

## 100 の壁を越える低温焼結性銀超微粒子の高効率・簡便製造と基材適合性

研究代表者

栗原正人 山形大学理学部



### 1. 研究の背景と達成目標

次世代の産業を支える基盤技術として「プリントドエレクトロニクス(PE)」に対する期待が高まっている。グリーン・イノベーションの一端なす有機エレクトロニクスやフレキシブルエレクトロニクス製品開発においても、従来の乾式法中心からPE(オール湿式塗布)への技術革新が課題となっており、その熾烈な世界開発競争の中、その基盤電極材料として実用化を急いでいるのが銀超微粒子とその分散インク/ペーストである。本研究では、「多用途に適合する銀超微粒子の提供・特性調整の迅速対応」を実現できる汎用性の高い高純度銀超微粒子の製造技術の獲得を目指した。また、地理的利点を生かした産業基盤の充実の観点から、山形県内あるいは東北圏の関連企業・関連研究機関を介した共同研究の枠組みを構築することで地域貢献を目指した。具体的には、室温焼結性銀超微粒子独立分散インクの製造法の確立、銀超微粒子の焼結メカニズムの解明、銀超微粒子の基材適合性の検証、シリカコート銀超微粒子の合成、耐エレクトロマイグレーション用新素材の探索、を達成目標に掲げて研究を進めた。

### 2. 主な研究成果と社会、学術へのインパクト

本助成の趣旨である「産業基盤の創生」を銀超(ナノ)微粒子で実現する取り組みを一層強化して進めた。

- ・一次粒子径が20 nm以下の球状粒子、インク状(独立分散)で一カ月以上室温保存可能な銀超微粒子の作製に成功した。インクジェット印刷に適合するインクの作製に成功した。
- ・室温~100℃以下の熱処理の併用で $10\mu\Omega\text{cm}$ 以下の体積抵抗率を示す導電性膜の作製に成功した。
- ・開発した低温焼結性銀超微粒子を多様な基材に塗布し作製した焼結導電性膜は、従来の銀超微粒子には見られない自発融合による緻密粒子膜であることを明らかにした。

上記のように、山形大学の出願特許技術である銀超微粒子の製造技術とその性能を更に進化させることに成功し、その「低炭素化・高収率・安価・簡便・大量合成できる汎用性の高い革新的製造技術の提供」が可能になった。2012年4月より、国内企業18社が参画する産学連携システム「ナノメタルスクール」が発足、プリントドエレクトロニクスによる「産業基盤の創生」とその開発を加速させるための拠点形成が実現した。

### 3. 研究成果

ナノ微粒子を始めとする先端材料技術において、我が国はまだ高い地位を保っている。一方で、家電など我が国の基幹産業がアジア周辺諸国との世界競争で危機的状況になっている。そうした背景から、世界競争が益々熾烈になってきたPE向け材料・技術革新においてその確固たる地位を築くことを目指し、本助成研究では、当初想定していた計画を適宜修正・加速させ、本助成の趣旨である「産業基盤の創生」を銀超微粒子で実現する取り組みを一層強化して進めた。

アルキルアミン保護銀超微粒子は、その表面保護分子の低温除去・不活性化が容易である利点からPE向け塗布型電極材料としての期待が大きい。こうした機能性ナノ微粒子は、先端材料としてその可能性が認知されてきたものの、産業化段階において大量製造の課題が顕在化してきた。ここでは、シュウ酸架橋銀アルキルアミン錯体(シュウ酸銀とアルキルアミンの反応で生成)が、その熱分解により、ほぼ収率100%でアルキルアミン保護銀

超微粒子に変換できる技術 = 銀超微粒子の「低炭素化・高収率・安価・簡便・大量合成できる汎用性の高い革新的製造技術」産業化適合技術の確立に向けて研究を推進した。

作製した銀超微粒子は、室温～100℃と極めて低温で焼結(導体化)が可能である。この低温化技術が従来の材料を差別化できる第二世代銀超微粒子としてのキーテクノロジーであり、その導体化メカニズムとして、膜全体で粒子が自発的融合により緻密粒子膜へと変化することで、多様な基材への固着化する。また、この緻密粒子膜には、亀裂やポイドが殆ど生じないことから、高い導電性・平滑性・光反射率・フレキシブル性を兼ね備えたPE向け塗布型電極材料の開発が可能になった(図1)。

社会への技術貢献として、(旧国立)大学から生まれた出願特許技術を中心に、これを国内産業界に広く活用頂ける新しい仕組み作りが可能となった。本成果技術の優位性とその可能性について広く説明・呼びかけた結果、2012年4月より、国内企業18社が参画するこれまでの国の研究所や大学では例をみない新しい産学連携システム「ナノメタルスクール」をスタートさせることができた(図2)。

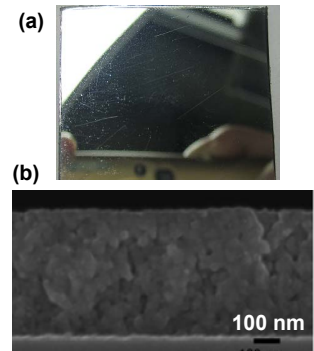


図1. 低温焼結性銀超微粒子インクを用いたスピコート膜を100℃で焼成した銀光沢膜の写真(a)と断面の走査電子顕微鏡像(FE-SEM像)(b)。

#### 4. 今後の展開

上記で説明してきた銀超微粒子技術による「産業基盤の創生」「産業拠点形成 = ナノメタルスクール」は、2012年度の山形大学が支援する学長プランの一つにも掲げられ、産学連携新システムとして、その知的財産戦略を始めとする産業貢献への本格的な取り組みが始まった。また、ナノメタルスクールは「大学が独自で構築した画期的仕組み」として、(独)科学技術振興機構(JST)イノベーション推進本部からも評価を受けており、今後の適切な支援体制についての協議も始まったところである。

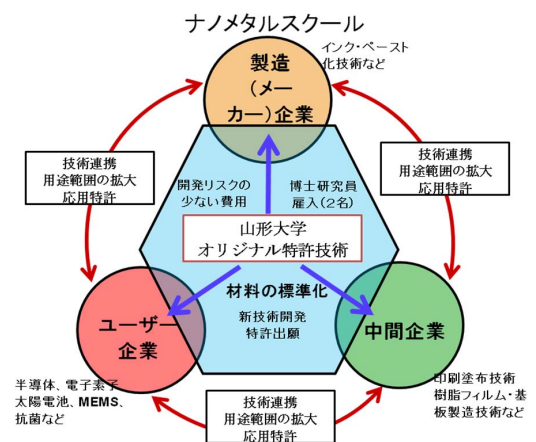


図2. ナノメタルスクールの仕組み(模式図)。

#### 5. 発表実績

##### 解説

・小特集・高度ナノ粒子の製法と応用、室温・低温焼成可能な第二世代の銀ナノ微粒子とその低炭素化製造技術、栗原正人、ケミカルエンジニアリング(Cheical Engineering)、化学工業社、2012年、6月号、57巻、51-56。  
 室温焼結性銀ナノ微粒子を用いたプリントドエレクトロニクスへの展開、栗原正人、オプトロニクス((株)オプトロニクス社)、2011年、5月号、30巻、88-93。

##### 特許出願

・特願 2011-023198、他。

##### 報道

・ナノメタルスクールに関して；毎日新聞、日刊工業新聞、河北新報、山形新聞、YBC山形放送。

##### 学会発表

・English Session S4-4(依頼講演)、Low-carbon Syntheses of Functional Nanoparticles Suitable for Printed Electronics、錯体化学討論会 第61回討論会、他。

##### 受賞

・第13回 田中貴金属研究助成プラチナ賞、「プリントドエレクトロニクス時代に向けた第二世代の銀ナノ微粒子とその革新的製造技術」。