

Title	Agナノ粒子ペーストの常温焼結および配線特性
Author(s)	和久田, 大介
Citation	大阪大学, 2010, 博士論文
Version Type	
URL	https://hdl.handle.net/11094/57487
rights	
Note	著者からインターネット公開の許諾が得られていないため、論文の要旨のみを公開しています。全文のご利用をご希望の場合は、 〈a href="https://www.library.osaka-u.ac.jp/thesis/#closed"〉 大阪大学の博士論文について 〈/a〉 をご参照ください。

Osaka University Knowledge Archive : OUKA

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

Osaka University

氏名	和久田大介
博士の専攻分野の名称	博士(工学)
学位記番号	第 23802 号
学位授与年月日	平成22年3月23日
学位授与の要件	学位規則第4条第1項該当 工学研究科知能・機能創成工学専攻
学位論文名	Agナノ粒子ペーストの常温焼結および配線特性
論文審査委員	(主査) 教授 菅沼 克昭 (副査) 教授 南埜 宜俊 教授 安田 秀幸 教授 浅田 稔 教授 中谷 彰宏 教授 平田 勝弘

論文内容の要旨

本研究では、Agナノ粒子ペーストの低温焼結処理として、従来の加熱処理に代わるアルコール浸漬処理を提案した。アルコール浸漬処理を用いることにより、常温かつ大気中において、ドデシルアミンで保護されたAgナノ粒子を焼結させることに初めて成功した。

第二章では、化学還元法によるAgナノ粒子の合成と、これを用いたペーストを作製評価した。合成されたAgナノ粒子の平均粒径は約8 nmであり、Agナノ粒子の表面は高密度に吸着したドデシルアミンによって保護され、その立体障害により非常に安定な独立状態を保つことを明らかにした。

第三章では、Agナノ粒子ペーストの加熱処理を行い、その配線形成過程を調べた。Agナノ粒子ペーストを100℃以上で加熱処理すると、1時間以内で半分以上の吸着分散剤が除去された。それに伴い、30分以内でナノ粒子間のネック形成および結晶粒成長が急速に進み、比抵抗率で $1.9 \times 10^{-7} \sim 7.8 \times 10^{-6} \Omega \cdot m$ の電気抵抗率が得られた。一方、40～60℃の低温加熱処理では、分散剤の除去が遅く反応が不均一であり、試料内部と比べ表面近傍の分散剤が優先的に除去された。このため、ナノ粒子は特に試料内部で不均一な合体や粒成長を生じた。また、分散剤が吸着した未成長のナノ粒子が粗大化する粒子間にも存在するため、長時間の処理でも電気抵抗率の減少がほとんど生じなかった。このように、Agナノ粒子ペーストの加熱処理では、低温における配線形成が難しいことを明らかにした。

第四章では、低温焼結方法としてアルコール浸漬法を提案し、有機物で保護されたAgナノ粒子を常温かつ大気中において焼結させることに、世界で初めて成功した。これにより、常温においても100℃以上の温度における加熱処理と同程度の電気抵抗率 $7.3 \times 10^{-7} \Omega \cdot m$ を得ることが出来た。また、浸漬処理では分散剤が深さ方向にも均一に除去され、配線内でAg粒子は均様に粗大化することを明らかにした。また、処理液の温度を上げることにより、分散剤の除去およびナノ粒子間の拡散が加速され、ナノ粒子焼結処理効果を促進させることが出来た。また、超音波の照射は、温度を上げることなく分散剤の溶解速度を速め、上述の中で最も短時間で低抵抗を実現させることが出来た。

第五章では、Ag表面、分散剤、溶剤の相互作用の大きさを議論することで、分散剤除去のメカニズムを明らかにし、浸漬処理に有効な処理剤を提案した。

第六章では、溶媒としたトルエンの蒸発に伴い焼結が開始する高濃度残渣Agナノ粒子ペーストの性質を調べた。また、アルコール浸漬処理法の実験結果および考察に基づき、残渣ペーストが焼結に至るメカニズムを考察した。

役割を果たしていることが明らかになった。

以上、本論文では、Agナノ粒子ペーストを用いた配線形成において、世界初となる常温配線形成を可能にするナノ粒子ペースト配線の処理法を開発し、さらに、その配線形成メカニズムと各過程における様々な因子の果たす役割を明らかにした。

論文審査の結果の要旨

今日、金属ナノ粒子を用いた配線技術が、印刷を用いる新たなエレクトロニクス機器製造の基本技術として期待されている。本研究では、Agナノ粒子ペーストに望まれる低温配線技術の可能性を詳細に調べ、新たな配線技術としての提案を行っている。主な成果は以下のようにまとめられる。

(1) 化学還元法によるAgナノ粒子の合成と、これを用いたペーストを作製評価した結果、合成されたAgナノ粒子の平均粒径は約8 nmであり、Agナノ粒子の表面は高密度に吸着したドデシルアミンによって保護され、その立体障害によりインク中で非常に安定な独立状態を保つことを明らかにした。

(2) Agナノ粒子ペーストの加熱処理を行い、その配線形成過程を調べた。Agナノ粒子ペーストを100℃以上で加熱処理すると、1時間以内で半分以上の吸着分散剤が除去され、30分以内でナノ粒子間のネック形成および結晶粒成長が急速に進み、比抵抗率で $1.9 \times 10^{-7} \sim 7.8 \times 10^{-6} \Omega \cdot \text{m}$ の電気抵抗率を得た。一方、40～60℃の低温加熱処理では、分散剤の除去が遅く反応が不均一であり、試料内部と比べ表面近傍の分散剤が優先的に除去され、ナノ粒子は特に試料内部で不均一な合体や粒成長を生じた。また、分散剤が吸着した未成長のナノ粒子が粗大化する粒子間にも存在するため、長時間の処理でも電気抵抗率の減少がほとんど生じず、低温における配線形成が難しいことを明らかにした。

(3) 低温焼結方法として常温におけるアルコール浸漬法を新たに提案し、有機物で保護されたAgナノ粒子を常温かつ大気中において焼結させることに、世界で初めて成功した。これにより、常温においても100℃以上の温度における加熱処理と同程度の電気抵抗率 $7.3 \times 10^{-7} \Omega \cdot \text{m}$ を得ることが出来た。また、浸漬処理では分散剤が配線の深さ方向にも均一に除去され、Ag粒子は一律に粗大化することを明らかにした。処理液の温度を上げることで、分散剤の除去およびナノ粒子間の拡散が加速され、ナノ粒子焼結処理効果を促進させることが出来た。また、超音波の照射は、温度を上げることなく分散剤の溶解速度を速め、上述の中で最も短時間で低抵抗を実現した。

(4) Ag表面、分散剤、溶剤の相互作用の大きさを議論することで、アルコール浸漬による分散剤除去のメカニズムを明らかにし、この処理に有効な処理剤の基本概念を提案した。

(5) 溶媒のトルエンの蒸発に伴い焼結が開始する高濃度残渣Agナノ粒子ペーストの性質を調べ、残渣ペーストが焼結に至るメカニズムを考察した。これにより、立体障害によるAgナノ粒子ペーストの安定性について、吸着分散剤だけでなく、その溶剤も重要な役割を果たしていることを明らかにした。

以上のように、本論文は、Agナノ粒子ペーストを用いた配線形成において、世界初となる常温配線形成を可能にするナノ粒子ペースト配線の処理法を開発し、さらに、その配線形成メカニズムと各過程における様々な因子の果たす役割を明らかにした。本提案は、従来の印刷配線の課題であった低温化に始めて解を与えるものであり、新たな基本配線形成技術として期待される。よって本論文は博士論文として価値あるものと認める。