



(12) **BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ**

(19) **Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)**
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11) 
1-0020595

(51)⁷ **H01B 1/20, C09D 11/02, 201/02,**
201/08, 7/12, G03F 7/004, 7/038, G06F
3/04, H01B 13/00, H05K 3/02

(13) **B**

(21) 1-2014-02456

(22) 10.01.2013

(86) PCT/JP2013/050250 10.01.2013

(87) WO2013/108696 25.07.2013

(30) 2012-008657 19.01.2012 JP

2012-235385 25.10.2012 JP

(45) 25.03.2019 372

(43) 27.10.2014 319

(73) TORAY INDUSTRIES, INC. (JP)

1-1, Nihonbashi-Muromachi 2-chome, Chuo-ku, Tokyo, 103-8666, Japan

(72) MIZUGUCHI, Tsukuru (JP), KUSANO, Kazutaka (JP)

(74) Công ty Cổ phần Sở hữu công nghiệp INVESTIP (INVESTIP)

(54) **PHƯƠNG PHÁP TẠO RA MẪU DẪN ĐIỆN**

(57) Sáng chế đề cập đến keo nhão dẫn điện thích hợp để tạo ra mẫu dẫn điện, có khả năng tạo mẫu nhỏ và có độ tin cậy liên kết với ITO cao mặc dù chứa hợp chất có trị số axit cao; và phương pháp sản xuất mẫu dẫn điện. Keo nhão dẫn điện theo sáng chế khác biệt ở chỗ chứa: các hạt composit (A) được tạo ra từ hợp chất chứa antimon được phủ lên bề mặt của vật liệu lõi chứa vật liệu vô cơ; hợp chất (B) có trị số axit nằm trong khoảng từ 30 đến 250mgKOH/g; và chất trám dẫn điện (C).

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến keo nhão dẫn điện để tạo ra mẫu dẫn điện.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Trong những năm gần đây, keo nhão dẫn điện mà trong đó chất trám dẫn điện chẳng hạn như Ag được phân tán trong thành phần hữu cơ chứa nhựa đã được sử dụng cho việc đi dây nối ngoại vi cho các bảng điều khiển chạm trong suốt, lắp đặt đường dây cho các bảng mạch và các công tắc màng (ví dụ, xem tài liệu sáng chế 1 và 2). Tuy nhiên, vấn đề của những loại keo nhão dẫn điện này là việc đi dây nối ở chỗ có khoảng cách hẹp không thể được thực hiện bằng việc in lưới và, do đó, hiện tượng rò, tắc bảng mạch hoặc hiện tượng tương tự dễ dàng xảy ra. Do đó, một giải pháp kỹ thuật đã được đề xuất mà trong đó, tính nhạy quang được đưa vào thành phần hữu cơ chứa nhựa, và keo nhão được phủ lên đế, và sau đó được thực hiện bước phơi sáng và hiện ảnh sao cho việc đi dây ở chỗ có khoảng cách hẹp có thể được thực hiện (ví dụ, xem tài liệu sáng chế 3 và 4). Tuy nhiên, khi những loại keo nhão nhạy quang này được sử dụng cho việc đi dây nối ngoại vi cho các bảng điều khiển chạm, có vấn đề là không thu được độ tin cậy liên kết với oxit thiếc indi (sau đây, được gọi là ITO). Như là một phương pháp tăng cường độ tin cậy liên kết với ITO trong keo nhão dẫn điện, một giải pháp kỹ thuật đã được đề xuất mà trong đó bột mịn chứa oxit thiếc pha antimon được thêm vào keo nhão dẫn điện (ví dụ, xem tài liệu sáng chế 5).

Tuy nhiên, có vấn đề là thành phần hữu cơ tan trong dung dịch kiềm mang lại tính nhạy quang thường có trị số axit cao và, do đó, ngay cả khi bột oxit thiếc pha antimon được thêm vào, thiếc oxit vẫn bị ăn mòn do đó không thu được độ tin cậy liên kết với ITO, và sự bám dính bị suy giảm hoặc các phần thừa được tạo ra.

Tài liệu trích dẫn

Tài liệu sáng chế

Tài liệu sáng chế 1: Công bố đơn yêu cầu cấp bằng độc quyền sáng chế Nhật Bản số 2007-207567

Tài liệu sáng chế 2: Công bố đơn yêu cầu cấp bằng độc quyền sáng chế Nhật Bản số 2011-246498

Tài liệu sáng chế 3: Công bố đơn quốc tế số WO04/061006

Tài liệu sáng chế 4: Công bố đơn yêu cầu cấp bằng độc quyền sáng chế Nhật Bản số 2003-162921

Tài liệu sáng chế 5: Công bố đơn yêu cầu cấp bằng độc quyền sáng chế Nhật Bản số 2009-295325

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề được giải quyết bởi sáng chế

Mục đích của sáng chế là đề xuất keo nhão dẫn điện thích hợp để thu được mẫu dẫn điện có độ tin cậy liên kết với ITO cao mặc dù chứa hợp chất có trị số axit cao và có khả năng tạo mẫu dẫn điện nhỏ, và phương pháp sản xuất mẫu dẫn điện bằng cách giải quyết các vấn đề nêu trên.

Giải pháp giải quyết vấn đề

Sáng chế đề xuất keo nhão dẫn điện bao gồm: các hạt composit (A) được tạo ra bằng cách bọc bề mặt của vật liệu lõi được làm bằng vật liệu vô cơ bằng hợp chất chứa antimon; hợp chất (B) có trị số axit nằm trong khoảng từ 30 đến 250mg KOH/g; và chất trám dẫn điện (C), và phương pháp sản xuất mẫu dẫn điện, trong đó keo nhão dẫn điện được phủ lên trên đế, được làm khô, tiếp xúc với ánh sáng, hiện ảnh, và sau đó được hóa cứng ở nhiệt độ từ lớn hơn hoặc bằng 100°C đến nhỏ hơn hoặc bằng 300°C.

Tác dụng của sáng chế

Theo sáng chế, mặc dù keo dẫn điện chứa hợp chất có trị số axit cao, vẫn có thể thu được độ tin cậy liên kết với ITO tốt. Theo phương pháp được ưu tiên của sáng chế, việc đi dây ở chỗ có khoảng cách hẹp có thể được thực hiện không chỉ trên đế cứng mà còn trên cả đế mềm.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig.1 là hình vẽ dạng sơ đồ thể hiện mẫu truyền ánh sáng của mặt nạ quang được sử dụng trong việc đánh giá điện trở suất riêng trong các ví dụ.

Fig.2 thể hiện bằng sơ đồ ví dụ được sử dụng trong thử nghiệm độ đàn hồi trong các ví dụ.

Fig.3 là hình vẽ dạng sơ đồ biểu thị mẫu truyền ánh sáng của mặt nạ quang được sử dụng trong việc đánh giá độ tin cậy liên kết với ITO trong các ví dụ.

Mô tả chi tiết sáng chế

Các phương án của sáng chế

Keo nhão dẫn điện theo sáng chế bao gồm: các hạt composit (A) được tạo ra bằng cách phủ lên bề mặt của vật liệu lõi được làm từ vật liệu vô cơ bằng hợp chất chứa antimon; hợp chất (B) có trị số axit nằm trong khoảng từ 30 đến 250mg KOH/g; và chất trám dẫn điện (C).

Keo nhão dẫn điện theo sáng chế được phủ lên trên đế, được làm khô để loại bỏ dung môi nếu cần thiết, và sau đó được tiếp xúc với ánh sáng, hiện ảnh và bước hóa rắn ở nhiệt độ từ cao hơn hoặc bằng 100°C đến thấp hơn hoặc bằng 300°C, nhờ đó có thể thu được mẫu dẫn điện mong muốn trên đế này. Mẫu dẫn điện thu được bằng cách sử dụng keo nhão theo sáng chế là composit gồm thành phần hữu cơ và thành phần vô cơ, và các chất trám dẫn điện tiếp xúc với nhau do co ngót do đông cứng trong quá trình hóa rắn để thể hiện độ dẫn điện.

Hạt composit (A) có mặt trong keo nhão dẫn điện và được tạo ra bằng cách phủ lên bề mặt của vật liệu lõi làm từ vật liệu vô cơ bằng hợp chất chứa antimon dùng để chỉ hạt mà trong đó bề mặt của vật liệu lõi làm từ vật liệu vô cơ được phủ bằng hợp chất chứa antimon ở độ dày lớn hơn hoặc bằng 1mm. Các ví dụ về hợp chất chứa antimon bao gồm antimon sulfua, antimon trioxit, antimon pentaoxit, chì antimonat, indi antimonit và thiếc oxit pha antimon. Các ví dụ về vật liệu vô cơ mà tạo ra vật liệu lõi bao gồm titan oxit, bari sulfat, nhôm oxit, silic dioxit, kẽm oxit, magie oxit, canxi oxit, sắt oxit, niken oxit, ruteni oxit, indi oxit, đồng oxit, cacbon, bạc (Ag), vàng (Au), đồng (Cu), platin (Pt), chì (Pb), thiếc (Sn), niken (Ni), nhôm (Al), vonfram (W), molybden (Mo), crom (Cr) và titan (Ti).

Kích cỡ hạt trung bình trên thể tích của các hạt composit (A) được tạo ra bằng cách phủ lên bề mặt của vật liệu lõi làm từ vật liệu vô cơ bằng hợp chất chứa antimon tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,03 đến 10 μm , tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 6 μm . Kích cỡ hạt trung bình trên thể tích lớn hơn hoặc bằng 0,03 μm được ưu tiên bởi vì độ phân tán và độ ổn định phân tán cao, nhờ đó có thể hạn chế sự tạo thành các kết cụm và, do đó, thu được tác dụng về độ tin cậy liên kết với ITO cần thiết so với lượng được thêm vào. Kích cỡ hạt trung bình trên thể tích nhỏ hơn hoặc bằng 6 μm được ưu tiên bởi vì độ mịn bề mặt, độ chính xác của mẫu và độ chính xác về kích thước mẫu mạch điện sau khi in được cải thiện. Kích cỡ hạt trung bình trên thể tích có thể được xác định bằng phương pháp đếm Coulter, phương pháp tương quan photon, phương pháp nhiễu xạ tia laser và nhiều phương pháp khác.

Khi tỷ số hình dạng của các hạt composit (A) được tạo ra bằng cách phủ lên bề mặt của vật liệu lõi làm từ vật liệu vô cơ bằng hợp chất chứa antimon nằm trong khoảng từ 1,5 đến 50, khối lượng riêng nén giảm, nhờ đó độ tin cậy liên kết với ITO có thể được tăng cường với lượng bổ sung thấp, nhưng tỷ số hình dạng tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 10 đến 50.

Lượng các hạt composit (A) được tạo ra bằng cách phủ lên bề mặt của vật liệu lõi làm từ vật liệu vô cơ bằng hợp chất chứa antimon được bổ sung tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 20% theo trọng lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1 đến 10% theo trọng lượng tính trên tổng lượng chất rắn trong keo nhão dẫn điện. Được ưu tiên là lượng các hạt composit (A) được bổ sung là lớn hơn hoặc bằng 0,1% theo trọng lượng bởi vì độ tin cậy liên kết với ITO đặc biệt được tăng cường. Được ưu tiên là lượng các hạt composit (A) được bổ sung là nhỏ hơn hoặc bằng 20% theo trọng lượng bởi các ảnh hưởng lên độ dẫn điện của mẫu dẫn điện có thể bị giảm. Tổng lượng chất rắn là lượng sau khi loại dung môi ra khỏi keo nhão dẫn điện.

Hợp chất (B) có mặt trong bột nhão dẫn điện và có trị số axit nằm trong khoảng từ 30 đến 250mg KOH/g dùng để chỉ hợp chất có ít nhất một nhóm carboxyl trong phân tử, và một hoặc nhiều loại của chúng có thể được sử dụng.

Các ví dụ cụ thể về hợp chất (B) bao gồm các copolyme có gốc acryl, nhựa có gốc polyeste và nhựa có gốc polyuretan.

Copolyme có gốc acryl là copolyme chứa ít nhất là monome có gốc acryl làm thành phần copolyme hóa, và các ví dụ cụ thể về monome có gốc acryl được ưu tiên bao gồm các monome có gốc acryl chẳng hạn như metyl acrylat, axit acrylic, 2-ethylhexyl acrylat, etyl metacrylat, n-butyl acrylat, i-butyl acrylat, i-propan acrylat, glycidyl acrylat, N-metoxymetylacrylamit, N-etoxy-metylacrylamit, N-n-butoxymetylacrylamit, N-isobutoxymetylacrylamit, butoxytrietylen glycol acrylat, dicyclopentanyl acrylat, dicyclopentenyl acrylat, 2-hydroxyetyl acrylat, isobonyl acrylat, 2-hydroxypropyl acrylat, isodexyl acrylat, isooctyl acrylat, lauryl acrylat, 2-metoxetyl acrylat, metoxyetylen glycol acrylat, metoxydietylen glycol acrylat, octaflopentyl acrylat, phenoxyetyl acrylat, stearyl acrylat, trifloetyl acrylat, acrylamit, aminoetyl acrylat, phenyl acrylat, phenoxyetyl acrylat, 1-naphtyl acrylat, 2-naphtyl acrylat, thiophenol acrylat và benzylmercaptan acrylat, và các copolyme với acrylat trong các monome nêu trên được thay thế bằng metacrylat, styren chẳng hạn như styren, p-metylstyren, o-metylstyren, m-metylstyren, α -metylstyren, clometylstyren và hydroxymetylstyren, γ -metacryloxypropyl trimetoxysilan, 1-vinyl-2-pyrrolidon, xyclohexyl diacrylat được alyl hóa, 1,4-butandiol diacrylat, 1,3-butyren glycol diacrylat, etylen glycol diacrylat, dietylen glycol diacrylat, trietylen glycol diacrylat, polyetylen glycol diacrylat, dipentaerythritol hexaacrylat, dipentaerythritol monohydroxypentaacrylat, ditrimetylolpropanetraacrylat, glyxerol diacrylat, xyclohexyl diacrylat được metoxy hóa, neopentyl glycol diacrylat, propylen glycol diacrylat, polypropylen glycol diacrylat, triglyxerol diacrylat, trimetylolpropan triacrylat, bisphenol A diacrylat, bisphenol F diacrylat, các diacrylat của các sản phẩm cộng bisphenol A-etylen oxit, các diacrylat của các sản phẩm cộng bisphenol F-etylen oxit, các diacrylat của các sản phẩm cộng bisphenol A-propylen oxit, các sản phẩm cộng axit acrylic của etylen glycol diglycidyl ete, các sản phẩm cộng axit acrylic của dietylen glycol diglycidyl ete, các sản phẩm cộng axit acrylic của neopentyl glycol diglycidyl ete, các sản phẩm cộng axit acrylic của glyxerin diglycidyl ete, và các monome epoxy acrylat chẳng

hạn như các sản phẩm cộng axit acrylic của bisphenol A diglycidyl ete, các sản phẩm cộng axit acrylic của bisphenol F và các sản phẩm cộng axit acrylic của cresol novolak, hoặc các hợp chất với các nhóm acryl của các hợp chất nêu trên được thế một phần hoặc toàn bộ bằng các nhóm metacryl mặc dù tất cả các hợp chất có liên kết đôi cacbon-cacbon có thể được sử dụng.

Khả năng tan trong dung dịch kiềm có thể được mang lại cho copolyme có gốc acryl bằng cách sử dụng axit không no làm monome chẳng hạn như axit carboxylic không no. Các ví dụ cụ thể về axit không no bao gồm axit acrylic, axit metacrylic, axit itaconic, axit crotonic, axit maleic, axit fumaric và vinyl axetat hoặc các anhydrit axit của chúng. Bằng cách thêm axit không no nêu trên vào mạch phân tử, trị số axit của polyme có thể được điều chỉnh.

Polyme tan trong dung dịch kiềm có liên kết đôi không nó phản ứng trên mạch bên có thể được tạo ra, thu được polyme tan trong dung dịch kiềm này bằng cách cho một phần axit không no trong acryl polyme thu được bằng cách sử dụng axit không no chẳng hạn như axit carboxylic không no nêu trên làm monome phản ứng với hợp chất có cả nhóm phản ứng với axit không no và nhóm có liên kết đôi không no, chẳng hạn như glycidyl (met)acrylat.

Trị số axit của hợp chất (B) có mặt trong bột nhão dẫn điện theo sáng chế tốt hơn là nằm trong khoảng từ 30 đến 250mg KOH/g khi xét đến khả năng tan trong dung dịch kiềm, và khi trị số axit lớn hơn hoặc bằng 30mg KOH/g, độ tan của phần tan được trong chất hiện ảnh không bị giảm xuống, và khi trị số axit nhỏ hơn hoặc bằng 250mg KOH/g, phạm vi cho phép sự hiện ảnh có thể được mở rộng. Trị số axit được xác định theo JIS-K0070 (1992).

Nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh của hợp chất (B) có mặt trong bột nhão dẫn điện tốt hơn là nằm trong khoảng từ -10 đến 60°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 10 đến 50°C. Khi Tg bằng hoặc cao hơn -10°C, độ bám dính của màng khô có thể được hạn chế, và khi Tg bằng hoặc cao hơn 10°C, độ ổn định hình dạng, đặc biệt là với sự thay đổi nhiệt độ, được tăng cường. Khi Tg bằng hoặc thấp hơn 60°C, độ dẻo được thể hiện ở nhiệt độ phòng, và khi Tg bằng hoặc thấp hơn 50°C, ứng suất bên trong tại thời điểm uốn cong có thể được giảm nhẹ, và cụ thể là việc phát sinh vết nứt có thể được ngăn chặn.

Mặc dù nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh của hợp chất (B) có mặt trong bột nhão dẫn điện có thể được xác định bằng phép đo nhiệt quét vi sai (DSC), nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh của hợp chất (B) có thể được tính toán từ biểu thức (1) dưới đây sử dụng các tỷ lệ copolyme hóa của các monome làm thành phần copolyme hóa và các nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh của các homopolyme của các monome này. Theo sáng chế, giá trị tính toán được này được sử dụng khi nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh của có thể được tính toán, và nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh của được xác định từ kết quả của phép đo DSC khi các homopolyme của monome này có nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh chưa biết.

Công thức 1

$$\frac{1}{T_g} = \frac{W_1}{T_1} + \frac{W_2}{T_2} + \frac{W_3}{T_3} + \dots \quad (1)$$

Trong đó T_g là nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh (đơn vị: K) của polyme, T_1 , T_2 , T_3 , v.v. lần lượt là nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh (đơn vị: K) của các homopolyme của monome 1, monome 2, monome 3, v.v., và W_1 , W_2 , W_3 , v.v. lần lượt là các tỷ lệ copolymehóa của monome 1, monome 2 và monome 3, v.v.

Hợp chất (B) có trị số axit nằm trong khoảng từ 30 đến 250mg KOH/g có thể có mặt riêng lẻ hoặc như là hỗn hợp gồm hai hoặc nhiều loại của nó, hoặc thành phần nhạy quang có trị số axit nhỏ hơn 30mg KOH/g hoặc lớn hơn 250mg KOH/g có thể được sử dụng trong hỗn hợp ngoài hợp chất (B) có trị số axit nằm trong khoảng từ 30 đến 250mg KOH/g.

Được ưu tiên là hợp chất (B) là hợp chất nhạy quang có liên kết đôi không no vì việc tạo mẫu mịn hơn có thể được thực hiện bằng cách sử dụng phương pháp quang khắc mà trong đó keo nhão dẫn điện được phủ lên trên để được tiếp xúc với ánh sáng và hiện ảnh. Trong trường hợp này, được ưu tiên là keo nhão dẫn điện bao gồm chất khơi mào quang polyme hóa (D) mà bị phân hủy bằng cách hấp thụ ánh sáng có bước sóng ngắn, chẳng hạn như tia cực tím, để tạo ra gốc, hoặc hợp chất mà tham gia phản ứng tách hydro để tạo ra gốc. Các ví dụ cụ thể về chất khơi mào quang polyme hóa (D) bao gồm, nhưng không bị giới hạn cụ thể ở, 1,2-octandion, 1-[4-(phenylthio)-2-(O-benzoyloxim)], 2,4,6-trimetylbenzoyl-diphenyl-phosphinoxit, bis(2,4,6-trimetylbenzoyl)-phenyl

phosphinooxit, etanon, 1-[9-etyl-6-2(2-metylbenzoyl)-9H-carbazol-3-yl]-1-(O-axetyloxim), benzophenon, metyl o-benzoylbenzoat, 4,4'-bis(dimetylamino)benzophenon, 4,4'-bis(dietylamino)benzophenon, 4,4'-diclobenzophenon, 4-benzoyl-4'-metyldiphenylketon, dibenzylketon, florenon, 2,2'-dietoxyaxetophenon, 2,2-dimetoxy-2-phenylaxetophenon, 2-hydroxy-2-metylpropiophenon, p-t-butyldicloaxetophenon, thioxanton, 2-metylthioxanton, 2-clothioxanton, 2-isopropylthioxanton, dietylthioxanton, benzyl, benzyl dimetyl ketal, benzyl- β -metoxyetylaxetal, benzoin, benzoin metylete, benzoin butylete, antraquinon, 2-t-butyланtraquinon, 2-amylantraquinon, β -cloantraquinon, antron, benzantron, dibenzosuberone, metylenantron, 4-azitbenzalaxetophenon, 2,6-bis(p-azitbenzyliden)xyclohexanon, 6-bis(p-azitbenzyliden)-4-metylxyclohexanon, 1-phenyl-1,2-butanedion-2-(o-metoxycarbonyl)oxim, 1-phenyl-propandion-2-(o-etoxycarbonyl)oxim, 1-phenyl-propandion-2-(o-benzoyl)oxim, 1,3-diphenylpropantrion-2-(o-etoxycarbonyl)oxim, 1-phenyl-3-etoxi-propantrion-2-(o-benzoyl)oxim, keton Michler, 2-metyl-[4-(metylthio)phenyl]-2-morpholino-1-propanon, naphtalensulfonylclorua, quinolinsulfonylclorua, N-phenylthioacridon, 4,4'-azobisisobutyronitril, diphenyl disulfua, benzothiazol disulfua, triphenylphosphin, camphor quinon, 2,4-dietylthioxanton, isopropylthioxanton, cacbon tetrabromua, tribromophenylsulfon, benzoyl peroxit, và các hỗn hợp của các chất màu quang khử chẳng hạn như eosin và xanh metylen và các chất khử chẳng hạn như axit ascorbic và trietanolamin.

Lượng được bổ sung của chất khơi mào quang polyme hóa (D) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,05 đến 30 phần theo trọng lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 5 đến 20 phần theo trọng lượng tính trên 100 phần theo trọng lượng của hợp chất (B) có trị số axit nằm trong khoảng từ 30 đến 250mg KOH/g. Khi lượng được bổ sung của chất khơi mào quang polyme hóa (D) lớn hơn hoặc bằng 5 phần theo trọng lượng tính trên 100 phần theo trọng lượng của hợp chất (B), tỷ trọng hóa rắn của phần tiếp xúc với ánh sáng tăng lên, nhờ đó tỷ lệ màng dư sau khi hiện ảnh có thể được tăng cường. Khi lượng được bổ sung của chất khơi mào quang polyme hóa (D) nhỏ hơn hoặc bằng 20 phần theo trọng lượng tính trên 100 phần theo trọng lượng của hợp chất (B), sự hấp thu ánh sáng quá mức, cụ thể

là bởi chất khơi mào quang polyme hóa (D) ở phần phía trên của màng phủ có thể được hạn chế để việc ngăn mẫu dẫn điện bị làm mỏng ngược để giảm độ dính với vật liệu đế.

Chất tạo độ nhạy có thể được thêm vào keo nhão dẫn điện theo sáng chế cùng với chất khơi mào quang polyme hóa (D) để cải thiện độ nhạy và mở rộng phạm vi hiệu quả của các bước sóng đối với phản ứng.

Các ví dụ cụ thể về chất tạo độ nhạy bao gồm 2,4-diethylthioxanton, isopropylthioxanton, 2,3-bis(4-diethylaminobenzal)xylopentanon, 2,6-bis(4-dimethylaminobenzal)xylohexanon, 2,6-bis(4-dimethylaminobenzal)-4-methylxylohexanon, Keton Michler, 4,4-bis(diethylamino)benzophenon, 4,4-bis(dimethylamino)chalcon, 4,4-bis(diethylamino)chalcon, p-dimethylaminoxinnamylidenindanon, p-dimethylaminobenzylidenindanon, 2-(p-dimethylaminophenylvinyl)isonaphthothiazol, 1,3-bis(4-dimethylaminophenylvinyl)isonaphthothiazol, 1,3-bis(4-dimethylaminobenzal)axeton, 1,3-carbonylbis(4-diethylaminobenzal)axeton, 3,3-carbonylbis(7-diethylaminocoumarin), N-phenyl-N-etyletanolamin, N-phenyletanolamin, N-tolyldietanolamin, isoamyl dimethylaminobenzoat, isoamyl diethylaminobenzoat, 3-phenyl-5-benzoylthiotetrazol và 1-phenyl-5-etoxycarbonylthiotetrazol. Một hoặc nhiều hợp chất này có thể được sử dụng. Khi chất tạo độ nhạy được thêm vào keo nhão dẫn điện, lượng được thêm vào của nó thường tốt hơn là 0,05 đến 10 phần theo trọng lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 10 phần theo trọng lượng tính trên 100 phần theo trọng lượng của hợp chất (B) có trị số axit nằm trong khoảng từ 30 đến 250mg KOH/g. Khi lượng được bổ sung của chất tạo độ nhạy lớn hơn hoặc bằng 0,1 phần theo trọng lượng tính trên 100 phần theo trọng lượng của hợp chất (B), tác dụng cải thiện độ nhạy sáng dễ dàng được thể hiện cách thích đáng, và khi lượng được bổ sung này nhỏ hơn hoặc bằng 10 phần theo trọng lượng tính trên 100 phần theo trọng lượng của hợp chất (B), tình trạng mà trong đó ánh sáng được hấp thụ quá mức đặc biệt là ở phần phía trên của màng phủ khiến mẫu dẫn điện bị làm mỏng ngược để giảm tính dính với vật liệu đế được hạn chế.

Chất trám dẫn điện (C) có mặt trong bột nhão dẫn điện tốt hơn là bao gồm ít nhất một thành phần trong số Ag, Au, Cu, Pt, Pb, Sn, Ni, Al, W, Mo, ruteni-oxit, Cr, Ti và indi, và các chất trám dẫn điện này có thể được sử dụng riêng rẽ, hoặc ở dạng hợp kim hoặc bột hỗn hợp. Các hạt dẫn điện thu được bằng cách phủ các hạt cách điện hoặc các hạt dẫn điện bằng thành phần nêu trên có thể được sử dụng theo cách tương tự. Cụ thể là, Ag, Cu và Au được ưu tiên khi xét đến độ dẫn điện, và Ag được ưu tiên khi xét đến chi phí và độ ổn định.

Kích cỡ hạt trung bình trên thể tích của chất trám dẫn điện (C) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 10 μm , tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,5 đến 6 μm . Khi kích cỡ hạt trung bình trên thể tích lớn hơn hoặc bằng 0,5 μm , xác suất tiếp xúc giữa các chất trám dẫn điện được cải thiện, điện trở suất riêng và xác suất nứt vỡ mẫu dẫn điện được tạo ra có thể được giảm, và tia cực tím trong bước phơi sáng có thể được truyền một cách dễ dàng qua màng, nhờ đó việc tạo mẫu mịn trở nên dễ dàng. Khi kích cỡ hạt trung bình trên thể tích nhỏ hơn hoặc bằng 6 μm , độ nhẵn bề mặt, độ chính xác của mẫu và độ chính xác về kích thước của mẫu mạch điện sau khi in được cải thiện. Kích cỡ hạt trung bình trên thể tích có thể được xác định bằng phương pháp đếm Coulter.

Lượng được bổ sung của chất trám dẫn điện (C) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 70 đến 95% theo trọng lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 80 đến 90% theo trọng lượng tính trên tổng lượng chất rắn trong keo nhão dẫn điện. Khi lượng được bổ sung của chất trám dẫn điện (C) lớn hơn hoặc bằng 80% theo trọng lượng, xác suất tiếp xúc giữa các chất trám dẫn điện, đặc biệt là trong việc thiết lập sự co ngót trong quá trình hóa rắn được cải thiện, điện trở suất riêng và xác suất nứt vỡ mẫu dẫn điện được tạo ra có thể được làm giảm. Khi lượng được bổ sung của chất trám dẫn điện (C) nhỏ hơn hoặc bằng 90% theo trọng lượng, các tia cực tím đặc biệt là trong quá trình phơi sáng có thể được truyền một cách dễ dàng qua màng, nhờ đó việc tạo mẫu mịn trở nên dễ dàng.

Keo nhão dẫn điện có thể chứa dung môi. Các ví dụ về dung môi bao gồm N,N-dimethylacetamid, N,N-dimethylformamid, N-metyl-2-pyrrolidon, dimethylimidazolidinon, dimethylsulfoxit, dietylen glycol monoetylete, dietylen glycol monoetyl ete axetat, γ -butyrolacton, etylactat, 1-metoxi-2-propanol, 1-

etoxy-2-propanol, etylen glycol mono-n-propylete, rượu diaxeton, rượu tetrahydrofurfuryl, propylen glycol monometyleteaxetat. Một dung môi có thể được sử dụng, hoặc hai hoặc nhiều dung môi có thể được trộn lẫn và được sử dụng. Dung môi có thể được thêm vào để điều chỉnh độ nhớt sau khi tạo ra bột nhão.

Keo nhão dẫn điện theo sáng chế có thể chứa các chất phụ gia chẳng hạn như chất dẻo hóa, chất làm đều màu, chất hoạt động bề mặt, chất tạo cặp silan, chất chống tạo bọt và chất màu miễn là các đặc tính mong muốn của keo nhão dẫn điện không bị suy giảm.

Các ví dụ cụ thể về chất dẻo hóa bao gồm dibutylphtalat, dioctylphtalat, polyetylen glycol và glyxerin. Các ví dụ cụ thể về chất làm đều màu bao gồm các polyme gốc vinyl cụ thể và các polyme gốc acryl cụ thể.

Các ví dụ về chất tạo cặp silan bao gồm metyltrimetoxysilan, dimetyldietoxysilan, phenyltriethoxysilan, hexametyldisilazan, 3-metacryloxypropyltrimetoxysilan, 3-glycidoxypropyltrimetoxysilan và vinyltrimetoxysilan.

Keo nhão dẫn điện theo sáng chế được tạo ra bằng cách sử dụng thiết bị phân tán, thiết bị nhào trộn hoặc tương tự. Các ví dụ cụ thể về các thiết bị này bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, máy cán ba trục cán, máy nghiền bi và máy nghiền bi hành tinh.

Phương pháp sản xuất mẫu dẫn điện sử dụng keo nhão dẫn điện theo sáng chế tiếp theo sẽ được mô tả. Để tạo ra mẫu dẫn điện, keo nhão được phủ lên trên đế và được làm khô bằng cách làm nóng keo nhão để làm bay hơi dung môi. Sau đó, mẫu mong muốn được tạo ra trên đế bằng cách thực hiện bước hiện ảnh với keo nhão tiếp xúc với ánh sáng qua mặt nạ tạo ra mẫu. Sau đó, mẫu này được hóa rắn ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ lớn hơn hoặc bằng 100°C đến nhỏ hơn hoặc bằng 300°C để tạo ra mẫu dẫn điện.

Các ví dụ về đế bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, màng PET, màng polyimide, màng polyester, màng aramit, đế nhựa epoxy, đế nhựa polyeteimit, đế nhựa polyeteketon, đế nhựa gốc polysulfon, đế thủy tinh, phiên silic, đế nhôm

oxit, để nhôm nitrit, để silicacacbu, các để được tạo bởi lớp trang trí và nền được tạo bởi lớp cách điện.

Các ví dụ về phương pháp phủ keo nhão dẫn điện bao gồm phủ quay, phủ phun, phủ cán, in lưới, dùng máy tạo lớp phủ có lưới dao, máy tạo lớp phủ có khuôn kéo, máy tạo lớp phủ có bộ cán, máy tạo lớp phủ có mặt khum và máy tạo lớp phủ dạng thanh. Độ dày màng phủ thay đổi phụ thuộc vào phương pháp phủ, nồng độ chất rắn trong chế phẩm, độ nhớt và các yếu tố tương tự, nhưng keo nhão thường được phủ sao cho độ dày màng sau khi làm khô nằm trong khoảng từ 0,1 đến 50 μ m.

Tiếp theo, dung môi được loại khỏi màng phủ mà được phủ lên trên để nếu cần thiết, khi keo nhão dẫn điện chứa dung môi. Các ví dụ về phương pháp loại dung môi bao gồm làm nóng/làm khô bằng lò, tấm nóng, tia hồng ngoại hoặc phương pháp tương tự và làm khô trong chân không. Tốt hơn nếu, làm nóng/làm khô được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50°C đến 180°C trong thời gian từ 1 phút đến vài giờ.

Màng phủ sau khi loại dung môi là mẫu được xử lý bằng phương pháp quang khắc. Nguồn ánh sáng được sử dụng cho bước phơi sáng tốt hơn là nằm trong khoảng từ tia i (365nm), tia h (405nm) hoặc tia g (436nm) của đèn thủy ngân.

Sau khi phơi sáng, thu được mẫu mong muốn bằng cách loại phần không tiếp xúc với ánh sáng bằng cách sử dụng chất hiện ảnh. Dung dịch chứa nước của hợp chất chẳng hạn như tetrametylamoni hydroxit, dietanolamin, diethylaminoetanol, natrihydroxit, kali hydroxit, natricacbonat, kali cacbonat, trietylamin, dietylamin, metylamin, dimetylamin, dimethylaminoethylaxetat, dimethylaminoetanol, dimethylaminoethylmetacrylat, xyclohexylamin, etylendiamin, hexametylendiamin hoặc các chất tương tự là các chất hiện ảnh được sử dụng trong bước hiện ảnh bằng kiềm được ưu tiên. Trong một số trường hợp, thu được chất lỏng bằng cách thêm vào dung dịch chứa nước nêu trên một hoặc nhiều dung môi phân cực chẳng hạn như N-metyl-2-pyrrolidon, N,N-dimetylformamit, N,N-dimethylaxetamit, dimetylsulfoxit và γ -butyrolacton, rượu chẳng hạn như metanol, etanol và isopropanol, este chẳng hạn như etylaxetat và propylen glycol

monometylateaxetat, và keton chẳng hạn như xyclopentanon, xyclohexanon, isobutyl keton và metyl isobutyl keton có thể được sử dụng làm chất hiện ảnh. Chất lỏng thu được bằng cách thêm chất hoạt động bề mặt vào dung dịch kiềm chứa nước nêu trên có thể được sử dụng làm chất hiện ảnh. Vì chất hiện ảnh được sử dụng cho việc hiện ảnh hữu cơ, dung môi phân cực chẳng hạn như N-metyl-2-pyrrolidon, N-axetyl-2-pyrrolidon, N,N-dimetylaxetamid, N,N-dimetylformamid, dimetylsulfoxit hoặc hexametylphosphortriamid riêng rẽ, hoặc trong dung dịch được trộn gồm dung môi phân cực được kết hợp với metanol, etanol, rượu isopropyl, xylen, nước, metylcarbitol, etylcarbitol hoặc chất tương tự có thể được sử dụng.

Bước hiện ảnh có thể được thực hiện bằng phương pháp mà theo đó chất hiện ảnh được phun lên bề mặt màng phủ trong khi để được để yên hoặc được quay, hoặc để được nhúng trong chất hiện ảnh, hoặc để được nhúng trong khi sóng siêu âm được sử dụng ở đó.

Sau khi hiện ảnh, bước xử lý rửa bằng nước có thể được thực hiện. Bước xử lý rửa có thể được thực hiện bằng cách thêm rượu chẳng hạn như rượu etanol hoặc isopropyl hoặc este chẳng hạn như etyl lactat hoặc propylen glycol monometyl ete axetat vào nước.

Tiếp đó, màng từ chế phẩm keo nhão được hóa rắn để biểu lộ tính dẫn điện. Các ví dụ về phương pháp hóa rắn màng từ chế phẩm keo nhão bao gồm làm nóng/làm khô bằng lò, lò dùng khí trơ, tấm nóng, tia hồng ngoại hoặc tương tự và làm khô trong chân không. Nhiệt độ hóa rắn tốt hơn là nằm trong khoảng từ 100 đến 300°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 120 đến 180°C. Khi nhiệt độ làm nóng cao hơn hoặc 120°C, lượng co ngót thể tích có thể được tăng lên, dẫn đến việc giảm điện trở suất riêng. Keo nhão dẫn điện có thể được sử dụng trên đế có độ chịu nhiệt thấp, hoặc được sử dụng kết hợp với vật liệu có độ chịu nhiệt thấp bởi vì độ dẫn điện cao có thể thu được bằng cách hóa rắn ở nhiệt độ tương đối thấp là thấp hơn hoặc bằng 180°C. Theo cách này, mẫu dẫn điện có thể được tạo ra bằng cách thực hiện bước hóa rắn.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Các ví dụ về sáng chế sẽ được mô tả dưới đây, nhưng sáng chế không bị giới hạn chỉ ở các ví dụ này. Nguyên liệu và các phương pháp đánh giá được sử dụng trong các ví dụ thực hiện sáng chế và các ví dụ so sánh là như sau.

Phương pháp đo tỷ số hình dạng

Các tỷ số hình dạng của 100 hạt từ hình ảnh SEM hoặc TEM được xác định, và trị số trung bình của chúng được coi là tỷ số hình dạng của các hạt composit (A).

Phương pháp đánh giá các đặc tính tạo mẫu

Keo nhão dẫn điện được phủ lên trên màng PET để có độ dày sau khi làm khô là 10 μ m, được làm khô trong lò làm khô ở 90°C trong 5 phút, tiếp xúc với ánh sáng qua mặt nạ quang có mẫu truyền ánh sáng có chín đơn vị có các trị số L/S khác nhau, trên đơn vị bao gồm nhóm các đường được bố trí với trị số đường và khoảng trống (L/S) cố định, được hiện ảnh và được hóa rắn ở nhiệt độ 130°C trong 1 giờ để thu được mẫu dẫn điện. Các trị số L/S của các đơn vị này được đặt ở 500/500, 250/250, 100/100, 50/50, 40/40, 30/30, 25/25, 20/20 và 15/15 (mỗi giá trị thể hiện độ rộng (μ m)/khoảng cách (μ m) của đường). Mẫu được quan sát bằng kính hiển vi quang học để xác nhận mẫu không chứa thành phần dư giữa các mẫu và không bị bong tróc mẫu và có trị số L/S nhỏ nhất, và trị số L/S nhỏ nhất này được xác định là trị số L/S cho phép hiện ảnh.

Phương pháp đánh giá điện trở suất riêng

Keo nhão dẫn điện được phủ lên trên màng PET để có độ dày màng khi khô là 10 μ m, được làm khô trong lò làm khô ở 90°C trong 10 phút, tiếp xúc với ánh sáng qua mặt nạ quang có phần truyền ánh sáng A với mẫu được biểu thị trên Fig.1, được hiện ảnh và được hóa rắn ở nhiệt độ 130°C trong 1 giờ để thu được mẫu dẫn điện để đo điện trở suất riêng. Mẫu dẫn điện có độ rộng đường là 0,400mm và độ dài đường là 80mm. Các đầu của mẫu thu được được nối qua máy đo độ điện trở bề mặt để đo giá trị điện trở bề mặt, và điện trở suất riêng được tính bằng cách lắp giá trị đo được vào công thức tính dưới đây. Độ dày màng được đo sử dụng máy vẽ biên dạng loại đầu dò "SURFCOM (nhãn hiệu được đăng ký) 1400" (tên thương mại, được sản xuất bởi TOKYO SEIMITSU CO., LTD.). Độ

dày của màng được đo ở ba vị trí được chọn ngẫu nhiên, và trị số trung bình của độ dày ở ba vị trí được xác định là độ dày của màng. Bước sóng là 1mm, và tốc độ quét là 0,3mm/s. Với độ rộng đường, giá trị trung bình của độ rộng đường ở ba vị trí mà thu được bằng cách quan sát mẫu ở ba vị trí được chọn ngẫu nhiên bằng kính hiển vi quang học và phân tích dữ liệu hình ảnh được xác định là độ rộng đường.

Điện trở suất riêng = giá trị điện trở bề mặt $\times$ độ dày $\times$ độ rộng đường / độ dài đường

Phương pháp đánh giá độ mềm dẻo

Fig.2 thể hiện dưới dạng sơ đồ mẫu được sử dụng trong thử nghiệm độ mềm dẻo. Keo nhão dẫn điện được phủ lên trên màng PET có hình chữ nhật có kích thước 10mm (chiều dài) $\times$ 100 mm (chiều rộng) (chiều dày: 40 μ m) sao cho có độ dày khi khô là 10 μ m, được làm khô trong lò làm khô ở nhiệt độ 90°C trong 10 phút, và tiếp xúc với ánh sáng trong khi mặt nạ quang có phần truyền ánh sáng. Với Mẫu được biểu thị trên Fig.1 được bố trí sao cho phần truyền ánh sáng được định vị ở phần giữa của mẫu, và keo nhão dẫn điện được hiện ảnh và hóa rắn trong lò làm khô ở nhiệt độ 130°C trong 1 giờ để thu được mẫu dẫn điện. Giá trị điện trở được đo sử dụng máy kiểm tra. Sau đó, thao tác uốn của việc tạo cầu nối giữa cạnh ngắn của mẫu B và cạnh ngắn của mẫu C để tiếp xúc với nhau với mẫu được uốn để định vị mẫu dẫn điện luân phiên ở bên trong và bên ngoài và đưa mẫu trở lại trạng thái ban đầu được thực hiện lặp lại 100 lần, sau đó, đo giá trị điện trở bằng máy kiểm tra. Mức phân loại "O" được chỉ định khi lượng thay đổi trị số điện trở là nhỏ hơn hoặc bằng 20% là kết quả của phép đo, và việc nứt, bong tróc và đứt đường trên mẫu, v.v. không xuất hiện trong mẫu dẫn điện, và mức phân loại "x" được chỉ định cho các trường hợp khác.

Phương pháp đánh giá độ tin cậy liên kết với ITO

Keo nhão dẫn điện được phủ lên trên màng dẫn điện trong suốt, trong đó màng PET được phủ bằng cách phun ITO lên trên toàn bộ bề mặt, sao cho có chiều dày khi làm khô là 10 μ m, được làm khô trong lò làm khô ở nhiệt độ 90°C trong 10 phút, tiếp xúc với ánh sáng qua mặt nạ quang có phần truyền ánh sáng A với mẫu được biểu thị trên Fig.3, được hiện ảnh và hóa rắn trong lò làm khô ở

nhệt độ 130°C trong 1 giờ thể thu được mẫu để đánh giá độ tin cậy liên kết với ITO. Mẫu dẫn điện có chiều rộng đường là 100µm và khoảng cách của đường là 5mm, và phần đầu ở dạng vòng tròn có đường kính 2mm. Các phần đầu của mẫu thu được được nối qua máy kiểm tra để đo điện trở ban đầu, và sau đó, mẫu được đặt trong bể định nhiệt-ẩm "LU-113" (tên thương mại, được sản xuất bởi ESPEC CORP.) ở nhiệt độ 85°C và độ ẩm tương đối (RH) 85% trong 500 giờ. Sau đó, mẫu được lấy ra, các phần đầu của nó được nối qua máy kiểm tra lần nữa để đo trị số điện trở, tốc độ thay đổi điện trở được tính bằng cách sử dụng phương trình dưới đây, và mức phân loại "O" được chỉ định khi tốc độ thay đổi điện trở nhỏ hơn hoặc bằng 1,3 trong khi mức phân loại "x" được chỉ định khi tốc độ thay đổi điện trở lớn hơn 1,3.

Tốc độ thay đổi điện trở = trị số điện trở (sau 500 giờ)/ trị số điện trở ban đầu

Vật liệu được sử dụng trong các ví dụ thực hiện sáng chế và các ví dụ so sánh là như sau.

Các hạt (A) được tạo ra bằng cách phủ hợp chất chứa antimon lên trên bề mặt của các hạt vô cơ.

ET-300W (tên thương mại, được sản xuất bởi ISHIHARA SANGYO KAISHA, LTD., các hạt composit được tạo ra bằng cách phủ thiếc oxit pha antimon lên trên vật liệu lõi làm bằng titan oxit, tỷ số hình dạng: 1,1, kích cỡ hạt trung bình trên thể tích: từ 0,03 đến 0,06µm) ET-500W (tên thương mại, được sản xuất bởi ISHIHARA SANGYO KAISHA, LTD., các hạt composit được tạo ra bằng cách phủ thiếc oxit pha antimon lên vật liệu lõi làm bằng titan oxit, tỷ số hình dạng: 1,1, kích cỡ hạt trung bình trên thể tích: từ 0,2 đến 0,3µm) FT-1000 (tên thương mại, được sản xuất bởi ISHIHARA SANGYO KAISHA, LTD., các hạt composit được tạo ra bằng cách phủ thiếc oxit pha antimon lên trên vật liệu lõi làm bằng titan oxit, tỷ số hình dạng: 12,9, kích cỡ hạt trung bình trên thể tích: 0,18µm).

Passtran (nhãn hiệu được đăng ký) 4410 (tên thương mại, được sản xuất bởi MITSUI MINING & SMELTING CO., LTD., các hạt composit được tạo ra

bằng cách phủ thiếc oxit pha antimon lên trên vật liệu lõi làm bằng bari sulfat, tỷ số hình dạng: 1,2, kích cỡ hạt trung bình trên thể tích: $0,1\mu\text{m}$).

Hợp chất (B) có trị số axit nằm trong khoảng từ 30 đến 250mg KOH/g.

KAYARAD (nhãn hiệu được đăng ký) ASP-010 (tên thương mại, được sản xuất bởi Nippon Kayaku Co., Ltd., copolyme có gốc acryl không chứa liên kết đôi không no, trị số axit: 46mg KOH/g, nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh: 60°C (được đo bằng DSC)).

Curalite (nhãn hiệu được đăng ký) 2300 (tên thương mại, được sản xuất bởi Perstorp Company, nhựa có gốc polyeste, trị số axit: 229mg KOH/g, nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh: 45°C (được đo bằng DSC)).

Ví dụ tổng hợp 1

Hợp chất B-1 có trị số axit nằm trong khoảng từ 30 đến 250mg KOH/g

Thành phần nhạy quang thu được bằng sự bổ sung phản ứng của glycidyl metacrylat (GMA) ở lượng 5 phần theo trọng lượng với copolyme của etylacrylat (EA)/2-ethylhexyl metacrylat (2-EHMA)/styren (st)/axit acrylic (AA) (tỷ lệ copolyme hóa: 20 phần theo trọng lượng/40 phần theo trọng lượng/20 phần theo trọng lượng/15 phần theo trọng lượng).

Dietylen glycol monoetyl ete axetat (150g) được thêm vào trong bình phản ứng trong môi trường khí nitơ, và nhiệt độ tăng đến 80°C bằng cách sử dụng bể dầu. Hỗn hợp bao gồm etylacrylat (20g), 2-ethylhexyl metacrylat (40g), styren (20g), axit acrylic (15g), 2,2'-azobisisobutyronitril (0,8g) và dietylen glycol monoetyl ete axetat (10g) được thêm từng giọt trong 1 giờ vào bình phản ứng này. Sau khi hoàn thành việc thêm từng giọt, phản ứng polyme hóa được thực hiện trong 6 giờ. Sau đó, hydroquinone monometylete (1g) được thêm vào để dừng phản ứng polyme hóa. Sau đó, hỗn hợp bao gồm glycidyl metacrylat (5g), trietyl benzyl amoniclorua (1g) và dietylen glycol monoetyl ete axetat (10g) được thêm vào từng giọt trong 0,5 giờ. Sau khi hoàn thành việc thêm từng giọt, phản ứng bổ sung được thực hiện tiếp trong 2 giờ. Dung dịch phản ứng thu được này được lọc bằng methanol để loại bỏ các tạp chất không phản ứng, và được làm khô trong môi trường chân không trong 24 giờ để thu được hợp chất B-1. Hợp chất B-1 thu

được có trị số axit là 103mg KOH/g và nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh là 21,7°C như được xác định từ công thức (1).

Ví dụ tổng hợp 2

Hợp chất B-2 có trị số axit nằm trong khoảng từ 30 đến 250mg KOH/g

Thành phần nhạy quang thu được bằng sự bổ sung phản ứng của glycidyl metacrylat (GMA) ở lượng 5 phần theo trọng lượng với copolyme của bisphenol A diacrylat được cải biến bằng etylen oxit FA-324A (tên sản phẩm, được sản xuất bởi Hitachi Chemical Co., Ltd.)/EA/AA (tỷ lệ copolyme hóa: 50 phần theo trọng lượng/10 phần theo trọng lượng/15 phần theo trọng lượng).

Dietylen glycol monoetyl ete axetat (150g) được thêm vào trong bình phản ứng trong môi trường khí nitơ, và nhiệt độ được nâng lên đến 80°C bằng cách sử dụng bể dầu. Hỗn hợp bao gồm bisphenol A diacrylat được cải biến bằng etylen oxit FA-324A (50g), etyl acrylat (20g), axit acrylic (15g), 2,2'-azobisisobutyronitril (0,8g) và dietylen glycol monoetyl ete axetat (10g) được thêm từng giọt trong 1 giờ vào bình phản ứng. Sau khi hoàn thành việc thêm từng giọt, phản ứng polyme hóa tiếp được thực hiện trong 6 giờ. Sau đó, hydroquinon monometylete (1g) được thêm vào để dừng phản ứng polyme hóa. Sau đó, hỗn hợp bao gồm glycidyl metacrylat (5g), trietyl benzyl amoniclorua (1g) và dietylen glycol monoetyl ete axetat (10g) được thêm từng giọt trong 0,5 giờ. Sau khi hoàn thành việc thêm từng giọt, phản ứng bổ sung được thực hiện tiếp trong 2 giờ. Dung dịch phản ứng thu được này được lọc bằng methanol để loại bỏ các tạp chất không phản ứng, và được làm khô trong môi trường chân không trong 24 giờ để thu được hợp chất B-2. Hợp chất B-2 thu được có trị số axit là 96mg KOH/g và nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh là 19,9°C như được xác định từ công thức (1).

Ví dụ tổng hợp 3

Hợp chất thu được bằng sự bổ sung phản ứng của glycidyl metacrylat (GMA) ở lượng 5 phần theo trọng lượng với copolyme của epoxy este 3000A (được sản xuất bởi KYOEISHA CHEMICAL Co., LTD., khối lượng phân tử: 476,7, chứa mạch chính bisphenol A)/2-ethylhexyl metacrylat (2-EHMA)/styren

(St)/axit acrylic (AA) (Tỷ lệ copolyme hóa: 20 phần theo trọng lượng/40 phần theo trọng lượng/20 phần theo trọng lượng/15 phần theo trọng lượng).

Dietylen glycol monoethyl ete axetat (150g) được thêm vào trong bình phản ứng trong môi trường khí nitơ, và nhiệt độ tăng lên đến 80°C bằng cách sử dụng bể dầu. Hỗn hợp bao gồm epoxy este 3000A (20g), 2-ethylhexyl metacrylat (40g), styren (20g), axit acrylic (15g), 2,2'-azobisisobutyronitril (0.8g) và dietylen glycol monoethyl ete axetat (10g) được thêm từng giọt trong 1 giờ vào bình phản ứng. Sau khi hoàn thành việc thêm từng giọt, phản ứng polyme hóa tiếp được thực hiện trong 6 giờ. Sau đó, hydroquinon monometylete (1g) được thêm vào để dừng phản ứng polyme hóa. Sau đó, hỗn hợp bao gồm glycidyl metacrylat (5g), trietyl benzyl amoniclorua (1g) và dietylen glycol monoethyl ete axetat (10g) được thêm từng giọt trong 0,5 giờ. Sau khi hoàn thành việc thêm từng giọt, phản ứng bổ sung được thực hiện tiếp trong 2 giờ. Dung dịch phản ứng thu được này được lọc bằng methanol để loại bỏ các tạp chất không phản ứng, và được làm khô trong môi trường chân không trong 24 giờ để thu được hợp chất B-3. Hợp chất B-3 thu được có trị số axit là 98mg KOH/g và nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh là 43,2°C như được thu được từ phép đo DSC.

Ví dụ tổng hợp 4

Hợp chất thu được bằng sự bổ sung phản ứng của glycidyl metacrylat (GMA) ở lượng 5 phần theo trọng lượng với copolyme của epoxy este 70PA (được sản xuất bởi KYOEISHA CHEMICAL Co., LTD., khối lượng phân tử: 332,4, epoxy acrylat loại có chuỗi ưa béo)/2-ethylhexyl metacrylat (2-EHMA)/styren (St)/axit acrylic (AA) (Tỷ lệ copolyme hóa: 20 phần theo trọng lượng/40 phần theo trọng lượng/20 phần theo trọng lượng/15 phần theo trọng lượng).

Dietylen glycol monoethyl ete axetat (150g) được thêm vào trong bình phản ứng trong môi trường khí nitơ, và nhiệt độ tăng lên đến 80°C bằng cách sử dụng bể dầu. Hỗn hợp bao gồm epoxy este 70PA (20g), 2-ethylhexyl metacrylat (40g), styren (20g), axit acrylic (15g), 2,2'-azobisisobutyronitril (0.8g) và dietylen glycol monoethyl ete axetat (10g) được thêm từng giọt trong 1 giờ vào bình phản ứng. Sau khi hoàn thành việc thêm từng giọt, phản ứng polyme hóa tiếp được thực hiện

trong 6 giờ. Sau đó, hydroquinon monometylete (1g) được thêm vào để dừng phản ứng polyme hóa. Sau đó, hỗn hợp bao gồm glycidyl metacrylat (5g), trietyl benzyl amoniclorua (1g) và dietylen glycol monoetyl ete axetat (10g) được thêm từng giọt trong 0,5 giờ. Sau khi hoàn thành việc thêm từng giọt, phản ứng bổ sung được thực hiện tiếp trong 2 giờ. Dung dịch phản ứng thu được này được lọc bằng methanol để loại bỏ các tạp chất không phản ứng, và được làm khô trong môi trường chân không trong 24 giờ để thu được hợp chất B-4. Hợp chất B-4 thu được có trị số axit là 96mg KOH/g và nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh là 23,5°C như được thu được từ phép đo DSC.

Ví dụ tổng hợp 5

Epoxy este 3000A (được sản xuất bởi KYOEISHA CHEMICAL Co., LTD., khối lượng phân tử: 476,7, có mạch chính bisphenol A) (200g), dietylen glycol monoetyl ete axetat (500g) làm chất xúc tác phản ứng, 2-metylhydroquinon (0,5g) làm chất ức chế polyme hóa nhờ nhiệt và axit dihydroxypropionic (75g) làm hợp chất diol có nhóm carboxyl (khối lượng phân tử: 106,1) được thêm vào bình phản ứng, và nhiệt độ được nâng lên đến 45°C. Hexametylendiisoxyanat (khối lượng phân tử: 168,2) (84,1g) được thêm từng giọt, dần dần vào dung dịch này sao cho nhiệt độ phản ứng không vượt quá 50°C. Sau khi thêm từng giọt, nhiệt độ được nâng lên đến 80°C, và hỗn hợp phản ứng trong 6 giờ cho đến khi sự hấp thụ khoảng 2250cm⁻¹ được xác nhận là biến mất bởi phương pháp đo quang phổ hấp thụ hồng ngoại. 165g glycidyl metacrylat (khối lượng phân tử 142,2) trong phân tử được thêm vào dung dịch này, sau đó, nhiệt độ được tăng lên đến 95°C, và hỗn hợp phản ứng trong 6 giờ để thu được hợp chất B-5. Thu được dung dịch chứa nhựa 51,2%wt của hợp chất B-5 thu được này. Hợp chất B-5 thu được có trị số axit là 89mg KOH/g và nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh là 27,2°C như được thu được từ phép đo DSC.

Chất trám dẫn điện (C)

Chất trám có nguyên liệu và kích cỡ hạt trung bình trên thể tích được mô tả trong bảng 1 được sử dụng. Kích cỡ hạt trung bình trên thể tích được xác định bằng phương pháp sau.

Chất khơi mào quang polyme hóa (D)

IRGACURE (nhãn hiệu được đăng ký) 369 (tên thương mại, được sản xuất bởi Ciba Japan K.K.)

Đo kích cỡ hạt trung bình trên thể tích

Kích cỡ hạt trung bình trên thể tích của chất trám dẫn điện (C) được đo bằng cách sử dụng máy đo phân bố cỡ hạt ánh xạ ánh sáng động học được sản xuất bởi HORIBA, Ltd.

Monome: Acrylat nhẹ BP-4EA (được sản xuất bởi KYOEISHA CHEMICAL Co., Ltd.)

Dung môi: dietylen glycol monoethyl ete axetat (được sản xuất bởi Tokyo Chemical Industry Co., Ltd.)

Hợp chất chứa antimon mà không bao gồm các hạt vô cơ và các hạt thiếc oxit dẫn điện SN-100P (tên thương mại, được sản xuất bởi ISHIHARA SANGYO KAISHA, LTD.) SN-10P (tên thương mại, được sản xuất bởi ISHIHARA SANGYO KAISHA, LTD.) T-1 (tên thương mại, được sản xuất bởi Mitsubishi Materials Electronic Chemicals Co., Ltd.)

Ví dụ 1

Hợp chất B-1 (10,0g), chất khơi mào quang polyme hóa IRGACURE (nhãn hiệu được đăng ký) 369 (được sản xuất bởi Ciba Japan K.K.) (0,50g) và dietylen glycol monoethyl ete axetat (5,0g) được thêm vào chai sạch dung tích 100mL, và được trộn bởi "AwatoriRentaro" (nhãn hiệu được đăng ký; tên thương mại, ARE-310, được sản xuất bởi THINKY CORPORATION) để thu được dung dịch nhựa (15,5g) (hàm lượng chất rắn: 67,7% theo trọng lượng).

Dung dịch nhựa thu được (10,7g), các hạt Ag có kích cỡ hạt trung bình là 2 μ m (50,0g) được trộn cùng với nhau, và ET-300W (được sản xuất bởi ISHIHARA SANGYO KAISHA, LTD.) (0,87g) được trộn cùng với nhau, và hỗn hợp được nhào trộn bằng cách sử dụng máy cán ba trục cán "EXAKT M-50" (tên thương mại, được sản xuất bởi EXAKT Company) để thu được 61,6g keo nhão dẫn điện.

Keo nhão thu được này được phủ lên trên màng PET có chiều dày màng là 100 μ m bằng phương pháp in lưới, và được làm khô trong lò làm khô ở 90°C trong 10 phút. Sau đó, keo nhão được tiếp xúc với ánh sáng trên tất cả các đường ở mức

độ tiếp xúc là $200\text{mJ}/\text{cm}^2$ (ở bước sóng 365nm) sử dụng thiết bị phơi sáng "PEM-6M" (tên thương mại, được sản xuất bởi UNION OPTICAL CO., LTD.), được trải qua bước nhúng vào dung dịch hiện ảnh Na_2CO_3 0,25% trong 50 giây, rửa bằng nước siêu tinh khiết, và sau đó hóa rắn trong lò làm khô ở 140°C trong 30 phút. Mẫu- mẫu dẫn điện đã được xử lý có chiều dày màng là $10\mu\text{m}$. Mẫu đường và không gian (L/S) của mẫu dẫn điện được quan sát bằng kính hiển vi quang học để xác nhận rằng mẫu dẫn điện một cách thích hợp là mẫu –được xử lý mà không có phần dư giữa các mẫu và không có sự bong tróc mẫu khi L/S nhỏ hơn hoặc bằng $20/20\mu\text{m}$. Điện trở suất riêng của mẫu dẫn điện được đo là $6,7 \times 10^{-5} \Omega\text{cm}$. Vì có sự mềm dẻo, nứt và đứt gãy đường không xuất hiện, và thu được các kết quả tốt. Để đánh giá độ tin cậy liên kết với ITO, điện trở ban đầu là $38,4\Omega$, điện trở sau 500 giờ trong môi trường ở nhiệt độ 85°C và độ ẩm tương đối $\text{RH}=85\%$ là $39,4\Omega$, và do đó tỷ lệ thay đổi là 1,03.

Các ví dụ từ 2 đến 11

Keo nhão dẫn điện với thành phần được biểu thị trong bảng 1 được tạo ra theo cách giống với ví dụ 1. Các kết quả đánh giá được biểu thị trong bảng 2.

Các ví dụ so sánh từ 1 đến 3

Keo nhão dẫn điện với thành phần được biểu thị trong bảng 1 được tạo ra theo cách giống với ví dụ 1. Các kết quả đánh giá được biểu thị trong bảng 2.

Bảng 1

	Hạt (A) được tạo ra bằng cách phủ hợp chất chứa antimon lên bề mặt của hạt vô cơ		Hợp chất (B)	Chất khơi mào quang polyme hóa (C)		Chất trám dẫn điện (D)			Monome		Dung môi	
	Loại	Lượng được thêm vào (% trọng lượng) tính trên 100 phần trọng lượng của hàm lượng chất rắn trong keo nhão		Loại	Lượng được thêm vào (% trọng lượng) tính trên 100 phần trọng lượng của hàm lượng chất rắn trong keo nhão	Loại	Kích thước hạt trung bình (m)	Loại	Lượng được thêm vào (% trọng lượng) tính trên 100 phần trọng lượng của hàm lượng chất rắn trong keo nhão	Loại	Lượng được thêm vào (% trọng lượng) tính trên 100 phần trọng lượng của hàm lượng chất rắn trong keo nhão	Loại
Ví dụ 1	ET-300W	1,5	B-1	IRGACURE 369	5	Ag	2,0	BP-4EA	20	Dietylen glycol monoethyl ete axetat	50	Dietylen glycol monoethyl ete axetat
Ví dụ 2	ET-500W	1,5	B-1	IRGACURE 369	5	Ag	2,0	BP-4EA	20	Dietylen glycol monoethyl ete axetat	50	Dietylen glycol monoethyl ete axetat
Ví dụ 3	FT-1000	1,5	B-1	IRGACURE 369	5	Ag	2,0	BP-4EA	20	Dietylen glycol monoethyl ete axetat	50	Dietylen glycol monoethyl ete axetat
Ví dụ 4	Passtran 4410	1,5	B-1	IRGACURE 369	5	Ag	2,0	BP-4EA	20	Dietylen glycol monoethyl ete axetat	50	Dietylen glycol monoethyl ete axetat

Ví dụ 5	FT- 1000	0,5	B-1	IRGAC URE 369	5	86	Ag	2,0	BP-4EA	20	Dietylen glycol monoetyl ete axetat	50
Ví dụ 6	FT- 1000	1,5	B-2	IRGAC URE 369	5	86	Ag	2,0	-	-	Dietylen glycol monoetyl ete axetat	50
Ví dụ 7	FT- 1000	1,5	B-3	IRGAC URE 369	5	86	Ag	2,0	BP-4EA	20	Dietylen glycol monoetyl ete axetat	50
Ví dụ 8	FT- 1000	1,5	B-4	IRGAC URE 369	5	86	Ag	2,0	BP-4EA	20	Dietylen glycol monoetyl ete axetat	50
Ví dụ 9	FT- 1000	1,5	B-5	IRGAC URE 369	5	86	Ag	2,0	BP-4EA	20	Dietylen glycol monoetyl ete axetat	50
Ví dụ 10	ET- 500W	1,5	KAYA RAD ASP- 010	-	-	86	Ag	2,0	-	-	Dietylen glycol monoetyl ete axetat	50
Ví dụ 11	ET- 500W	1,5	Curalite 2300	-	-	86	Ag	2,0	-	-	Dietylen glycol monoetyl ete axetat	50
Ví dụ so sánh 1	SN- 100P	1,5	B-1	IRGAC URE 369	5	86	Ag	2,0	BP-4EA	20	Dietylen glycol monoetyl ete axetat	50

Ví dụ so sánh 2	FS-10P	1,5	B-2	IRGAC URE 369	5	86	Ag	2,0	BP-4EA	20	Dietylen glycol monoetyl ete axetat	50
Ví dụ so sánh 3	T-1	1,5	B-2	IRGAC URE 369	5	86	Ag	2,0	BP-4EA	20	Dietylen glycol monoetyl ete axetat	50

Bảng 2

	Điều kiện sản xuất		Đặc tính của cấu trúc dẫn điện						
			Điện trở suất riêng (Ωcm)	Độ đàn hồi	Độ tin cậy liên kết với ITO				
	Đế	Điều kiện xử lý			L/S cho phép hiện ảnh (μm)	Giá trị điện trở ban đầu (Ω)	Giá trị điện trở sau 500 giờ (Ω)	Tỷ lệ thay đổi điện trở	Đánh giá
Ví dụ 1	Màng PET	140°C x 30 phút	○	$6,7 \times 10^{-5}$	20/20	38,4	39,4	1,21	○
Ví dụ 2	Màng PET	140°C x 30 phút	○	$7,4 \times 10^{-5}$	20/20	37,7	39,5	1,25	○
Ví dụ 3	Màng PET	140°C x 30 phút	○	$6,6 \times 10^{-5}$	20/20	38,2	38,8	1,03	○
Ví dụ 4	Màng PET	140°C x 30 phút	○	$7,1 \times 10^{-5}$	20/20	39,9	41,2	1,26	○
Ví dụ 5	Màng PET	140°C x 30 phút	○	$5,6 \times 10^{-5}$	20/20	38,2	38,9	1,08	○
Ví dụ 6	Màng PET	140°C x 30 phút	○	$6,5 \times 10^{-5}$	20/20	38,2	39,6	1,03	○
Ví dụ 7	Màng PET	140°C x 30 phút	○	$5,2 \times 10^{-5}$	20/20	38,2	39,1	1,02	○
Ví dụ 8	Màng PET	140°C x 30 phút	○	$4,9 \times 10^{-5}$	20/20	38,1	38,7	1,02	○
Ví dụ 9	Màng PET	140°C x 30 phút	○	$5,5 \times 10^{-5}$	20/20	38,2	38,9	1,02	○
Ví dụ 10	Màng PET	140°C x 30 phút	○	$6,1 \times 10^{-5}$	-	38,8	49,7	1,28	○
Ví dụ 11	Màng PET	140°C x 30 phút	○	$5,7 \times 10^{-5}$	-	39,3	48,7	1,24	○
Ví dụ so sánh 1	Màng PET	140°C x 30 phút	○	$6,4 \times 10^{-5}$	Tạo ra phần thừa	40,2	71,9	1,79	×
Ví dụ so sánh 2	Màng PET	140°C x 30 phút	○	$7,4 \times 10^{-5}$	Tạo ra phần thừa	39,2	89,4	2,28	×
Ví dụ so sánh 3	Màng PET	140°C x 30 phút	○	$6,4 \times 10^{-5}$	Tạo ra phần thừa	38,8	83,3	2,15	×

Tất cả các keo nhão dẫn điện thu được từ các ví dụ từ 1 đến 11 có các đặc tính tạo mẫu và độ tin cậy liên kết ưu việt, nhưng tất cả các keo nhão dẫn điện thu được từ các ví dụ so sánh 1 đến 3 có các đặc tính tạo mẫu kém với các phần thừa được tạo ra ngay cả trong mẫu có L/S bằng 500 μ m/500 μ m, và có tốc độ thay đổi điện trở cao và vì vậy, độ tin cậy liên kết kém.

Danh mục số chỉ dẫn

- A Phần truyền ánh sáng
- B, C Cạnh ngắn của mẫu
- D Mẫu dẫn điện
- E Màng PET

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp tạo ra mẫu dẫn điện, trong đó, keo nhão dẫn điện bao gồm: hạt composit (A) được tạo ra bằng cách phủ hợp chất chứa antimon lên bề mặt vật liệu lõi được tạo thành từ nguyên liệu vô cơ; polyme (B) có trị số axit nằm trong khoảng từ 30 đến 250 mg KOH/g; và chất trám dẫn điện (C), được phủ lên trên nền, được phơi sáng, được hiện hình, và sau đó được hóa rắn ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 100°C hoặc cao hơn và 300°C hoặc thấp hơn, trong đó hợp chất chứa antimon là thiếc oxit pha antimon.

1/1

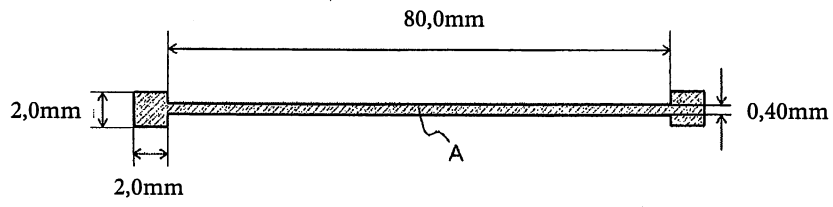


Fig.1

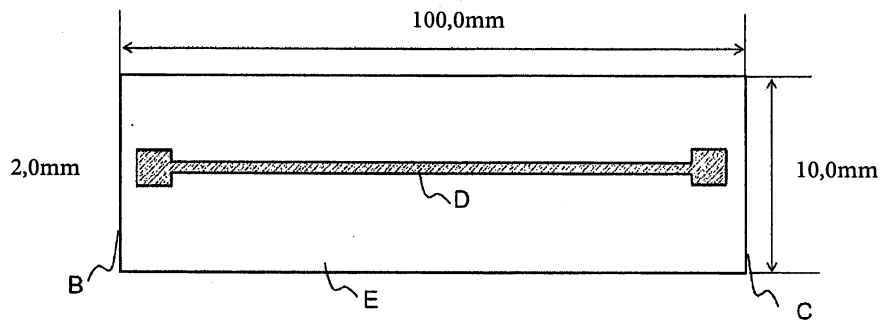


Fig.2

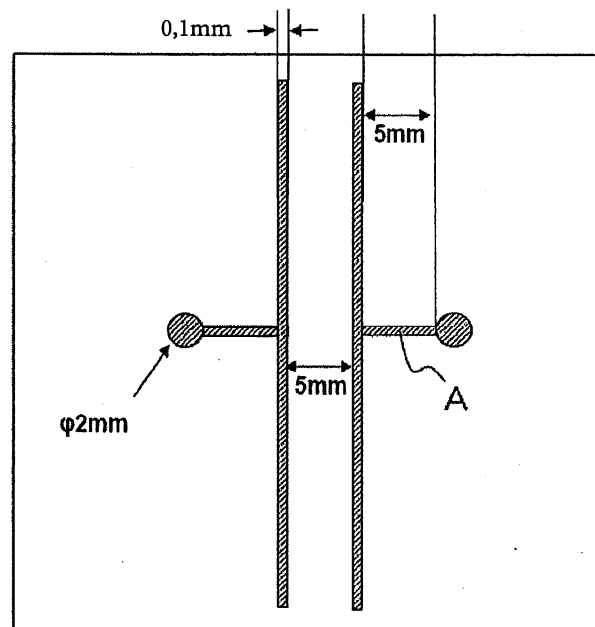


Fig.3