

# 室温焼結性銀ナノ粒子を用いた焼結メカニズムの解析

機器分析技術室

関根智仁

## 【はじめに】

近年、電子デバイスの作製プロセスを大気化で塗布によって行う、印刷プロセスが注目を浴びている。(Fig.1) この印刷プロセスは装置の簡便化による低コスト化や、大気中にてプロセスを行うため工程の低温化が期待されている<sup>1)</sup>。この印刷法材料の中に金属ナノ粒子がある。金属ナノ粒子をインク化した金属ナノ粒子は塗布により電極形成できるため、電子デバイスの印刷製造プロセスに必要な不可欠なキーマテリアルとなっている。低温プロセスに対応するための焼結温度の低温化や、微細配線を目的とした印刷成膜法に関する研究開発もまた、活発に進められている。これに対応するため、これまでの研究でシュウ酸アルキルアミン錯体の自己熱分解法を用いた合成法により、室温焼結性と室温安定性を両立した銀ナノ粒子の合成が確立されている<sup>2)</sup>。この方法により作製された銀ナノ粒子は、室温放置した状態でも数 $\Omega/\square$ 程度まで低抵抗化し、100°C程度の加熱でバルク銀の抵抗値とほぼ同等の性能を実現できることが分かっている。しかしながら、その焼結メカニズムは不明な点が多く、焼成温度をより低温化するためにも、焼結メカニズムの解明が必要不可欠となっている。本報告は、この室温焼結型銀ナノ粒子の塗布薄膜の構造解析などを行い、焼結メカニズムの解析と焼成条件の最適化について検討を行ったものである。

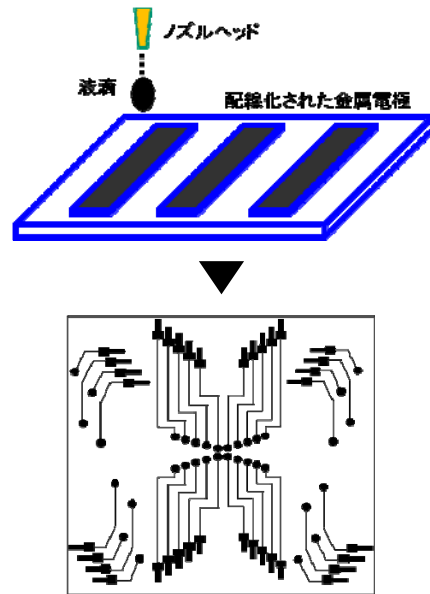


Fig.1 印刷プロセス(インクジェット法)による微細配線の作製イメージ

## 【銀ナノ粒子について】

金属ナノ粒子は、粒径が10nm以下でありバルクにはない性能を示すため、これまで研究が活発になされてきた。近年では、これを配線材料として用いる技術に注目が集まっており、特に銀のナノ粒子をインク化した銀ナノ粒子インクが電子デバイスに用いる配線材料としてひとときわ脚光を浴びている。特に銀が用いられる理由として銀自体が①比較的容易にナノ粒子化できる、②粒子径の制御が簡便、③実用レベルで良好な導電性をもつ、と言ったメリ

ットをもつためである。金属ナノ粒子の作製は大きく物理法と化学法に分類され、特に電極材料としての使用を見越した導電インク作製には化学法中における湿式法が用いられることが多い。(Fig.2) この方法は粒子径等の制御がより簡便で、大量合成が可能である。今回の報告で用いている銀ナノ粒子インク作製法も大きい区別ではこれに該当する。金属ナノ粒子は、その微小な表面積からバルクに比べ融点が低下する。しかし、微粒子化した際に粒子同士の焼結が進み過粒子成長する場合がある。これを防ぐために金属ナノ粒子に保護基を付与し、かつインク中での金属ナノ粒子の独立分散を促す事が多い。これにより配線化した後にナノ粒子同士が任意の膜厚、線幅に焼結させることが可能である。その他種々の作製法や技術については参考文献を参照されたい<sup>3)</sup>。

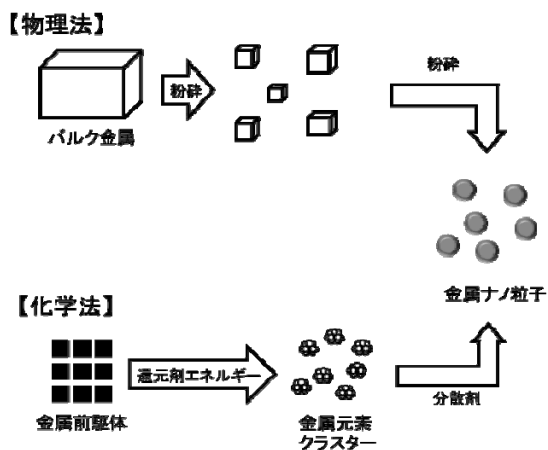


Fig.2 金属ナノ粒子作製方法

### 【実験】

銀ナノ粒子濃度が 50wt%となるように作製した銀ナノ粒子インクをスピコート成膜機(MIKASA : Opticoat MS-A100)にてガラス基板上(20\*25)にスピコート

成膜した。また、成膜時の条件として、スピコート成膜時の回転数、銀ナノ粒子インク濃度の条件を変更した。成膜後の焼成は、室温中のみでの放置、ホットプレート上で 100°C/1h ベークで行った。銀ナノ粒子薄膜観察には SEM(JEOL : JSM-7600FA)を用いた。

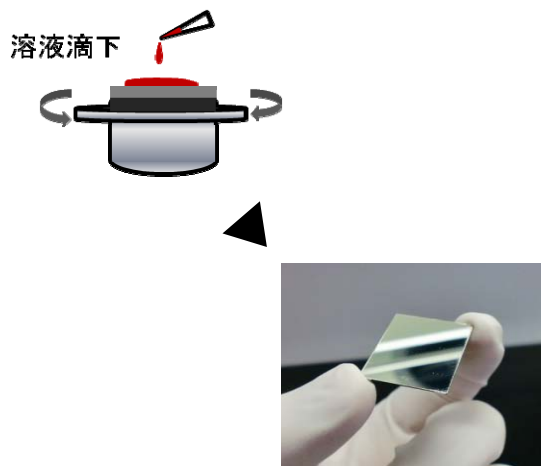


Fig.3 スピコート成膜法による薄膜サンプルの作製

### 【結果、考察】

Fig.4 に、濃度 50wt%の銀ナノ粒子インクを用い、スピコート法で成膜後、100°C/1h の焼成を行った薄膜電極の膜厚とシート抵抗値の関係を示した。膜厚に対して抵抗率が殆ど変化していないことから、成膜した銀ナノ粒子薄膜の抵抗率は膜厚に依存せず、膜質に変化が生じていないと思われる。また、Fig.5 に 100°C/1h で焼成した膜厚約 500nm の塗布膜の SEM 写真を示す。SEM 像からも分かるように、大きな銀粒子の成長とそれらの結合が良好に拡がっているのが分かる。この結果から成膜したのちの銀ナノ粒子同士が焼結し物理的に接触することで導電性が発現したと考えられる。また、ベークを行い抵抗値が減少したのは、より高温をかけることで保護基がとれ、銀粒子同士が更に焼成したか

らと考えられる。

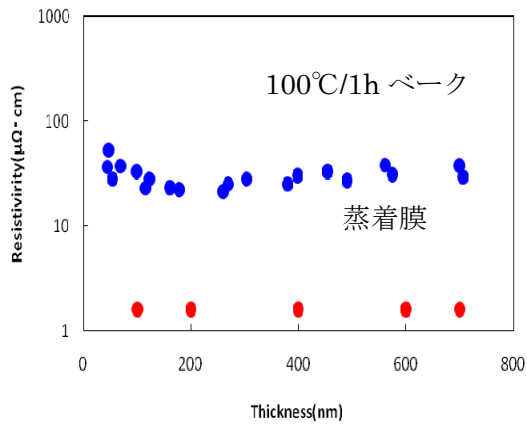


Fig.4 銀ナノ粒子インク各濃度における膜厚とシート抵抗値の関係

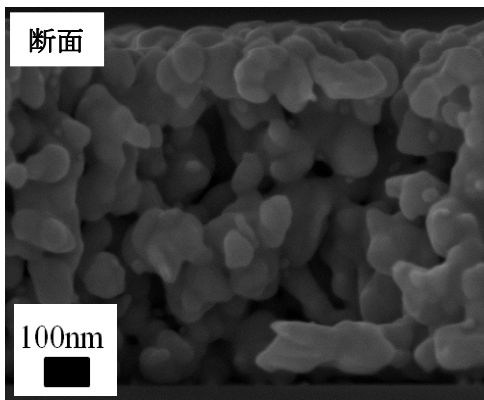
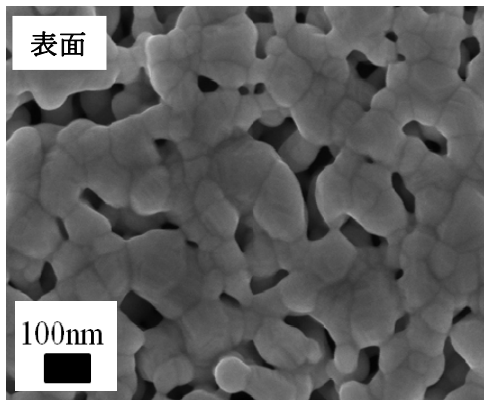


Fig.5 成膜した銀ナノ粒子薄膜の SEM 画像

### 【今後】

今回、室温焼結による銀ナノ粒子インクの焼結メカニズムについて触れた。研究の方向性として、用いている銀ナノ粒子インクを印刷プロセスに対応させることが今後の課題である。具体的には、微小配線化した際の特性評価をしていく。特に成膜後の下地基板との密着性、インクの濡れ性、また、インクに用いている分散用溶媒の改善を行う必要がある。

### 【参考文献】

- 1)Chien-Liang Lee, et al, Colloids and Surfaces, 381, 85-91, (2011)
- 2) M. Itoh, et al., J. Nanoscience and Nanotechnology, 9, 6655, 2009
- 3)米沢徹, 金属ナノ粒子ペーストのインクジェット微小配線, CMC 出版, 7-19, 2006