてもよい。

また、本発明の配線基板の製造方法では、任意の目的の工程が1または2以上追加されてもよい。

## 【実施例】

## 【0071】

次に、本発明の具体的実施例について説明する。

10

## I. 銅粒子の製造

## (実施例1)

## &lt;1&gt; ギ酸銅錯体の製造

ギ酸銅・四水和物とギ酸銅・二水和物との混合物(50g)を、55の真空恒温槽に入れ、重量変化がなくなるまで乾燥した。これにより、無水ギ酸銅を得た。一方、ドデシルアミン(20g)をサンプル瓶に入れ、50の恒温槽で溶かした。

## 【0072】

次に、得られた無水ギ酸銅(50mg)を、溶解したドデシルアミンに添加し、サンプル瓶に蓋して、50の恒温槽に入れた。約2時間を後、透明な青色の溶液ができた。

次に、アセトニトリル(30g)を添加して、結晶性の固体物を析出させた。再び蓋をして、再度50の恒温槽にサンプル瓶を入れた。約1時間後、再び青色の透明溶液ができた。サンプル瓶を恒温槽から取り出して、常温(20)までの自然冷却を行った結果、針状結晶が得られた。この針状結晶を濾過で採取し、アセトニトリルで洗浄した後、真空乾燥を行った。これにより、ギ酸銅・ドデシルアミンの錯体を収率94%で得た。

20

## &lt;2&gt; 銅粒子の製造

<1>で得られたギ酸銅・ドデシルアミン錯体を、ドデシルアミンに溶かし、120に加熱した。これにより、収率95%で銅粒子を得た。

## 【0073】

## (実施例2)

実施例1において、ドデシルアミンをヘキシルアミンに替えた以外は実施例1と同様に行い、収率89%で銅粒子を得た。なお、ヘキシルアミンは、室温(20)で液体であるため、50の恒温槽には入れず、そのまま使用した。

30

## (実施例3)

実施例1において、ドデシルアミンをオクチルアミンに替えた以外は実施例1と同様に行い、収率91%で銅粒子を得た。なお、オクチルアミンは、室温(20)で液体であるため、50の恒温槽には入れず、そのまま使用した。

## 【0074】

## (実施例4)

実施例1において、ドデシルアミンをデシルアミンに替えた以外は実施例1と同様に行い、収率90%で銅粒子を得た。なお、デシルアミンは、室温(20)で液体であるため、50の恒温槽には入れず、そのまま使用した。

40

## (実施例5)

実施例1において、ドデシルアミンをヘキサデシルアミンに替えた以外は実施例1と同様に行い、収率91%で銅粒子を得た。

## 【0075】

## (比較例1)

ギ酸銅・四水和物とギ酸銅・二水和物との混合物(50g)を、55の真空恒温槽に入れ、重量変化がなくなるまで乾燥した。これにより、無水ギ酸銅を得た。

得られた無水ギ酸銅(50mg)をヘテロ芳香族化合物である2、6ジメチルピリジンに添加し、サンプル瓶に蓋して、50の恒温槽に入れた。しかし、無水ギ酸銅は、2、

50



6 ジメチルピリジンに溶解せず、銅粒子は得られなかった。

【0076】

II. 銅粒子の評価

実施例1で得られたギ酸銅・ドデシルアミン錯体をアルミナ製パンにロードし、熱分析装置(TAインスツルメンツ社製Q500型)を用いて分析を行った。

なお、熱分析(TGA)の測定条件は、窒素流量40ml/min、昇温条件20/minである。

熱分析の結果を図5に示す。図5に示すように、ギ酸銅・ドデシルアミンの錯体は、約120でその重量が急激に減少し、370付近までで90.8%(計算値87.9%)の重量が減少した。また、約138~160で2つのピークが得られた。

10

【0077】

以上のことから、ギ酸銅・ドデシルアミン錯体の加熱により、ギ酸銅・ドデシルアミン錯体のギ酸配位子が二酸化炭素に酸化され、銅が0価に還元され、銅粒子が製造されたことが確認された。

また、透過型電子顕微鏡(JEOL社製JEM 2000EX)を用いて、実施例1で得られた銅粒子の平均粒径を測定した。その結果、平均粒径は8nmであった。

なお、実施例2~実施例5の銅粒子も同様に行い、同様の平均粒径で銅粒子が製造されたことを確認した。

【0078】

III. 配線基板の製造

20

(実施例6)

前記実施例1で製造された銅粒子を、デカリンに60wt%となるように分散させた。これに、さらにドデシルベンゼンを添加することにより、インクジェット用のインク(液体材料)を調製した。なお、調製されたインクの粘度は、12mPa・sであった。そして、アルゴンガスの雰囲気下でのグローブボックス中、インクジェット装置を用いて、このインクをガラス基板上に、ライン状のパターンで吐出した後、100で加熱乾燥することにより成膜した。さらに、この膜上に同様に膜を形成する(積層)操作を繰り返して行い、膜厚を1.2μmとした。次に、アルゴンガスの雰囲気下でのグローブボックス中、得られた膜を300で30分間焼成を行うことにより、核同士を焼結させた。

以上の工程により、基板に線幅:50μm×厚さ:1μmの配線を形成した。

30

【0079】

(実施例7)

実施例6において、実施例2で得られた銅粒子を用いた以外は、実施例6と同様に行い、配線基板を得た。

(実施例8)

実施例6において、実施例3で得られた銅粒子を用いた以外は、実施例6と同様に行い、配線基板を得た。

【0080】

(実施例9)

実施例6において、実施例4で得られた銅粒子を用いた以外は、実施例6と同様に行い、配線基板を得た。

40

(実施例10)

実施例6において、実施例5で得られた銅粒子を用いた以外は、実施例6と同様に行い、配線基板を得た。

【0081】

IV. 配線基板の評価

実施例6~10で得られた配線基板を検品したところ、クラックやピンホールのような欠損(欠陥)、断線や短絡等のない、良好な品質の配線が得られた。また、配線の寸法精度も高かった。

【図面の簡単な説明】

50

【0082】

【図1】本発明の銅粒子を示す模式図である。

【図2】本発明の配線基板の製造方法を説明するための図である。

【図3】本発明の配線基板の製造方法に用いられる配線形成装置の概略斜視図である。

【図4】本発明の配線基板の製造方法により製造された配線基板を示す平面図である。

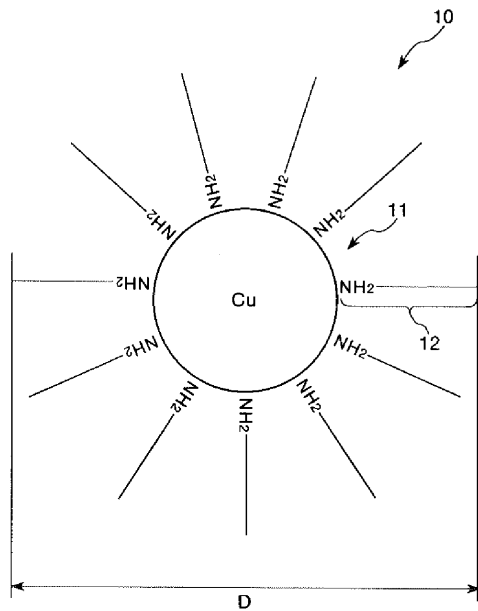
【図5】実施例1で得られた銅粒子の熱分析結果を示す図である。図左縦軸はギ酸銅錯体の重量(%)、図右縦軸は銅粒子の重量(% / )、横軸は温度( )を示す。

【符号の説明】

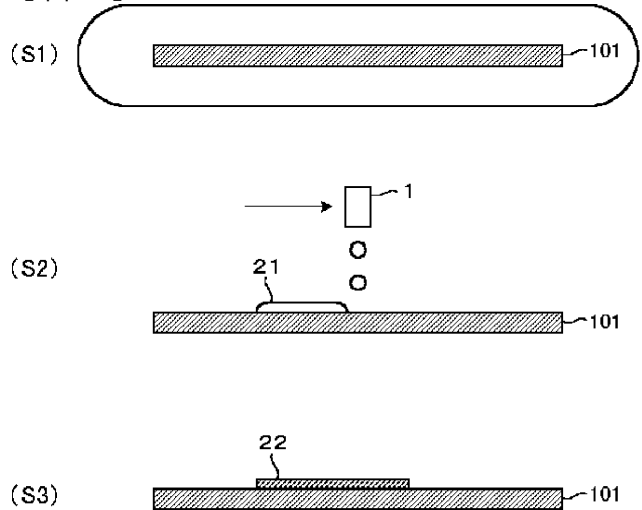
【0083】

- |      |             |      |          |     |          |     |          |     |           |     |       |     |        |     |      |    |        |
|------|-------------|------|----------|-----|----------|-----|----------|-----|-----------|-----|-------|-----|--------|-----|------|----|--------|
| 1    | インクジェットヘッド群 | 2    | X方向駆動モータ | 3   | Y方向駆動モータ | 10  |          |     |           |     |       |     |        |     |      |    |        |
| 4    | X方向駆動軸      | 5    | Y方向ガイド軸  | 6   | 制御装置     | 7   | 載置台      | 8   | クリーニング機構部 | 9   | 基台    | 10  | 銅粒子    | 11  | 核    | 12 | 脂肪族アミン |
| 15   | ヒータ         | 21   | 液体材料     | 22  | 機能性膜(配線) | 100 | 配線形成装置   | 101 | 基板        | 300 | 第1基板  | 303 | 画素領域   | 310 | 信号電極 |    |        |
| 310a | 画素電極部分      | 310b | 信号配線部分   | 331 | 第1引き回し配線 | 332 | 第2引き回し配線 | 340 | 上下導通端子    | 341 | 上下導通材 | 350 | 液晶駆動回路 | D   | 平均粒径 |    |        |

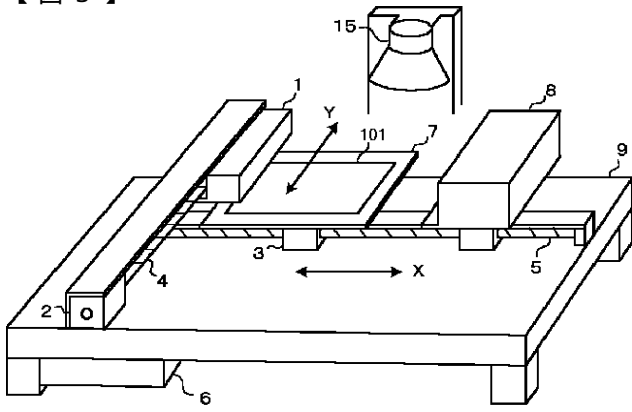
【図1】



【図2】

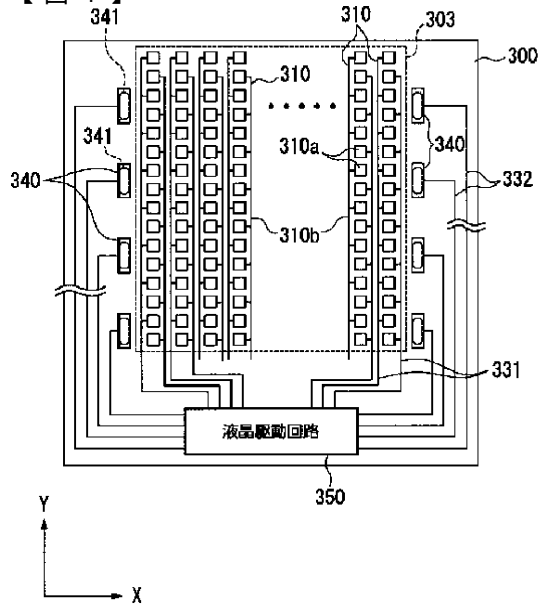


【 図 3 】

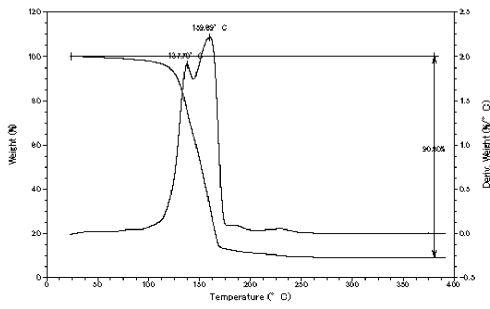


100: 膜パターン形成装置

【 図 4 】



【 図 5 】



## フロントページの続き

(51) Int.Cl.		F I		テーマコード(参考)
<b>H 0 1 L</b>	<b>21/3205</b>	<b>(2006.01)</b>	H 0 1 L 21/88	B
<b>C 0 7 C</b>	<b>53/02</b>	<b>(2006.01)</b>	C 0 7 C 53/02	
C 0 7 F	1/08	(2006.01)	C 0 7 F 1/08	C

Fターム(参考) 4M104 AA01 AA10 BB04 DD51 DD79 DD80 DD81  
5F033 GG04 HH11 PP26 QQ00 QQ73 QQ82 QQ83 QQ84 WW03