

電子機器の電極パターンニングに適した新規無機インクの開発

育成研究：JSTイノベーションサテライト岩手 平成20年度採択課題
「電子機器の電極パターンニングに適した新規無機インクの開発」

代表研究者：山形大学大学院理工学研究科 教授 山本 修



■ 研究概要

電子機器に使用される電極パターンニング技術は、希少金属インジウムを効率的に使用できるインクジェット法が提案されているが、インクジェットに好適なインクは開発されていない。本研究では、インクジェット法に適した導電性インクを開発し、実用化に向けた抵抗率・透過率等の物性を明らかにした。

研究内容、研究成果

薄型・大型化が急速に進む液晶ディスプレイ等の電子機器に搭載される次世代薄膜トランジスタの製品化において、その電極パターンニング技術は希少金属のインジウムを効率的に使用できるインクジェット法が提案されている。しかし、インクジェット法の条件を満たすインクは開発されていない。本研究において、インクジェット法に適した導電性インクを開発し、実用化を進めることを最終目標としている。これまでに、長期保存性、有機炭素無含有、高濡れ性、300 以下での結晶化及び形成薄膜の高い透過率と導電率を示す新規インジウムスズ酸化物(ITO)電極形成用無機インクを、塩化物のエタノール溶液のオゾンガス処理とアルカリ溶液の添加量の制御により開発することに成功しているが、インクの分子構造の同定、ナノITO微粒子とインクとの複合化、導電率の改善に関して十分な知見が得られていない。さらに、スパッタリング法のように希少元素であるインジウムの損失が大きい形成方法からの転換を図るべきであり、ITOの形成を液相法、例えばインクジェット法などで行うことができるならば、近年の希少元素の有効利用が可能となる。

そこで、(1)ITOインクの分子構造及び結晶に至る詳細な検討ならびに、(2)インクから形成した薄膜の 10^2 cm以下の抵抗率及び90%以上の透過率の達成、(3)インクとの複合化に適したITOナノ微粒子(50nm以下)の合成手法の確立をするとともに、(4)好適インクによる商用インクジェットプリンター(試作品)でのパターンニング予備試験を行い、アライアンスを模索・実行ことを目標として、以下の4項目を実施した。なお、これら項目のなかで、作製したインクを実装したプリント試験によるパターンニングを行い、インクに適したプリンター機構を明確にするとともに、アライアンスの模索と適用機器のマトリックスを作成した。さらに、抵抗率・透過率に関する当初目標値は研究2年目で達成したため、さらに低抵抗率となるインクの開発に着手した。

インクの分子構造及び結晶化に関して、本研究で調製したインクには新規のインジウム錯体を含むこと、この錯体を含むインクを用いることによって200 の加熱処理で結晶性ITO薄膜が得られることを明らかにした。

インクを用いて形成されたITO薄膜の抵抗率は、200 加熱処理で 10^4 cm程度、透過率は90%であった。しかし、低抵抗率化を目指したITOナノ微粒子複合インクにおいては、抵抗率が 10^1 cm程度となり、透過率は90%であった。これらの結果は、当初目標値を達成している。

ITOナノ微粒子複合インクの合成手法の確立は予定通りに行うことができ、高結晶性ITOナノ微粒子分散液を開発にも成功した。

インクジェットプリント試験は、インクのみの場合、ヘッド付近での硬化が早く、目詰まりを生じた。そこで、ITOナノ微粒子複合インク(エタノールベース)を試験した。結果として、10分程度の射出に成功したが、インクジェットプリントには適さないことが判明し、複合インクの改良を行った。新規に開発したITOナノ微粒子複合インク(高沸点溶媒型)は射出時間も延び、プリント試験を行ったインクジェットプリントの試験企業から、インクジェットプリントに適したインクとなる可能性が示唆された。

本研究で開発したITOインクは2種類である。1つは、スピコーティング法やキャスト法に適

したエタノールベースのITOナノ微粒子複合インク、もう1つはインクジェットプリント法に適した高沸点溶媒ベースのITOナノ微粒子複合インクである。これら開発したインクの最大の特徴は、基材に対して高い接着性を有することである。現時点のインク性能を考えると、赤外線遮断、TFTディスプレイや太陽電池に適用できる。

今後の展開、将来の展望

一般的なITOインク、ITO分散液の製造方法としては、ITO粉末を高温焼成にて結晶化し粉碎した後、分散剤を使用して適度な溶媒に分散させ、インクとするケースや、ゾルゲル法によりITO微粒子粉末を液層にて合成し、適度な溶媒に分散させてインクとするケースなどがある。また、最近では金属インジウムを蒸発、高沸点溶媒中に分散させる特殊な製造方法もある。

最近になってこの様に様々な方法が提案されているが、殆どの場合ITO粉末を使用しインク形成技術である。しかし、インクジェット技術での工業化を考慮した場合、吐出口の目詰まり改善、配線の細線化などの技術的要求から、シングルナノサイズの粒子を使用したインクあるいは、完全液体のインクに向かうものと考えられる。

上記のように透明電極のインクジェット化が進めば、その特性上資源の保全にもつながる。また、同時に技術開発が進行中に、リサイクル技術も開発することで資源の有効活用をはかっていく。つまり、本研究で開発するITOインクは、薄膜トランジスタのパターンニングに対して高価で希少なインジウムを効率よく使用できるものである。

また、想定されるITOインクの市場動向として、インジウム資源の枯渇問題及びインクジェット技術の工業化の進展も考慮すると、以下の4つの展開が考えられる。

- 1.当初はインクジェット技術を利用し、全面塗布からスタート。タッチパネル等の比較的仕様が厳しくない分野で徐々に技術浸透。
- 2.インクジェット技術が向上するも、信頼性確保のため、比較的広い配線ラインの成膜(安価な液晶ディスプレイ等)でオンデマンド塗布が実現。
- 3.上記2番目の信頼性が実証された後、液晶ディスプレイ用の透明電極配線に採用。
- 4.ITOインクの更なる改良が進み、150~200 で導電性が発現でき、樹脂フィルム上での形成が可能となって、一気に電子ペーパーへの採用が進む。

当初想定した製品の特徴は、(1)希少金属インジウムの高効率利用、(2)製造コストダウン、(3)あらゆる基材に低温加熱でITO薄膜が形成できる、であり、この想定条件を十分に満たせば、電子機器メーカーはITOインクの採用し、安価な機器を製造でき、高価で真空技術を用いる従来のスパッタリング法から脱却すると考えていた。しかし、用途によってはスパッタリング法で製造したITO薄膜の物性(低抵抗率($10^{-2} \sim 10^{-3}$ cm)、高透過率(98%以上))に匹敵することが最重要課題であることが判った。

電子機器へのITO薄膜の適用は、国内の経済状況に強く依存し、研究当初と現在では大きく変化している。刻々と変わる国内ニーズと経済状況に素早く対応する必要があった。

本研究の成果を考えると、本研究で開発したITOインクは、比較的大面積で湾曲した基材に対して容易に適用できると予想される。従って、開発したITOインクのメリットを生かすと、自動車のフロントガラスにITO薄膜を形成し、静電防止材や赤外線遮断材としての利用も有力である。

事業化への課題は、高沸点溶媒ベースのITOナノ微粒子複合インクがインクジェットプリントに適用できるものとして有力であるが、射出時間の延長が必要である。そのため、平成25年中期末までに溶媒の変更などによるインクの最適化研究が必要となっている。

これに対して、エタノールベースのITOナノ微粒子複合インクは、キャスト法で使用できるため、ガラスメーカーや自動車産業などにアライアンスを模索していく必要がある。

上記した2点を解決できれば、販売体制が確立できると考えられる。

本研究で開発したインクは、従来の溶液法と比較して低温加熱での低抵抗率や高透過率など高いパフォーマンスを有している。電子機器分野への適用は難しいが、この高いパフォーマンスを最大限に生かす分野としては、赤外線遮断や帯電防止になる。特に、開発したインクは極めて強固に接着するので、自動車のガラス部位、住宅やビルの窓ガラス、ガソリンスタンドなどの耐電防止が必要な場所、などであり、開発インクは製品や構造物の外見を変えることなく適用ができる。電子機器製造メーカーだけでなく、上記した分野にもアプローチして付加価値製品の開発・製造につながる事が重要となる。

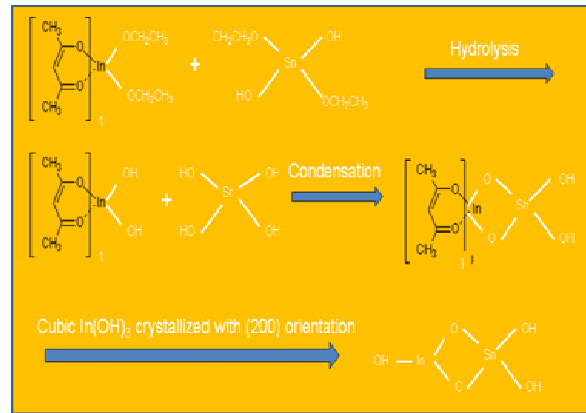


図1 開発インクから薄膜形成までの構造変化

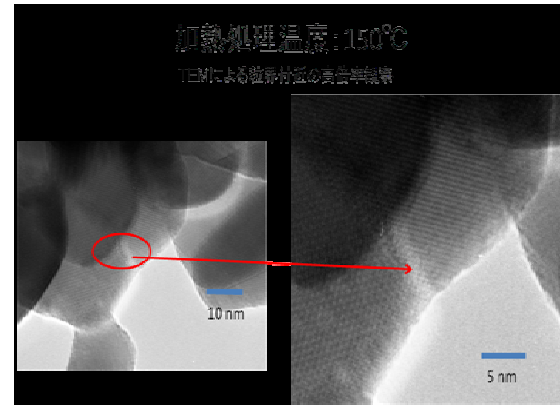


図2 ITO 薄膜の微構造 (透過型電子顕微鏡観察)

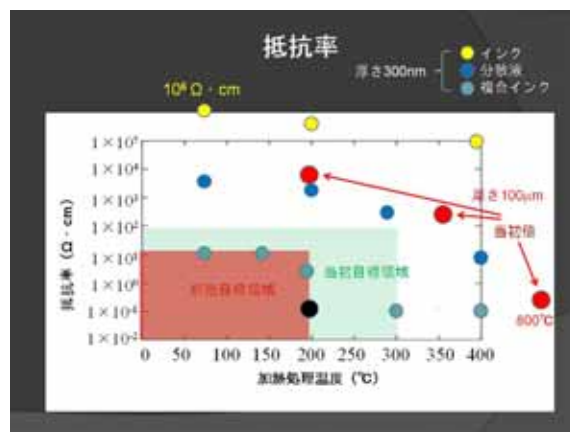


図3 インク, ITO 分散液及び開発インク(複合インク)から形成 ITO 薄膜の抵抗率



図4 本研究で開発したインクジェット用インク (塗料)

■ 研究体制

- ◆ **代表研究者**
山形大学大学院理工学研究科 教授 山本 修
- ◆ **研究者**
加藤純雄 (秋田大学) 白石真也 (三菱マテリアル電子化成 (株))
萩原正弘 (三菱マテリアル電子化成 (株))
- ◆ **共同研究機関**
秋田大学
三菱マテリアル電子化成 (株)

■ 研究期間

平成 21 年 4 月 ~ 平成 24 年 3 月