

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 368 743**

51 Int. Cl.:  
**B22F 9/24** (2006.01)  
**B22F 1/00** (2006.01)  
**H01B 5/16** (2006.01)  
**H01B 5/00** (2006.01)  
**B82B 3/00** (2006.01)  
**C08F 222/02** (2006.01)  
**H01F 1/06** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **05737372 .2**  
 96 Fecha de presentación: **27.04.2005**  
 97 Número de publicación de la solicitud: **1743723**  
 97 Fecha de publicación de la solicitud: **17.01.2007**

54 Título: **PROCESO PARA LA PRODUCCIÓN DE POLVOS METÁLICOS DE CADENA, POLVOS METÁLICOS DE CADENA PRODUCIDOS DE ESTA FORMA, Y PELÍCULAS CONDUCTORAS ANISOTRÓPICAS FABRICADAS MEDIANTE EL USO DE LOS POLVOS.**

30 Prioridad:  
 30.04.2004 JP 2004136583  
 10.05.2004 JP 2004140326

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
 21.11.2011

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
 21.11.2011

73 Titular/es:  
**SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD.**  
**5-33 KITAHAMA 4-CHOME, CHUO-KU**  
**OSAKA-SHI, OSAKA 541-0041, JP**

72 Inventor/es:  
**KUWABARA, Tetsuya;**  
**TOSHIOKA, Hideaki;**  
**KASHIHARA, Hideki;**  
**KOYAMA, Keiji y**  
**SAKAI, Takashi**

74 Agente: **Ungría López, Javier**

ES 2 368 743 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

**DESCRIPCIÓN**

Proceso para la producción de polvos metálicos de cadena, polvos metálicos de cadena producidos de esta forma, y películas conductoras anisotrópicas fabricadas mediante el uso de los polvos

**Campo técnico**

La presente invención se refiere a un proceso para la producción de polvos metálicos de cadena que tienen una forma en la que se unen gran cantidad de partículas metálicas finas en forma de cadena, polvos metálicos de cadena producidos de esta forma, y una película conductora anisotrópica formada mediante el uso de los polvos metálicos de cadena.

**Antecedentes de la técnica**

Una película conductora anisotrópica se usa en uno de los procesos para montaje de componentes electrónicos, con lo que un paquete semiconductor se monta en una placa de cableado impreso, o circuitos conductores formados sobre las superficies de dos placas de cableado impreso, están conectadas eléctricamente entre sí, y las dos placas de cableado impreso se aseguran una con respecto a la otra.

En el caso del montaje de un paquete semiconductor, por ejemplo, un paquete semiconductor que tiene una sección de conexión donde una pluralidad de electrodos, denominados resaltes, se disponen sobre una superficie del mismo, que se va a colocar sobre una placa de cableado impreso para montaje en la misma, y una placa de cableado impreso que tiene una sección de conexión en la que están dispuestos una pluralidad de electrodos, con el mismo espaciado al que se preparan los resaltes. El paquete semiconductor y la placa de cableado impreso se disponen de modo que las secciones de conexión de los mismos quedan frente a frente, con los electrodos correspondientes en ambas secciones de conexión alineados para solapar uno a uno en la dirección del plano de la película, y unidos juntos mediante unión térmica con una película semiconductor anisotrópica interpuesta entre ellos, montando de esta forma el paquete semiconductor sobre la placa de cableado impreso.

En el caso de conectar dos placas de cableado impreso, se preparan dos placas de cableado impreso, cada una de las cuales tiene una sección de conexión en la que se disponen una pluralidad de electrodos, con el mismo espaciado. Las dos placas de cableado impreso se disponen de modo que ambas secciones de conexión de las mismas queden frente a frente, con los electrodos correspondientes en ambas secciones de conexión alineados para solapar uno a uno en la dirección del plano de la película, y están unidas juntas mediante unión térmica con una película semiconductor anisotrópica interpuesta entre ellas, conectando de esta forma los circuitos conductores en ambos lados y asegurando las dos placas de cableado impreso una con respecto a la otra.

La película conductora anisotrópica usada en el montaje de componentes electrónicos normalmente tiene tal estructura como un componente conductor en polvo que se dispersa en una película que contiene un adhesivo de diversas resinas y tiene una propiedad de adhesión sensible al calor. La relación de contenido del componente conductor en la película conductora anisotrópica se controla para que tenga mayor resistencia conductora (denominada "resistencia de aislamiento") en la dirección del plano, con el fin de evitar cortocircuitos en la dirección del plano de la película, es decir, para evitar que cada par de electrodos opuestos enfrentados entre sí con la película, con interposición de la película entre ellos, experimenten cortocircuitos con otro par de electrodos adyacentes dentro de la superficie

Cuando la película conductora anisotrópica se usa en unión térmica, como la película conductora anisotrópica se comprime en la dirección del espesor por el calor y la presión aplicados a la misma, la relación de contenido del componente conductor en la dirección del espesor aumenta, de modo que los polvos conductores de la electricidad se acercan o se ponen en contacto unos con otros para formar una red de conductividad eléctrica. Como resultado, la resistencia conductora (denominada "resistencia a la conexión") de la película conductora anisotrópica en la dirección del espesor disminuye. Sin embargo, como la relación de contenido del componente conductor en la dirección del plano de la película conductora anisotrópica no aumenta, el estado inicial en el que la resistencia de aislamiento es alta y la conductividad eléctrica es baja se mantiene en la dirección del plano.

Así, la película conductora anisotrópica tiene una propiedad de conductividad eléctrica anisotrópica, en concreto, la resistencia a la conexión es baja en la dirección del espesor y la resistencia de aislamiento es alta en la dirección del plano. Esta propiedad de la conductividad eléctrica anisotrópica permite lo siguiente:

- [A] mientras se mantiene cada par de electrodos opuestos independiente de los demás mediante la prevención de cortocircuito de los electrodos en la dirección del plano de la película;
- [B] establecer una buena conexión conductora eléctrica entre cada par de electrodos opuestos que se enfrentan entre sí a través de la película. Al mismo tiempo, también es posible asegurar un paquete semiconductor en una placa de cableado impreso mediante unión térmica o asegurar placas de cableado impreso unas respecto a las otras mediante unión térmica, por la propiedad de adhesión sensible al calor de la propia película conductora anisotrópica. Como resultado, el uso de la película conductora anisotrópica hace la operación más simple para

montar los componentes electrónicos.

Se han utilizado con un uso práctico diversos polvos metálicos como componente conductor contenido en la película conductora anisotrópica, tales como aquellos que consisten en polvos de una forma tal como gránulos, esferas o láminas (escama, copo) que tienen un diámetro medio de partícula que varía de varios micrómetros a varias decenas de micrómetros. Particularmente en los últimos años la atención se ha dirigido a un polvo metálico de cadena que tiene una forma en la que las partículas metálicas finas se unen en forma de una cadena.

Como el polvo metálico de cadena tiene mayor área superficial específica que un polvo granular, este tiene una excelente dispersabilidad del aglutinante. Y tiene una mayor relación de aspecto, tendiendo los polvos metálicos de cadenas adyacentes a conectarse entre sí para formar fácilmente una red de buena conductividad eléctrica mientras se dispersan en la película. Por consiguiente, el polvo metálico de cadena usado como un componente conductor hace posible la formación de una película conductora anisotrópica que tiene mejor conductividad eléctrica en la dirección del espesor, con menor cantidad de relleno que en el caso de los polvos convencionales.

También en caso de que el polvo metálico de cadena contenga un metal ferromagnético como se describe en lo sucesivo en el presente documento, tras la aplicación de un campo magnético, el polvo metálico de cadena se orienta por consiguiente en una dirección determinada. Por ejemplo, también es posible mejorar aún más la conductividad eléctrica de la película conductora anisotrópica mediante la aplicación de un campo magnético en el proceso para la producción de la película conductora anisotrópica, orientando de esta forma el polvo metálico de cadena en la dirección del espesor de la película.

Con el fin de tener el polvo metálico de cadena orientado en la dirección del espesor de la película, por ejemplo, puede emplearse un proceso tal como para producir la película conductora anisotrópica mediante la aplicación de una mezcla líquida que contiene un polvo metálico de cadena y un aglutinante sobre una superficie plana y solidificando la mezcla mediante secado u otros medios, mientras se aplica un campo magnético a la mezcla que se ha dispersado sobre la superficie plana y que no ha solidificado todavía, de esta forma solidificando la mezcla en el estado en el que el polvo metálico de cadena se orienta en la dirección del espesor, para fijar la dirección de orientación del polvo metálico de cadena.

El uso del polvo metálico de cadena también hace posible producir una pasta conductora de la electricidad que permite formar una película conductora de la electricidad que tiene mejor conductividad eléctrica, una hoja conductora de la electricidad que tiene mayor conductividad eléctrica o un compuesto de material activo para una batería que tiene excelente capacidad de almacenamiento, mientras se usa una menor cantidad de relleno que en el caso de las convencionales. También se pueden abrir aplicaciones sin precedentes mediante el uso de la peculiar forma de las partículas del polvo metálico de cadena, en campos tales como condensadores, catalizadores, materiales de blindaje electromagnético, etc.

Se puede producir un polvo metálico de cadena que contiene un metal ferromagnético tal como Ni, Fe o Co, o una aleación de los mismos mediante el método de deposición por reducción, de acuerdo con el cual, muchas de las partículas metálicas finas se depositan por la acción de un agente reductor en una solución acuosa que contiene iones de estos metales. Las partículas metálicas finas de tamaño sub-micrométrico, hechas del metal ferromagnético o de la aleación en la primera etapa de la deposición, tienen una estructura de dominio magnético única o una estructura similar y, por lo tanto, se polarizan de forma sencilla en el estado bipolar para exhibir magnetismo. Muchas partículas metálicas que exhiben magnetismo se unen en forma de cadena a través del magnetismo, formando de esta forma el polvo metálico de cadena. Cuando el metal además se deposita para cubrir la gran cantidad de partículas metálicas que se unen en forma de cadena, se forma un polvo metálico de cadena que une las partículas metálicas más firmemente entre sí.

Sin embargo, el polvo metálico de cadena del método convencional de deposición por reducción sólo produce una configuración tal como una forma ramificada, en la que muchas cadenas están ramificadas hacia fuera o, incluso cuando hay pocas ramas, una forma curvada en la que las cadenas se doblan significativamente o se doblan varias veces. No obstante, los polvos metálicos de cadena pueden ser útiles, por ejemplo, en la formación de una buena red de conductividad eléctrica en un aglutinante. Con el fin de hacer un mejor uso de la peculiar configuración de cadena, si embargo, es preferible producir un polvo metálico de cadena que no tenga sólo pocas cadenas sino que tenga también una forma lineal o cercana a ella. También es importante que el polvo metálico de cadena que consiste en forma lineal tenga una pequeña distribución de la longitud de cadena, con el fin de igualar las propiedades cuando se orientan muchos polvos metálicos de cadena en la misma dirección.

Por ejemplo, la conductividad eléctrica anisotrópica de la misma representa la película conductora anisotrópica mediante la orientación de gran cantidad de polvos metálicos de cadena en la dirección del espesor. Con respecto a la película conductora anisotrópica que tiene una estructura tal con el fin de evitar de manera fiable cortocircuitos entre electrodos adyacentes que se disponen en su espaciado más estrecho en las secciones de conexión de los componentes electrónicos y la placa de cableado impreso, se requiere que:

[C] polvos metálicos de cadena adyacentes contenidos en la película no formen una red de conductividad eléctrica debida a la ramificación, es decir, que los polvos tengan tan pocas ramas como sea posible, y

[D] los polvos metálicos de cadena orientados en la dirección del espesor no causen cortocircuitos entre electrodos adyacentes, incluso cuando los polvos caigan en la dirección del plano de la película cuando una placa de cableado impreso y un componente electrónico, o dos placas de cableado impreso, se presionan entre sí para unir las juntas con la película conductora anisotrópica interpuesta entre las mismas, en concreto las longitudes de los polvos se controlan para que sean menores que la distancia entre electrodos adyacentes.

Con el fin de cumplir con los requisitos descritos anteriormente, se ha propuesto realizar un método de deposición por reducción mientras se aplica un campo magnético a una solución acuosa. Con este método, como un número de partículas metálicas finas depositadas en la solución acuosa pueden unirse en forma de cadena mientras se orientan en la dirección del campo magnético a través del magnetismo de las mismas partículas, es posible producir un polvo metálico de cadena que tenga menos ramas que en el caso en el que el campo magnético no se aplique, y que tenga forma lineal.

Por ejemplo, el documento 1, que no es una patente, describe que un polvo metálico de cadena que consiste en una forma lineal, se puede obtener cuando se deposita Fe o Fe-Co mientras se aplica un campo magnético a una solución acuosa en una reacción de deposición por reducción realizada en la solución acuosa usando hidruro de boro como agente reductor y que, en el caso del Fe, es necesario aplicar un campo magnético de al menos 10 mT, preferentemente 100 mT o mayor intensidad con el fin de fabricar el polvo metálico de cadena que consiste en una forma lineal.

El documento 2, que no es una patente, describe que un polvo metálico de cadena se puede obtener cuando se depositan Ni, Co o Fe en una reacción de deposición por reducción en una solución acuosa usando un compuesto trivalente de Ti como agente reductor, y que el polvo metálico de cadena que consiste en una forma lineal de Ni se puede obtener aplicando un campo magnético de 100 mT durante la reacción.

Sin embargo, los polvos metálicos de cadena producidos por estos procesos incluyen polvos que tiene algunas ramas que no pueden eliminarse completamente. También, como los procesos descritos anteriormente no son capaces de controlar la longitud de cadena, el polvo metálico de cadena producido de esta forma varía en longitud desde muy corta a extremadamente larga.

Cuando el polvo metálico de cadena que tiene algunas ramas y varía en longitud se usa como componente conductor de la película conductora anisotrópica, por ejemplo, la película conductora anisotrópica puede no tener resistencia de aislamiento suficientemente alta en la dirección del plano de la película, incluso cuando el polvo metálico de cadena se orienta en la dirección del espesor de la película. Además, como el espaciado entre electrodos adyacentes se hace más pequeño, aumenta la posibilidad de que las partículas largas del polvo metálico de cadena caigan en la dirección del plano de la película y provoquen un cortocircuito durante la unión por presión.

El documento 1, que no es una patente: "Magnetic Properties of Single-Domain Iron and Iron-Cobalt Particles Prepared by Borohydride Reduction", A. L. Oppegard, F. J. Darnell and H. C. Miller, The Journal of Applied Physics, 32(1961) 184s

El documento 2, que no es una patente: "Use of Ti(III) complexes To reduce Ni Co and Fe in Water Solutions", V. V. Sviridov, G. P. Shevchenko, A. S. Susha and N. A. Diab, The Journal of Physical Chemistry, 100 (1996) 19632.

J. Magnetism and Magnetic Materials 101,167-169 (1991) discute el efecto del tamaño de los glóbulos en la formación del espacio interglobular en polvos ferromagnéticos de cadena. El documento WO 03/075409 desvela una película conductora anisotrópica y un método para la producción de la misma.

El documento EP-A-1 120 181 desvela un método de producción de polvos de aleación, polvos de aleación obtenidos por dicho método, y productos aplicando dichos polvos. El documento JP 2004 018923 A desvela un método de producción polvos metálicos finos. El documento US-A-4 217152 desvela un proceso para la producción de un polvo ferromagnético. El documento WO 03/075409 A desvela una película conductora anisotrópica y el método para la producción de la misma.

## Divulgación de la invención

Problemas a solucionar con la invención

Un objeto de la presente invención es proporcionar un proceso para la producción de un polvo metálico de cadena mediante un método de deposición por reducción, que contiene pocas ramas, y que tiene una forma que es lo más cercano a una forma lineal y también tiene una pequeña distribución de la longitud de cadena, y un polvo metálico de cadena que tiene estas características excelentes, producido de esta forma. Otro objeto de la presente invención es proporcionar una película conductora anisotrópica, que es excelente en resistencia de aislamiento en la dirección del plano de una película, y es menos probable que cause un cortocircuito incluso si un paso entre electrodos

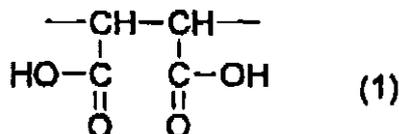
adyacentes se reduce, mediante el uso de polvo metálico de cadena.

Medios para resolver los problemas

5 La presente invención proporciona un proceso para la producción de polvo metálico de cadena de acuerdo con la reivindicación 1 de las reivindicaciones adjuntas en el presente documento. El proceso para la producción de polvo metálico de cadena de la presente invención, que comprende las etapas de reducción de los iones metálicos ferromagnéticos contenidos en una solución acuosa a través de la acción de un agente reductor, mientras se aplica un campo magnético a la solución en una dirección fijada de esta forma para depositar partículas metálicas finas, y  
10 uniendo una gran cantidades de partículas metálicas finas en forma de cadena para orientar las partículas metálicas finas en la dirección del campo magnético aplicado a través del magnetismo de las partículas metálicas finas, caracterizado porque la reacción de deposición por reducción se realiza en presencia de un compuesto polimérico que comprende:

15 (a) unidades de repetición representadas por la fórmula (1):

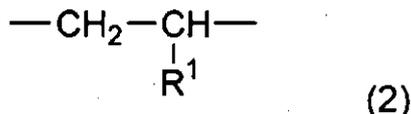
[Fórmula química 1]



20 y

(b) unidades de repetición representadas por la fórmula (2):

25 [Fórmula química 2]

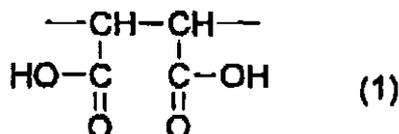


30 en la que R<sup>1</sup> representa un grupo aromático que puede tener un sustituyente, o un grupo cicloalquilo.

Además, el proceso para la producción del polvo metálico de cadena de la presente invención se caracteriza porque la reacción de deposición por reducción se realiza en presencia de un compuesto polimérico que comprende:

35 (d) unidades de repetición representadas por la fórmula (1):

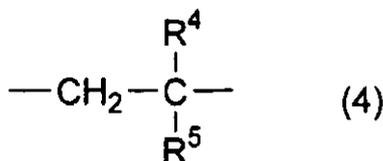
[Fórmula química 3]



40 y

(e) unidades de repetición representadas por la fórmula (4):

45 [Fórmula química 4]



en la que R<sup>1</sup> y R<sup>5</sup> son idénticas o diferentes, y representan un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo, con la condición de que R<sup>4</sup> y R<sup>5</sup> no sean átomos de hidrógeno simultáneamente.

De acuerdo con el estudio de los autores de la presente invención, cuando se depositan partículas metálicas mediante una reacción de deposición por reducción, mientras se aplica un campo magnético, en presencia de un agente dispersante, tal como ácido poliacrílico, una cadena, formada uniendo una gran cantidad de partículas metálicas depositadas para orientar en la dirección del campo magnético, se cubre con el agente dispersante, inhibiendo de esta forma la aparición de ramificaciones en la cadena y la cohesión de muchas cadenas, y por lo tanto se puede producir un polvo metálico de cadena casi lineal que contiene algunas ramas.

Como un agente dispersante convencional, tal como ácido poliacrílico, es excelente en la función de inhibición de la aparición de ramificaciones, pero tiene insuficiente o no tiene función de control de la longitud de cadena, era imposible disponer la longitud de cadena en un intervalo cercano fijado, solucionando el problema de que el polvo metálico de cadena tiene una gran distribución de la longitud de cadena, es decir, los polvos metálicos de cadena que tienen una gran longitud de cadena y los polvos metálicos de cadena que tienen una longitud de cadena corta están presentes simultáneamente.

Por lo tanto, los autores de la presente invención han estudiado más intensamente y han encontrado que cuando se realiza un proceso de deposición por reducción, mientras se aplica un campo magnético, usando:

(I) un compuesto copolimérico que comprende las unidades de repetición representadas por la fórmula (1) y las unidades de repetición representadas por la fórmula (2), o

(II) un compuesto copolimérico que comprende las unidades de repetición representadas por la fórmula (1) y las unidades de repetición representadas por la fórmula (4), como un agente dispersante, es posible producir un polvo metálico de cadena que esté sustancialmente libre de ramas y que tenga una pequeña distribución de la longitud de cadena.

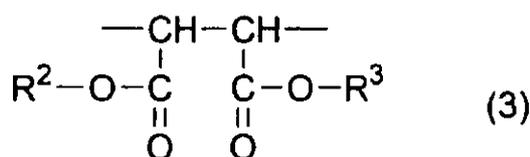
Esta razón no está clara, pero se considera de la siguiente manera: puesto que cualquiera de los compuestos poliméricos (I) y (II) mencionados anteriormente tienen, en su cadena principal, un número de restos hidrófilos compuestos por las unidades de repetición representadas por la fórmula (1) y un número de restos hidrófobos compuestos por las unidades de repetición representadas por la fórmula (2) o (4), una gran cantidad de partículas metálicas depositadas en la solución acuosa o la cadena formada por unión de las partículas metálicas depositadas para orientar en la dirección de un campo magnético están cubiertas ampliamente con el agente dispersante en comparación con el agente dispersante convencional y, por lo tanto, se pueden controlar satisfactoriamente la proximidad entre las partículas metálicas, la conexión a través de la fuerza magnética y el crecimiento de la cadena provocado por la misma.

Por lo tanto, de acuerdo con la presente invención, es posible producir un polvo metálico de cadena que esté sustancialmente libre de ramas y que tenga una pequeña distribución de longitud de cadena por el proceso de deposición por reducción.

El compuesto polimérico (I) puede comprender además:

(c) unidades de repetición representadas por la fórmula (3)

[Fórmula química 5]

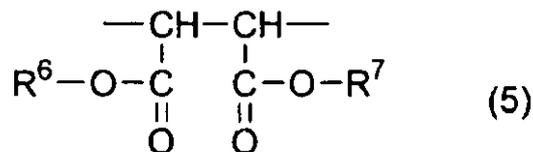


en la que R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup> son idénticos o diferentes, y representan un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo que puede

tener un sustituyente, un grupo cicloalquilo, un grupo amonio o un átomo de metal alcalino, con la condición de que  $R^2$  y  $R^3$  no sean átomos de hidrógeno simultáneamente. El compuesto polimérico puede además comprender:

5 (f) unidades de repetición representadas por la fórmula (5)

[Fórmula química 6]



10 en la que  $R^6$  y  $R^7$  son idénticos o diferentes, y representan un átomo de hidrógeno, un grupo amonio, con la condición de que  $R^6$  y  $R^7$  no sean simultáneamente átomos de hidrógeno.

15 Como estas unidades de repetición son similares hidrófilamente a las unidades de repetición representadas por la fórmula (1), la hidrofilia se puede ajustar seleccionando un tipo de sustituyente. Por lo tanto, el equilibrio entre hidrofilia e hidrofobicidad en los compuesto poliméricos (I) y (II) se ajusta finamente seleccionando el contenido de las unidades de repetición representadas por la fórmula (3) o (5), y un tipo de sustituyente en cada unidad de repetición y, por lo tanto, se puede ajustar arbitrariamente el número de ramas y la longitud de cadena del polvo metálico de cadena controlando finamente la proximidad entre partículas metálicas, conexión a través de una fuerza magnética y crecimiento de cadena causado de esta forma durante la deposición por reducción.

20 En el proceso de la presente invención, se puede mejorar la esfericidad de las partículas metálicas mediante el uso de iones de Ti trivalentes [Ti (III)] agrupados con iones de Ti tetravalentes [Ti (IV)] como el agente reductor de la reacción de deposición por reducción, y también se puede disminuir más el diámetro de partícula primaria.

25 El Ti (III) tiene una función de servir como un agente reductor en el caso de que se oxide por sí mismo a Ti (IV) para reducir de esta forma los iones metálicos y para causar deposición y, por lo tanto, haciendo crecer las partículas metálicas, mientras que el Ti (IV) tiene una función de inhibir el crecimiento de las partículas metálicas. En cuanto a ambos iones, muchos iones, cada uno de los cuales constituye un grupo en una solución acuosa, están completamente presentes en el estado hidratado y complejoado.

30 Por lo tanto, cuando la reacción de deposición por reducción se realiza en el estado en el que ambos iones están presentes simultáneamente, la función de estimulación del crecimiento debida a Ti (III) y la función de inhibición del crecimiento debida a Ti (IV) se ejercen sobre una partícula del mismo metal en un grupo y, por lo tanto, es posible que las partículas metálicas crezcan más lentamente. Como resultado, es posible mejorar la esfericidad de las partículas metálicas y reducir más el diámetro de partícula primaria.

35 De acuerdo con este proceso, como es posible ajustar las funciones, que están en conflicto entre sí, en el grupo controlando la relación de los contenidos de Ti (III) y de Ti (IV) tras el inicio de la reacción, el diámetro de partícula primaria de las partículas metálicas se puede controlar opcionalmente. Además, cuando la solución acuosa en la que todos los iones de Ti se oxidan a iones Ti (IV) tras la producción del polvo metálico de cadena se regenera electrolíticamente de esta forma para reducir una parte de los iones de Ti a iones Ti (III) de nuevo, la solución puede regenerarse repetidamente, de esta manera, para alcanzar un estado adecuado para su uso en la producción del polvo metálico de cadena. Por lo tanto, es posible reducir el coste del proceso para la producción del polvo metálico de cadena de acuerdo con el proceso de deposición por reducción.

40 Además, como los iones de Ti usados como el agente reductor apenas se mantuvieron como impurezas en las partículas metálicas depositadas, se puede producir un polvo metálico de cadena de alta pureza. Por lo tanto, incluso en el caso de usar no sólo metal que tenga gran magnetización de saturación en un material a granel, tal como una aleación de Fe o Fe-Co, sino también de metal que tenga una pequeña magnetización de saturación en un material a granel, tal como Ni, se pueden fabricar partículas metálicas que tengan alta pureza y fuerte magnetismo, y se puede producir un polvo metálico de cadena por unión de una gran cantidad de partículas metálicas en forma de cadena a través del magnetismo de las propias partículas metálicas, mientras se orientan las partículas metálicas en la dirección de un campo magnético aplicado.

45 El polvo metálico de cadena producido por cualquiera de los procesos descritos anteriormente puede tener una forma en la que partículas metálicas finas se unan en una forma lineal.

50 Como el polvo metálico de cadena producido mediante el proceso de la presente invención contiene pocas ramas y tiene una forma lo más cercana posible a una forma lineal, y también tiene una distribución pequeña de la longitud

de cadena, es posible utilizar las características de la forma de cadena en diversos campos, tales como películas conductoras anisotrópicas, pastas conductoras, láminas conductoras, etc., en comparación con el polvo metálico de cadena de la técnica anterior.

5 La película conductora anisotrópica producida mediante el proceso de la presente invención se caracteriza porque el polvo metálico de cadena producido mediante el proceso de la presente invención tiene la longitud de cadena menor que la distancia entre electrodos adyacentes, que contienen la misma superficie en la película, en el estado en el que los polvos se orientan en la dirección del espesor de la película.

10 Como se ha descrito anteriormente, en el caso de la película conductora anisotrópica producida mediante el proceso de la presente invención, el polvo metálico de cadena producido mediante el proceso de la presente invención, que contiene pocas ramas y tiene una forma lo más cercana posible a una forma lineal, y también tiene una distribución pequeña de la longitud de cadena, se usa como componente conductor y también se fija la longitud de cadena a una distancia menor entre electrodos adyacentes que constituyen la sección de conexión para la conexión conductora.  
 15 Por lo tanto, es posible prevenir de forma fiable la aparición de cortocircuitos incluso si el polvo metálico de cadena orientado en la dirección del espesor de la película para impartir excelente conductividad eléctrica anisotrópica cae en la dirección del plano de la película en el caso de interposición de una película conductora anisotrópica entre un sustrato y un elemento o dos sustratos en la unión por presión.

20 Por lo tanto, mediante la aplicación de una película conductora anisotrópica producida mediante el proceso de la presente invención, incluso si un espaciado entre electrodos adyacentes se estrecha debido a los requisitos de montaje de alta densidad, es posible hacer frente suficientemente a los requisitos.

**Mejor modo para realizar la invención**

25 La presente invención se describirá a continuación.

« Proceso para la producción de un polvo metálico de cadena y polvo metálico de cadena »

30 Como se ha descrito anteriormente, el proceso para la producción de un polvo metálico de cadena de la presente invención que comprende las etapas de la reducción de los iones metálicos ferromagnéticos contenidos en una solución acuosa a través de la acción de un agente reductor, mientras se aplica un campo magnético a la solución en una dirección fijada, para depositar de esta forma partículas metálicas finas, y uniendo un gran número de partículas metálicas finas en forma de cadena para orientar las partículas metálicas finas en una dirección del campo magnético aplicado a través del magnetismo de las partículas metálicas finas, caracterizado porque la reacción de deposición por reducción se realiza en presencia de un compuesto polimérico de fórmula (I) (denominado en lo sucesivo en este documento como "compuesto polimérico (I)") o un compuesto polimérico de fórmula (II) (denominado en lo sucesivo en este documento como "compuesto polimérico (II)"). El polvo metálico de cadena de la presente invención se caracteriza porque se produce por cualquiera de los procesos descritos anteriormente.

40 [Polvo metálico de cadena]

El polvo metálico de cadena producido mediante el proceso de la presente invención incluye, por ejemplo, los siguientes (A) a (F) individualmente, o una mezcla de dos o más clases de ellos:

- 45 (A) un polvo metálico de cadena que se produce mediante la unión de una gran cantidad de partículas metálicas de tamaño sub-micrométrico, formado por una sustancia simple metálica que tiene ferromagnetismo, una aleación de dos o más tipos de metales que tienen ferromagnetismo, o una aleación de un metal que tiene ferromagnetismo y el otro metal en forma de cadena a través del magnetismo de las partículas metálicas,  
 50 (B) un polvo metálico de cadena que se produce mediante el recubrimiento adicional de una capa metálica hecha de una sustancia simple metálica que tiene ferromagnetismo, una aleación de dos o más clases de metales que tienen ferromagnetismo o una aleación de un metal que tiene ferromagnetismo y el otro metal sobre la superficie del polvo metálico de cadena (A), para unir de esta forma, firmemente, las partículas metálicas a través de la misma fuerza de unión que la de unión al metal,  
 55 (C) un polvo metálico de cadena que se produce mediante el recubrimiento adicional de una capa de recubrimiento hecha de otro metal o de una aleación sobre la superficie del polvo metálico de cadena (A), para unir de esta forma, firmemente, las partículas metálicas a través de la misma fuerza de unión que la de unión al metal, y  
 60 (D) un polvo metálico de cadena que se produce mediante el recubrimiento adicional de una capa de recubrimiento hecha de otro metal o de una aleación sobre la superficie del polvo metálico de cadena (B), para unir de esta forma, firmemente, las partículas metálicas a través de la misma fuerza de unión que la de unión al metal

65 Los ejemplos del metal o aleación que tienen ferromagnetismo, que forman las partículas metálicas, incluyen Ni, Fe, Co y aleaciones de dos o más clases de ellos, y una sustancia simple de Ni y una aleación Ni-Fe (permalloy) son particularmente preferentes. Las partículas metálicas hechas de metal o aleación tienen una fuerte interacción

magnética en el caso de la unión a la cadena y, por lo tanto, son excelentes en el efecto de disminuir la resistencia de contacto entre las partículas metálicas, para mejorar de esta forma la conductividad en el polvo metálico de cadena.

5 Ejemplos de los otros metales, que forman el polvo metálico de cadena junto con el metal o aleación que tienen ferromagnetismo, incluyen al menos un metal que tiene una excelente conductividad, seleccionado entre el grupo que consiste en Cu, Rb, Rh, Pd, Ag, Re, Pt y Au. Teniendo en cuenta una mejora en la conductividad del polvo metálico de cadena, la parte formada de estos metales es preferentemente una capa de recubrimiento expuesta a la superficie externa de la cadena, como los polvos metálicos de cadena (C) y (D).

10 Como se describe en lo sucesivo en este documento, la capa de metal se forma llevando a cabo continuamente la deposición por reducción, incluso después de que el polvo metálico de cadena depositado se una a la cadena para formar un polvo metálico de cadena. La capa de recubrimiento se puede formar, por ejemplo, mediante diversos procesos de formación de películas, tales como un proceso de metalizado no electrolítico, un proceso de galvanización, un proceso de deposición por reducción y un proceso de deposición al vacío. La capa de recubrimiento puede tener una estructura de una sola capa hecha de metal o aleación que tiene una excelente conductividad, y puede tener una estructura bi- o multicapa hechas del mismo o diferente metal o aleación.

[Agente reductor]

20 Se pueden usar como agente reductor en el proceso de la presente invención, por ejemplo, diversos agentes reductores que tienen una función de reducción de los iones metálicos en una solución acuosa, de esta forma, para depositar partículas metálicas, tales como hipofosfitos, un compuesto de hidruro de boro, hidrazina y Ti (III), y se prefiere particularmente Ti (III) agrupado con Ti (IV). En consecuencia, la esfericidad de las partículas metálicas se puede mejorar y también el diámetro primario de la partícula se puede disminuir más

25 El Ti (III) tiene una función de servir como agente reductor en el caso de que se oxide por sí mismo a Ti (IV), para reducir de esta forma los iones metálicos y provocar la deposición y, por lo tanto, el crecimiento de las partículas metálicas, mientras que Ti (IV) tiene una función de inhibir el crecimiento de las partículas metálicas. En cuanto a ambos iones, muchos iones constituyen cada uno un grupo en una solución acuosa, y están completamente presentes en el estado hidratado y complejoado.

30 Por lo tanto, cuando la reacción de deposición por reducción se realiza en el estado donde los iones están presentes simultáneamente, la función de estimulación del crecimiento debido al Ti (III) y la función de inhibición del crecimiento debido al Ti (IV) se ejercen sobre una misma partícula metálica en un grupo y, por lo tanto, es posible que las partículas metálicas crezcan más lentamente. Como resultado, es posible mejorar la esfericidad de las partículas metálicas y reducir más el diámetro primario de las partículas.

35 De acuerdo con este proceso, como es posible ajustar las funciones, que están en conflicto entre sí, en el grupo mediante el control de una relación de los contenidos de Ti (III) y Ti (IV) tras el inicio de la reacción, el diámetro de partícula primaria de las partículas metálicas puede controlarse opcionalmente. Además, cuando la solución acuosa en la que todos los iones de Ti se oxidan a Ti (IV) después de que la producción de polvo metálico de cadena se regenere electrolíticamente para, de esta forma, reducir otra vez una parte de los iones de Ti a Ti (III), la solución puede regenerarse repetidamente de esta forma para alcanzar un estado adecuado para su uso en la producción del polvo metálico de cadena. Por lo tanto, es posible reducir el coste del proceso para la producción de un polvo metálico de cadena de acuerdo con el proceso de deposición por reducción.

[Producción de polvo metálico de cadena]

40 En un ejemplo de una realización del proceso para la producción de un polvo metálico de la cadena de la presente invención en la que se usa Ti (III) agrupado con Ti (IV) como agente reductor, en primer lugar,

[1] una solución acuosa que contiene uno o más iones metálicos que constituyen las partículas metálicas y un agente formador de complejos (denominado en lo sucesivo en el presente documento "solución acuosa de iones metálicos"),

55 [2] una solución acuosa que contiene Ti (III) y Ti (IV) (denominada en lo sucesivo en el presente documento "solución acuosa de agente reductor"), y

[3] una solución acuosa que contiene un compuesto polimérico (I) o (II) y amoniaco o similar como un ajustador de pH (denominada en lo sucesivo en el presente documento "solución acuosa dispersante"), se preparan por separado

60 Después de mezclar la solución acuosa de iones metálicos con la solución acuosa de agente reductor, la solución acuosa de agente dispersante se añade a la mezcla de solución, mientras se aplica un campo magnético en una dirección fijada, y se ajusta el pH de la solución dentro de un intervalo 9 a 10. Como resultado, se forma un grupo de Ti (III), Ti (IV) y los iones metálicos en la mezcla de solución (denominada en lo sucesivo en el presente documento "solución de reacción") y los iones trivalentes de Ti y un agente formador de complejos se unen para formar un

compuesto de coordinación en el grupo y, por lo tanto, la energía de activación en el caso de la oxidación de Ti (III) a Ti (IV) disminuye y, por lo tanto, aumenta un potencial de reducción.

5 Específicamente, la diferencia de potencial eléctrico entre Ti (III) y Ti (IV) es superior a 1 V. Este valor es notablemente más alto que un potencial de reducción en el caso de la reducción de Ni (II) a Ni (O) y que un potencial de reducción en el caso de la reducción de Fe (II) a Fe (O) y el valor puede reducir eficientemente diversos iones metálicos para provocar la deposición.

10 Cuando Ti (III) funciona como un agente reductor y se oxida por sí mismo a Ti (IV), reduce uno o más iones metálicos en la misma solución para provocar de esta forma la deposición en la solución. En la solución de reacción, se depositan una gran cantidad de partículas metálicas finas hechas de una sustancia metálica simple o de una aleación. El Ti (IV) inhibe también el crecimiento rápido y no uniforme de las partículas metálicas en el grupo. Como resultado, las partículas metálicas depositadas tienen una alta esfericidad y un diámetro de partícula primaria pequeño.

15 Además, las partículas metálicas depositadas se unen a la cadena, mientras se disponen en la dirección correspondiente a un campo magnético a través de la acción del campo magnético aplicado a la solución, por ejemplo, la dirección a lo largo de las líneas de inducción magnética del campo magnético y, por lo tanto, se forma un polvo metálico de cadena (A) o el polvo metálico de cadena (C) antes de recubrir la capa de recubrimiento.

20 En este caso, debido a la proximidad entre las partículas metálicas depositadas, la conexión a través de una fuerza magnética y el crecimiento de la cadena provocadas de esta forma se controla mediante la acción de los compuestos poliméricos (I) o (II), como agente dispersante añadido en la solución, el polvo metálico de cadena resultante tiene una distribución pequeña de la longitud de cadena.

25 Desde la aparición de la cadena ramificada y la inhibición de la cohesión de muchas cadenas mediante la acción de los compuestos poliméricos (I) o (II), el polvo metálico de cadena así formado es lineal, sin ramas, y también es excelente en la linealidad.

30 Además, como la reacción de deposición por reducción prosigue de manera uniforme en el sistema, las partículas metálicas individuales que constituyen el polvo metálico de cadena tienen una distribución pequeña de la longitud de cadena y también la distribución del diámetro de partícula del diámetro de partícula primario es estrecha. Por lo tanto, el polvo metálico de cadena así formado también tiene una pequeña distribución del espesor.

35 Cuando continúa la deposición después de la formación del polvo metálico de cadena (A) en la solución, la capa metálica se deposita además en la superficie de la solución y las partículas metálicas se unen firmemente. En otras palabras, el polvo metálico de cadena (B) o el polvo metálico de cadena (D) se forman antes de aplicar la capa de recubrimiento.

40 La intensidad del campo magnético que se aplicará a la solución no está específicamente limitada, pero es preferentemente de 5 mT o mayor, en términos de densidad de flujo magnético. Cuando la intensidad del campo magnético es de 5 mT o mayor, las partículas metálicas finas en la etapa inicial de la deposición se pueden disponer en la dirección correspondiente al campo magnético aplicado, como resultado de la superación del magnetismo terrestre o la resistencia de la solución y, por lo tanto, puede mejorarse la linealidad del polvo metálico de cadena.

45 Teniendo en cuenta el hecho de que las partículas metálicas se disponen tan linealmente como sea posible, se prefiere la mayor intensidad del campo magnético. Incluso si la intensidad del campo magnético es demasiado alta, no sólo no se esperan efectos adicionales, sino que también es necesario preparar una bobina de gran escala o un imán permanente compensado para generar el campo magnético de alta intensidad. Por lo tanto, la intensidad del campo magnético a aplicar es preferentemente de 8T o menor.

50 La reacción de deposición por reducción se realiza para mantener un estado estacionario de la solución de reacción, sustancialmente sin agitación, después de terminar el flujo de la solución de reacción al girar una barra de agitación usada en la preparación de la solución de reacción mediante la mezcla de las respectivas soluciones anteriores, varias veces, en la dirección contraria. Más específicamente, se prefiere llevar a cabo la reacción de deposición por reducción a una velocidad de agitación de 0,1 rpm o menor, más preferentemente de 0 rpm. Cuando la reacción de deposición por reducción se realiza en las condiciones anteriores, se evita la influencia de la tensión debida a la agitación en las partículas metálicas depositadas en la solución o la cadena unida con las partículas metálicas, y se mejora la linealidad del polvo metálico de cadena, y también se evita la ruptura de las cadenas unidas debido a la tensión o la unión de muchas cadenas y, por lo tanto, se puede evitar la distribución de la longitud de cadena.

60 La solución restante después de la producción del polvo metálico de cadena se puede utilizar repetidamente en la producción del polvo metálico de cadena mediante el proceso de deposición por reducción mediante la regeneración electrolítica, como se describió anteriormente. Cuando la solución restante después de la producción del polvo metálico de cadena se somete a un tratamiento de electrólisis, para reducir de esta manera una parte de Ti (IV) a Ti (III), este puede usarse de nuevo como una solución acuosa de agente reductor. Esto se debe a que los iones de Ti

65

apenas se consumen durante la deposición de la reducción, en otras palabras, que apenas se depositan junto con el metal a depositar.

Los iones de Ti como el agente reductor se suministran en forma de una sal soluble en agua, tal como tricloruro de titanio o tetracloruro de titanio. En concreto, se añaden tricloruro de titanio y tetracloruro de titanio en una cantidad correspondiente a una relación de los contenidos de Ti (III) y Ti (IV) en la solución acuosa de agente reductor, o se añade sólo tetracloruro de titanio y la solución se somete a un tratamiento por campo eléctrico de la misma manera que en la regeneración de la solución restante después de su uso, para reducir de esta forma una parte de Ti (IV) a Ti (III), y luego se someten a la reacción de deposición por reducción.

Cuando la solución se regenera, y cuando se añade la solución que contiene sólo tetracloruro de titanio a la misma se somete al tratamiento por campo eléctrico para preparar una solución acuosa de agente reductor inicial, la relación de los contenidos de Ti (III) y Ti (IV) en la solución acuosa de agente reductor se puede controlar opcionalmente, lo que permite ajustar las funciones de ambas, que entran en conflicto unas con otras, en el grupo y, por lo tanto, el diámetro de partícula primaria de las partículas metálicas se puede controlar opcionalmente.

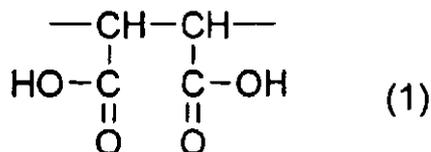
Los ejemplos de agentes formadores de complejos incluyen ácidos carboxílicos, tales como etilendiamina, ácido cítrico, ácido tartárico, ácido nitrilotriacético o ácido etilendiaminatetraacético, o sal de sodio, sal de potasio o sal de amonio de los mismos. Los iones metálicos se suministran en forma de una sal soluble en agua del metal. Como agente dispersante, se utiliza un compuesto polimérico (I) o (II).

[Compuesto polimérico (I)]

El compuesto polimérico (I) está compuesto por un copolímero que comprende:

(a) unidades de repetición representadas por la fórmula (1):

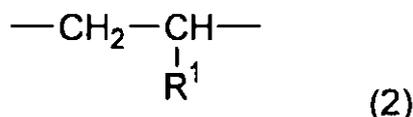
[Fórmula Química 7]



y

(b) unidades de repetición representadas por la fórmula (2):

[Fórmula Química 8]



en la que R<sup>1</sup> representa un grupo aromático que puede tener un sustituyente, o un grupo cicloalquilo.

En el compuesto polimérico (I), la hidrofilia debida a un resto hidrófilo, compuesto por las unidades de repetición representadas por la fórmula (1) y la hidrofobicidad debida a un resto hidrófobo, compuesto por las unidades de repetición representadas por la fórmula (2) se pueden controlar mediante la selección apropiada del peso molecular medio, el contenido de ambas unidades de repetición y el tipo de grupo R<sup>1</sup>. Tal control cambia el tamaño en el caso de las partículas metálicas de recubrimiento depositadas en la solución acuosa, y regula adecuadamente la distancia entre las partículas metálicas, la conexión a través de una fuerza magnética y el crecimiento de la cadena, provocado de esta forma para controlar el grado de ramificación o la longitud de cadena del polvo metálico de cadena.

En el compuesto polimérico (I), los ejemplos de grupos aromáticos que corresponden al grupo R<sup>1</sup> en las unidades de repetición representadas por la fórmula (2) incluyen un grupo fenilo, el grupo 1-naftilo y el grupo 2-naftilo. Los ejemplos de los sustituyentes, con los que se puede sustituir el grupo aromático, incluyen grupos alquilo que tienen de 1 a 4 átomos de carbono, tales como metilo, etilo, n-propilo, i-propilo, n-butilo, i-butilo, s-butilo y t-butilo, y grupos alcoxi que tienen de 1 a 4 átomos de carbono, tales como metoxi, etoxi, propoxi y butoxi. El número de sustituyentes, con los que está sustituido el grupo aromático, opcionalmente se puede establecer en un intervalo de

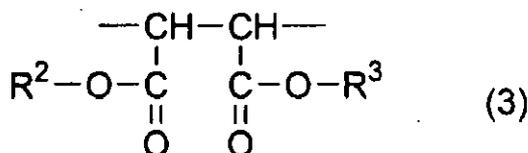
1 a 5 en caso de un grupo fenilo, o establecerse dentro de un intervalo de 1 a 7 en caso de un grupo 1- o 2-naftilo. Dos o más sustituyentes pueden ser idénticos o diferentes. Los ejemplos del grupo cicloalquilo que corresponden al grupo R<sup>1</sup> incluyen grupos cicloalquilo que tienen de 3 a 6 átomos de carbono, tales como ciclopropilo, ciclobutilo, ciclopentilo y ciclohexilo.

El compuesto polimérico (I) puede contener, como unidades de repetición representadas por la fórmula (2), dos o más clases de unidades de repetición en las que el grupo R<sup>1</sup> en la fórmula (2) es diferente.

El compuesto polimérico (I) puede comprender además:

(c) unidades de repetición representadas por la fórmula (3):

[Fórmula Química 9]



en las que R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup> son idénticos o diferentes, y representan un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo que puede tener un sustituyente, un grupo cicloalquilo, un grupo amonio o un átomo de metal alcalino, con la condición de que R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup> no sean átomos de hidrógeno simultáneamente.

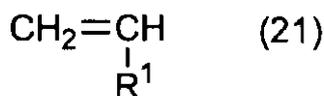
Aunque las unidades de repetición representadas por la fórmula (3) son hidrófilamente similares a las unidades de repetición representadas por la fórmula (1), la hidrofilia se puede ajustar con precisión seleccionando el tipo de sustituyente. Por lo tanto, la selección del contenido de las unidades de repetición representadas por la fórmula (3) y del tipo de los sustituyentes R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup> permite ajustar el equilibrio entre la hidrofilia y la hidrofobicidad en el compuesto polimérico (I) con más precisión, y controlar de forma precisa el número de ramas y la longitud de cadena del polvo metálico de cadena.

Los ejemplos del grupo alquilo correspondiente a los sustituyentes R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup> incluyen los grupos alquilo que tienen de 1 a 4 átomos de carbono descritos anteriormente. Los ejemplos de los sustituyentes, con los que puede sustituirse el grupo alquilo, incluyen grupos alcoxi que tienen de 1 a 4 átomos de carbono descritos anteriormente. Los ejemplos del grupo cicloalquilo, grupo que corresponde a los grupos R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup>, incluyen grupos cicloalquilo que tienen de 3 a 6 átomos de carbono descritos anteriormente. Los ejemplos del átomo de metal alcalino incluyen Na y K.

Cuando el compuesto polimérico (I) contiene las unidades de repetición representadas por la fórmula (3), las unidades de repetición pueden contener dos o más tipos de unidades de repetición en las que los grupos R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup> en la fórmula (3) son diferentes.

El compuesto polimérico (I) se sintetiza, por ejemplo, por una copolimerización aleatoria o alterna del ácido maleico a partir de la cual se obtienen las unidades de repetición representadas por la fórmula (1), y un compuesto de vinilo representado por la fórmula (21):

[Fórmula Química 10]



en la que R<sup>1</sup> representa un grupo aromático que puede tener un sustituyente, o un grupo cicloalquilo, a partir del cual se obtienen las unidades de repetición representadas por la fórmula (2).

El compuesto polimérico (I), que contiene las unidades de repetición representadas por la fórmula (3), se sintetiza mediante esterificación de una parte de los grupos de ácidos carboxílicos de las unidades de repetición representadas por la fórmula (1) en la molécula del copolímero [cuando el grupo R<sup>2</sup> o R<sup>3</sup> es un grupo alquilo o un grupo cicloalquilo en las unidades de repetición representadas por la fórmula (3)], o haciendo reaccionar una parte de los grupos de ácido carboxílico con una base alcalina para formar una sal [cuando el grupo R<sup>2</sup> o R<sup>3</sup> es un grupo amonio o un átomo de metal alcalino en las unidades de repetición representadas por la fórmula (3)].

Los ejemplos del compuesto específico del compuesto polimérico (I) adecuado para el proceso de la presente invención incluyen, aunque sin limitación, diversos compuestos poliméricos mostrados en la Tabla 1. Las

descripciones contenidas en las respectivas columnas en la tabla son las siguientes;

Peso molecular promedio: los símbolos unidos a los números en la columna del peso molecular promedio indican: peso molecular promedio en número (n) y el peso molecular promedio en peso (p).

5 Unidad de repetición: Entre la columna de unidades de repetición, "Anhidro" en la columna de la fórmula (1) indica que dos grupos de ácidos carboxílico adyacentes en las unidades de repetición representadas por la fórmula (1) están deshidratados y se condensan para formar un anhídrido dicarboxílico, y "(1)" indica un estado hidrolizado de fórmula (1). Está basado en el suministro del compuesto polimérico en estado seco o el suministro en forma de una solución acuosa, estén las unidades de repetición representadas por la fórmula (1) en el estado de anhídrido o no. En otras palabras, dos grupos de ácidos carboxílicos en las unidades de repetición representadas por la fórmula (1) se deshidratan y se condensan en el estado de un anhídrido en el compuesto polimérico (I) para que se suministre en un estado seco, mientras que un estado hidrolizado de la fórmula (1) se mantiene en el compuesto polimérico (I) para que se suministre en forma de una solución acuosa.

10  
15 Incluso en la solución de reacción de la reacción de deposición por reducción, como la solución de reacción contiene agua, las unidades de repetición representadas por la fórmula (1) están en un estado hidrolizado de la fórmula (1). Por lo tanto, a pesar del hecho de que el compuesto polimérico (I) se suministra en forma de anhídrido o de una solución acuosa, las unidades de repetición representadas por la fórmula (1) en el compuesto polimérico (I), que están presentes en el entorno donde se realiza la reacción de deposición por reducción, está en el estado hidrolizado que se muestra en la misma fórmula. Por lo tanto, en la presente invención, se define que la reacción de deposición por reducción se realiza en presencia del compuesto polimérico (I), que contiene las unidades de repetición representadas por la fórmula (1).

20  
25 Los símbolos unidos a los números en la columna del contenido de las unidades de repetición representadas por la fórmula (2) en la Tabla 1 indican; (n): % en número de las unidades de repetición representadas por la fórmula (2) basado en todas las unidades de repetición, y (p): % en peso de las unidades de repetición representadas por la fórmula (2) basado en todas las unidades de repetición.

30 El símbolo (-) en la columna de la fórmula (3) indica que las unidades de repetición representadas por la fórmula (3) no están presentes en el compuesto polimérico correspondiente. Si las unidades de repetición están presentes, se describe el nombre del sustituyente correspondiente a los grupos  $R^2$  y  $R^3$ . En la columna, dos tipos de grupos descritos con un que con una barra indica que las unidades de repetición representadas por la fórmula (3) tienen dos tipos de grupos como el grupo  $R^2$  y  $R^3$ .

35  
40 Todos los compuestos poliméricos en la tabla se sintetizan mediante el método anterior, o un método de síntesis similar, y los grupos  $R^2$  y  $R^3$  se introducen por la reacción de esterificación tras la copolimerización del ácido maleico con un compuesto de vinilo representado por la fórmula (21) (estireno en cada ejemplo de la tabla), o haciendo reaccionar con una base alcalina, y por lo tanto, el estado de introducción no se especifica.

45 En el caso del compuesto polimérico (1-4) en la tabla, las unidades de repetición representadas por la fórmula (3) pueden estar en uno o más estados del estado en el que ambos grupos  $R^2$  y  $R^3$  son grupos ciclohexilo en la misma molécula, el estado en el que los dos grupos  $R^2$  y  $R^3$  son grupos i-propilo en la misma molécula, el estado en el que uno de los grupos  $R^2$  y  $R^3$  es un grupo ciclohexilo y el otro es un grupo i-propilo, el estado en el que uno de los grupos  $R^2$  y  $R^3$  es un grupo ciclohexilo y el otro es un átomo de hidrógeno (no sustituido) y el estado en el que uno de los grupos  $R^2$  y  $R^3$  es un grupo de i-propilo y el otro es un átomo de hidrógeno (no sustituido), y el estado no se especifica.

50 Puede decirse lo mismo de aquellos que tienen sólo un tipo de grupo como los grupos  $R^2$  y  $R^3$ . En el caso del compuesto polimérico (1-5) en la tabla, las unidades de repetición representadas por la fórmula (3) pueden estar en uno o más estados en los que dos grupos  $R^2$  y  $R^3$  son grupos n-propilo en la misma molécula y el estado en el que uno de los grupos  $R^2$  y  $R^3$  es un grupo n-propilo y el otro es un átomo de hidrógeno (no sustituido) y el estado no se especifica.

55 Además, la columna de la secuencia indica el ácido maleico a partir del que se obtienen las unidades de repetición representadas por las fórmulas (1) y (3) y un compuesto de vinilo representado por la fórmula (21), a partir del que se obtienen las unidades de repetición representadas por la fórmula (2) se someten a copolimerización aleatoria ("aleatoria" en la tabla) o polimerización alterna ("alternancia" en la tabla), y no se especifica en qué posición de las unidades de repetición representadas por el fórmula (1) se introducen los grupos  $R^2$  y  $R^3$ , mediante la reacción de esterificación o la reacción con una base alcalina, en otras palabras, en qué posición las unidades de repetición representadas por la fórmula (3) no se especifican.

60

[Tabla 1]

Compuesto polimérico Nº	Peso molecular promedio	Unidades de repetición				
		Fórmula (1)	Fórmula (2)		Fórmula (3)	Secuencia
			Contenido	R <sup>2</sup>		
(I-1)	1600 (n)	Anhidro	57% (n)	Fenilo	-	Aleatoria
(1-2)	1700 (n)	Anhidro	68% (p)	Fenilo	-	Aleatoria
(I-3)	1900 (n)	Anhidro	75% (p)	Fenilo	-	Aleatoria
(I-4)	1700 (n)	Anhidro	63% (n)	Fenilo	Ciclohexilo/i-propilo	Aleatoria
(I-5)	1900 (n)	Anhidro	67% (n)	Fenilo	n-propilo	Aleatoria
(I-6)	2500 (n)	Anhidro	60% (n)	Fenilo	2-butoxietilo	Aleatoria
(I-7)	65000 (p)	(1)	> 50% (n)	Fenilo	i-butilo	Aleatoria
(I-8)	180000 (p)	(1)	> 50% (n)	Fenilo	i-butilo/metilo	Aleatoria
(I-9)	225000 (p)	(1)	> 50% (n)	Fenilo	i-butilo/metilo	Aleatoria
(I-10)	105000 (p)	(1)	> 50% (n)	Fenilo	s-butilo/metilo	Aleatoria
(I-11)	350000 (p)	(1)	50% (n)	Fenilo	Metilo	Alternancia
(I-12)	225000 (p)	(1)	50% (n)	Fenilo	Na	Alternancia

[Compuesto polimérico (II)]

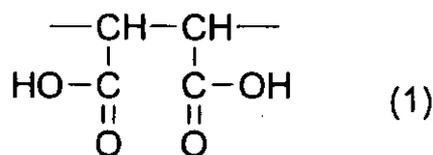
5

El compuesto polimérico (II) está compuesto por un copolímero que comprende:

(d) unidades de repetición representadas por la fórmula (1):

10

[Fórmula Química 11]

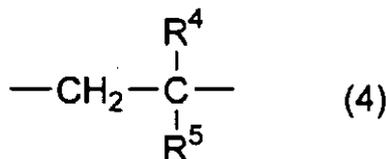


y

15

(e) unidades de repetición representadas por la fórmula (4):

[Fórmula Química 12]



20

en la que R<sup>4</sup> y R<sup>5</sup> son idénticos o diferentes, y representan un átomo de hidrógeno, o un grupo alquilo, con la condición de que R<sup>4</sup> y R<sup>5</sup> no sean átomos de hidrógeno simultáneamente.

25

En el compuesto polimérico (II), la hidrofilia debida a un resto hidrófilo compuesto por las unidades repetidas representadas por la fórmula (1) y la hidrofobicidad debida a un resto hidrófobo compuesto por las unidades de repetición representadas por la fórmula (4) puede controlarse por la selección apropiada del peso molecular promedio, el contenido de ambas unidades de repetición y el tipo de los grupos R<sup>4</sup> y R<sup>5</sup>. Este tipo de control cambia el tamaño en el caso de las partículas metálicas de recubrimiento depositadas en la solución acuosa y controlan adecuadamente la distancia entre las partículas metálicas, conexión a través de una fuerza magnética y el

crecimiento de la cadena para controlar así el grado de ramificación o longitud de cadena del polvo metálico de cadena.

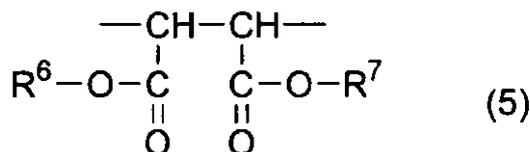
5 En el compuesto polimérico (II), los ejemplos del grupo alquilo correspondientes a los grupos  $R^4$  y  $R^5$  en las unidades de repetición representadas por la fórmula (4) incluyen grupos alquilo que tienen de 1 a 4 átomos de carbono descritos en el compuesto polimérico (I). El compuesto polimérico (II) puede contener, como unidades de repetición representadas por la fórmula (4), dos o más tipos de unidades de repetición en las que los grupos  $R^4$  y  $R^5$  en la fórmula (4) son diferentes.

10 El compuesto polimérico (II) puede comprender además:

(f) unidades de repetición representadas por la fórmula (5):

[Fórmula Química 13]

15



en la que  $R^6$  y  $R^7$  son idénticos o diferentes, y representan un átomo de hidrógeno o un grupo amonio, con la condición de que  $R^6$  y  $R^7$  no sean átomos de hidrógeno simultáneamente.

20

Aunque las unidades de repetición representadas por la fórmula (5) son hidrófilamente similares a las unidades repetidas representadas por la fórmula (1), la hidrofilia puede ajustarse con precisión seleccionando el tipo de sustituyente. Por lo tanto, la selección del contenido de las unidades de repetición representadas por la fórmula (5) y los sustituyentes  $R^6$  y  $R^7$  permite ajustar el equilibrio entre la hidrofilia y la hidrofobicidad en el compuesto polimérico (II) con más precisión, y controlar con precisión el número de ramas y la longitud de cadena del polvo metálico de cadena.

25

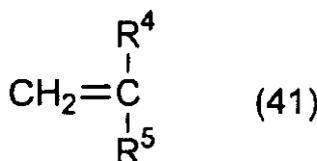
Cuando el compuesto polimérico (II) contiene unidades de repetición representadas por la fórmula (5), las unidades de repetición pueden contener dos o más tipos de unidades de repetición en los que los grupos  $R^6$  y  $R^7$  en la fórmula (5) son diferentes.

30

El compuesto polimérico (II) se sintetiza, por ejemplo, mediante una copolimerización al azar o alterna de ácido maleico a partir del que se derivan unidades de repetición representadas por la fórmula (1), y un compuesto de vinilo representado por la fórmula (41):

35

[Fórmula Química 14]



40 en la que  $R^4$  y  $R^5$  son idénticos o diferentes, y representan un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo, con la condición de que  $R^4$  y  $R^5$  no sean átomos de hidrógeno simultáneamente, de los que se derivan unidades de repetición representadas por la fórmula (4).

45 El compuesto polimérico (II), que también contiene las unidades de repetición representadas por la fórmula (5), se sintetiza mediante la reacción de una parte de los grupos de ácidos carboxílicos de las unidades de repetición representadas por la fórmula (1) en la molécula del copolímero para formar una sal de amonio [se forman las unidades de repetición representadas por la fórmula (5)].

50 Los ejemplos específicos del compuesto polimérico (II) adecuado para el proceso de la presente invención incluyen, aunque sin limitación, un compuesto polimérico (II-1) que tiene un peso molecular promedio en peso de 165500 y el contenido de las unidades de repetición representadas por la fórmula (4) del 50% en términos de % numérico, que se obtiene mediante la copolimerización alterna de ácido maleico e isobutileno, en el que ambos grupos  $R^4$  y  $R^5$  en la fórmula (41) son grupos metilo simultáneamente, haciendo reaccionar una parte de grupos de ácidos carboxílicos en las unidades de repetición representadas por la fórmula (1) con amoníaco, para formar una sal de amonio [se forman las unidades de repetición representadas por la fórmula (5)] y secando los grupos residuales de ácidos carboxílicos

55

para formar grupos de ácido carboxílico anhidro.

El estado de introducción de los grupos  $R^6$  y  $R^7$  en este compuesto polimérico (II-1) no se especifica por la misma razón que en el caso del compuesto polimérico (I). Es decir, las unidades de repetición representadas por la fórmula (5) pueden estar en uno o más estados del estado en el que ambos grupos  $R^6$  y  $R^7$  son grupos de amonio en la misma molécula y el estado en el que uno de los grupos  $R^6$  y  $R^7$  es un grupo amonio y el otro es un átomo de hidrógeno (no sustituido), y el estado no se ha especificado. Tampoco se especifica en qué posición se introducen los grupos  $R^6$  y  $R^7$  mediante la reacción con el amoniaco, en otras palabras, en qué posición las unidades de repetición representadas por la fórmula (5) no están especificadas.

La solución contiene, preferentemente, el compuesto polimérico (I) o (II) como agente de dispersión en una cantidad dentro de un intervalo de 0,5 a 100 partes en peso, basado en 100 partes en peso del polvo metálico de cadena que se deposita. Para mejorar aún más el efecto de inhibición de la aparición de ramas y prácticamente organizando la longitud de cadena dentro de un intervalo fijado, debido a la adición del compuesto polimérico (I) o (ii), el contenido es particularmente preferentemente de 5 partes en peso o mayor, basado en 100 partes en peso del polvo metálico de cadena. Teniendo en cuenta el hecho de que la formación uniforme de la unión lineal de las partículas metálicas depositadas en la solución promovida mediante la prevención de un incremento demasiado alto de la viscosidad de la solución, la cantidad del compuesto polimérico (I) o (II) es en particular preferentemente de 50 partes en peso o menor, basado en 100 partes en peso del polvo metálico de cadena.

Como se ha descrito anteriormente, el polvo metálico de cadena producido mediante el proceso de la presente invención puede usarse apropiadamente como un componente conductor de una película conductora anisotrópica, haciendo uso de la linealidad o la uniformidad de la longitud de cadena, y también se puede usar como un componente conductor de miembros de blindaje anisotrópicos de la onda electromagnética y de miembros de transmisión de luz de onda electromagnética.

[Polvo metálico de cadena]

Los ejemplos del polvo metálico de cadena de la presente invención incluyen, por ejemplo, los apartados (A) a (F) descritos anteriormente en solitario, o una mezcla de dos o más clases de ellos.

[Agente reductor]

El agente reductor usado en el proceso de la presente invención puede ser cualquiera de los diversos agentes reductores que tienen una función de reducción de iones metálicos en la solución acuosa, para depositar de esta forma partículas metálicas, y es en particular preferentemente un agente reductor capaz de generar un gas en el caso de la reducción de iones metálicos. Los ejemplos de este agente reductor incluyen diversos agentes reductores descritos a continuación, y se prefiere el Ti (III) descrito anteriormente agrupado con Ti (IV).

[a] Ti (III) agrupado con Ti (IV)

En el caso de la reducción de iones metálicos, el agua se reduce para generar hidrógeno gaseoso. Otras ventajas del uso de Ti (III) agrupado con Ti (IV) como agente reductor son como se ha descrito anteriormente.

[b] Hipofosfitos

Hipofosfitos de sodio, etc. En el caso de la reducción de iones metálicos, el agua se reduce para generar hidrógeno gaseoso. Durante la deposición por reducción, como el material está contaminado con impurezas de fósforo, se forma un compuesto de fósforo no magnético ( $Ni_3P$ ), especialmente en el caso de Ni, y puede deteriorarse la magnetización de saturación de las partículas metálicas. Sin embargo, en el caso de un metal que tiene una gran magnetización de saturación en un material a granel, tal como una aleación de Fe o Fe-Co, se puede producir un polvo metálico de cadena mediante la unión de una gran cantidad de partículas metálicas, a través del magnetismo, mientras se orienta en la dirección de un campo magnético aplicado.

[c] Compuesto de hidruro de boro

Dimetilamino borano, etc. En el caso de la reducción de iones metálicos, el agua se reduce para generar hidrógeno gaseoso. Durante la deposición por reducción, como el material está contaminado con impurezas de boro, se puede deteriorar la magnetización de saturación de las partículas metálicas, especialmente en el caso de Ni. Sin embargo, en el caso de un metal que tiene una gran magnetización de saturación en un material a granel, tal como una aleación de Fe o Fe-Co, se puede producir un polvo metálico de cadena mediante la unión de una gran cantidad de partículas metálicas, a través del magnetismo, mientras que se orienta en la dirección de un campo magnético aplicado.

[d] Hidrazina

En el caso de la reducción de iones metálicos, el agua se reduce a generar hidrógeno gaseoso. Como las partículas metálicas depositadas no contienen un componente en forma de impurezas, se puede producir un polvo metálico de cadena de alta pureza. Por lo tanto, incluso en el caso de un metal que tiene una magnetización de saturación baja en un material a granel, tal como Ni, se puede producir un polvo metálico de cadena mediante la unión de una gran cantidad de las partículas metálicas, a través del magnetismo, mientras que se orienta en la dirección de un campo magnético aplicado.

También se pueden utilizar como agente reductor, por ejemplo, polioles tales como etilenglicol, así como un agente reductor, que no genere un gas en el caso de la reducción de los iones metálicos. En ese caso, se puede usar un alcohol de bajo punto de ebullición en combinación como un agente de espumación, capaz de generar un gas, además del agente reductor, y el alcohol se puede vaporizar mediante calentamiento durante la reacción para generar de esta forma un gas.

Como se ha descrito anteriormente, el polvo metálico de cadena producido mediante el proceso de la presente invención puede usarse adecuadamente como un componente conductor de una película conductora anisotrópica, haciendo uso de la linealidad o la uniformidad de la longitud de cadena, y también se puede usar como un componente conductor de miembros de blindaje anisotrópicos de onda electromagnética y de miembros de transmisión de luz de onda electromagnética.

« Película conductora anisotrópica »

La película conductora anisotrópica de la presente invención se caracteriza porque en el polvo metálico de cadena de la presente invención tiene una longitud de cadena menor que la distancia entre los electrodos adyacentes en la misma superficie en la que contiene la película en el estado donde los polvos se orientan en la dirección del espesor de la película, como se ha descrito anteriormente.

(Polvo metálico de cadena)

Como el polvo metálico de cadena, por ejemplo, se pueden usar diversos polvos metálicos de cadena que tienen una característica del polvo metálico de cadena de la presente invención descrito anteriormente, y también tienen una longitud de cadena dentro del intervalo anterior, en particular una longitud de cadena ajustada a la longitud de 0,9 veces menor que la distancia entre los electrodos adyacentes.

Para ajustar la longitud del polvo metálico de cadena dentro del intervalo anterior, se puede emplear un proceso de ajuste del tipo o el contenido de un agente de dispersión, como el compuesto polimérico (I) o (II), que están contenidos en la solución en el caso de la producción del polvo metálico de cadena mediante el proceso de deposición por reducción.

Sin embargo, cuando la longitud de cadena es demasiado corta, no se puede formar una red de alta conductividad eléctrica, incluso en el caso de orientarse en la dirección del espesor de la película, y también la resistencia de conexión en la dirección del espesor de la película puede disminuirse suficientemente. Por lo tanto, la longitud de cadena es más preferentemente más que una distribución de la altura de muchos electrodos que constituyen la sección de conexión para la conexión conductora.

Teniendo en cuenta una orientación satisfactoria en la dirección del espesor de la película, el polvo metálico de cadena preferentemente tiene un ferromagnetismo como para orientarlo con facilidad mediante la aplicación de un campo magnético. Para obtener tal polvo metálico de cadena, se emplean preferentemente cualquiera de las constituciones (A) a (D) descritas anteriormente.

Teniendo en cuenta el hecho de que la red de alta conductividad eléctrica se forma en la dirección del espesor de la película, para reducir de esta forma aún más la resistencia de conexión en la misma dirección, el polvo metálico de cadena tiene preferentemente una capa de recubrimiento hecha de un metal que tiene una excelente conductividad, o una aleación del mismo. Para obtener tal polvo metálico de cadena, se emplean preferentemente cualquiera de las constituciones (C) y (D) descritas anteriormente. Como se desprende de los resultados de los ejemplos y ejemplos comparativos descritos en lo sucesivo en este documento, incluso en el caso de un polvo metálico de cadena que tiene estructuras simples (A) y (B), sin capa de recubrimiento, es posible disminuir la resistencia de conexión en la dirección del espesor de la película al intervalo adecuado para su uso práctico.

(Aglutinante)

Como aglutinante, que forma una película conductora anisotrópica, junto con el polvo metálico de cadena, se pueden utilizar diversos compuestos que tienen propiedades de formación de película y adhesión, lo que convencionalmente se ha conocido como el aglutinante en estos usos. Los ejemplos de aglutinante incluyen resinas termoplásticas, resinas curables y resinas curables líquidas, y son particularmente preferibles las resinas acrílicas, resinas epoxi, resinas de flúor y resinas fenólicas.

(Película conductora anisotrópica y proceso para la producción de la misma)

Es necesario que la película conductora anisotrópica producida mediante el proceso de la presente invención se fije en el estado en el que el polvo metálico de cadena se orienta en la dirección del espesor de la película, como se ha descrito anteriormente. La película conductora anisotrópica puede producirse mediante:

<i> un proceso de recubrimiento de un material compuesto preparado mezclando un polvo metálico de cadena con un aglutinante en una proporción predeterminada, junto con un disolvente adecuado, en un sustrato al que se aplica un campo magnético en la dirección de intersección con la superficie del sustrato, y solidificando o curando el material compuesto en el estado en el que se orienta el polvo metálico de cadena en la dirección del espesor de la película a lo largo de la dirección del campo magnético, para fijar de esta forma la orientación del polvo metálico de cadena, o

<ii> un proceso de dispersión de un polvo metálico de cadena sobre un sustrato al que se aplica un campo magnético en la dirección de la intersección con la superficie del sustrato, recubriendo un agente de recubrimiento fluido que contiene un aglutinante en el estado en el que el polvo metálico de cadena se orienta en la dirección del espesor de la película, solidificando o curando el agente de recubrimiento, fijando de esta forma la orientación del polvo metálico de cadena,

y retirando del sustrato la película conductora anisotrópica resultante. El disolvente puede omitirse mediante el uso de un aglutinante líquido, tal como resina curable líquida en el material compuesto utilizado en el proceso <i> o el agente de recubrimiento utilizado en el proceso <ii>.

La intensidad del campo magnético que se aplica en el caso de la realización de los procesos y <i> <ii> varía según el tipo o el contenido de un metal que tiene ferromagnetismo contenido en el polvo metálico de cadena, pero es preferentemente de 1 mT o mayor, más preferentemente 10 mT o mayor, y particularmente preferentemente 40 mT o mayor, en términos de densidad de flujo magnético, teniendo en cuenta la orientación suficiente del polvo metálico de cadena en la película conductora anisotrópica en la dirección del espesor de la película.

Los ejemplos del proceso de aplicación del campo magnético incluyen un proceso de disposición de un imán sobre o debajo de un sustrato, tal como un sustrato de vidrio o un sustrato de plástico, o un proceso de utilización de la superficie de un imán como el sustrato. Este último proceso utiliza el hecho de que una línea de una fuerza magnética emitida desde la superficie del imán es casi perpendicular a la superficie de un imán en el intervalo desde la superficie hasta el espesor de la película conductora anisotrópica o menos, y hay una ventaja que se puede simplificar un aparato para la producción de una película conductora anisotrópica.

La relación del contenido de polvo metálico de cadena en la película conductora anisotrópica resultante de la presente invención está preferentemente dentro de un intervalo del 0,05 al 20% en volumen. El espesor está preferentemente dentro de un intervalo de 10 a 100  $\mu\text{m}$ , teniendo en cuenta una adhesión conductora satisfactoria en el caso de la unión por contacto de un electrodo y un electrodo sobresaliente, o un electrodo y un electrodo a través de una película conductora anisotrópica.

La película conductora anisotrópica producida por el proceso de la presente invención no provoca cortocircuito debido a la función del polvo metálico de cadena como el componente conductor, incluso si una distancia entre los electrodos adyacentes es inferior a 50  $\mu\text{m}$ , y preferentemente de 40  $\mu\text{m}$  o menor, en el montaje de un paquete semiconductor. Por lo tanto, es posible satisfacer suficientemente las necesidades de mayor densidad de montaje. Además de las aplicaciones anteriores, la película conductora anisotrópica de la presente invención se puede usar para montaje de clavijas de conectores hembra IC. También es posible usar la película anisotrópica para el paquete tridimensional unido por enlaces de cable o conexión  $\mu\text{BGA}$  (microsoldadura de punto) en la actualidad.

## Ejemplos

La presente invención se describirá a continuación mediante ejemplos y ejemplos comparativos.

« Producción de polvo metálico de cadena »

Ejemplos 1 a 13

En 715 ml de agua pura, se disolvieron 91,5 g (0,30 moles) de citrato trisódico dihidrato y 11,0 g (0,04 moles) de sulfato de níquel hexahidratado para preparar una solución acuosa de iones metálicos. Se preparó una solución acuosa de agente reductor mediante el siguiente procedimiento. Es decir, se vertió una solución acuosa en ácido clorhídrico al 20% en peso (pH 4) de tetracloruro de titanio en una celda de un tipo de celda electrolítica dividida en dos celdas con una membrana de intercambio aniónico producida por Asahi Glass Co., Ltd. y se vertió en la otra celda una solución acuosa de sulfato de sodio con una concentración 0,1 M. Después de sumergir un electrodo de fibra de carbono en cada solución, la solución acuosa se sometió a un tratamiento de electrólisis catódica mediante electrificación con corriente continua, controlando mientras a una tensión fijada de 3,5 V empleando el lado de la solución acuosa de tetracloruro de titanio como cátodo y el lado de la solución acuosa de sulfato como ánodo,

reduciendo de esta forma una parte del Ti (IV) a Ti (III) para obtener 80,0 g de una solución. La cantidad total de iones de titanio era de 0,1 moles y la relación molar de Ti (III) a Ti (IV) era de 4:1.

5 Adicionalmente, se disolvieron en agua pura 60,0 ml de agua amoniacal al 25% y un compuesto polimérico (I) o (II) en la cantidad que se muestra en la Tabla 2 y, si fuera necesario, se añadió agua pura hasta alcanzar la cantidad total de 200 ml y, por lo tanto, se preparó una solución acuosa de agente dispersante. Cuando se usó el compuesto polimérico suministrado en forma sólida, la cantidad total de compuesto polimérico se disolvió previamente en agua pura a 50 °C y, si fuera necesario, se eliminaron los insolubles por filtración para obtener una solución, y luego la solución resultante se añadió de manera que la cantidad de cada componente se encontraba dentro del intervalo anterior. Cuando se utilizó el compuesto polimérico suministrado en forma de solución acuosa, la cantidad se ajustó de forma que la cantidad del contenido de sólido en la solución acuosa, es decir, la cantidad de compuesto polimérico se convirtió en una cantidad predeterminada. La cantidad de agua amoniacal se controló a la cantidad adecuada para ajustar el pH de toda la solución de reacción a 10.

15 La cantidad total de la solución acuosa de iones metálicos se mezcló con la cantidad total de la solución acuosa del agente reductor y, después de agitar a  $23 \pm 1$  °C durante 20 minutos, la solución mezclado se cargó en un recipiente de reacción dispuesto entre un par de imanes opuestos. Se aplicó continuamente un campo magnético de 100 mT a la solución y también se añadió a la vez la cantidad total de la solución acuosa de agente dispersante calentada previamente a 35 °C, mientras se agitaba la solución en el recipiente de reacción de 4 a 5 veces, usando una barra de agitación en el estado en el que se mantenía la temperatura del líquido a 35 °C para preparar una solución de reacción que tuviera el pH ajustado a 10. Después de terminar un flujo de reacción de la solución mediante la rotación de la barra de agitación de 1 a 2 veces en sentido inverso, se llevó a cabo la reacción de deposición por reducción manteniendo un estado estacionario de la solución sustancialmente sin agitación (velocidad de agitación: 0 rpm).

25 Después de 10 minutos de terminar el flujo de la solución de reacción, el precipitado de la solución se filtró y se lavó con agua en un filtro. Luego, se produjo un polvo metálico de cadena, mediante las etapas de lavado del precipitado en agua pura, con agitación (20 minutos), retirada por filtración, lavado en etanol con agitación (30 minutos), lavado ultrasónico en etanol (30 minutos), retirada por filtración y secado al vacío ( $23 \pm 1$  °C).

#### 30 Ejemplo Comparativo 1

Se produjo un polvo metálico de cadena de la misma manera que en los Ejemplos 1 a 13, excepto que se usó como agente dispersante, el ácido poliacrílico que tiene un peso molecular promedio en peso de 2500.

#### 35 Ejemplo Comparativo 2

Se produjo un polvo metálico de cadena de la misma manera que en los Ejemplos 1 a 13, excepto que se usó como agente dispersante un compuesto polimérico que tiene un peso molecular promedio en peso de 165.500, obtenido por copolimerización alterna de isobutileno y ácido maleico.

Se evaluaron características de los polvos metálicos de cadena producidos en los ejemplos anteriores respectivos y los ejemplos comparativos mediante el siguiente ensayo de evaluación de la forma I.

#### 45 Ensayo de evaluación de la forma I.

Después de que cada uno de los polvos metálicos de cadena producido en los ejemplos y ejemplos comparativos se dispersara de forma ultrasónica en metil etil cetona durante 10 minutos, la dispersión resultante se mantuvo en un estado estacionario de esta forma, para precipitar el polvo metálico de cadena, retirar el líquido sobrenadante (metil-etil-cetona), y luego se mezclaron 10,0 g de ACRYRUP SY-105 [nombre comercial de Kanagawa Co., Ltd.] y 0,4 g de 2,2'-azobis (isobutironitrilo) sobre la base de 0,01 g de polvo metálico de cadena.

55 La mezcla resultante se dispersó de manera uniforme mediante una agitación centrífuga durante 10 minutos y quitando la espuma durante 10 minutos para preparar un material compuesto líquido para la evaluación de la forma. El material compuesto resultante se recubrió sobre una placa de vidrio con una cuchilla fija (juego mínimo: 25  $\mu$ m) y se secó calentando a 200 °C durante 30 minutos, y después la resina se curó para obtener una película para la evaluación de la forma en la que el polvo metálico de cadena se orienta en una dirección del plano de la película.

60 Se introdujeron imágenes microscópicas de la superficie de la película en un ordenador utilizando una cámara CCD conectada a un microscopio. El ordenador analizó las imágenes y se midió la longitud de cadena de todas las imágenes de los polvos metálicos de cadena. Se determinaron una longitud de cadena media y una longitud de cadena máxima del polvo metálico de cadena a partir de los resultados de medición, y se calculó una relación entre longitud de cadena máxima / longitud de cadena media. Como longitud de cadena media, se empleó una longitud de cadena promedio en número. Como longitud de cadena máxima, se empleó una longitud de cadena en la que una frecuencia acumulada integrada de la longitud de cadena corta era del 99% de la distribución de la frecuencia numérica de la longitud de cadena.

A partir de la relación entre la longitud de cadena máxima / longitud de cadena media, se evaluó de acuerdo con los siguientes criterios si la longitud de cadena se encontraba o no dentro de un intervalo fijado.

- 5 MALO: Imposible evaluar la longitud de cadena debido a que la distribución de la frecuencia numérica de la longitud de cadena no tenía sólo una sola variante.
- ACEPTABLE: longitud de la cadena máxima / longitud de cadena media > 4
- BUENO:  $4 \geq$  longitud máxima de cadena / longitud de cadena media > 3,0
- EXCELENTE:  $3,0 \geq$  longitud de la cadena máxima / longitud de cadena media

10

Los resultados se muestran en la Tabla 2.

[Tabla 2]

	Agente dispersante		Número de evaluación	Media (µm)	Máximo (µm)	Media	Máximo/ Evaluación
	Clase	Cantidad (g)					
Ejemplo 1	(I-1)	1,0	277	20,1	85,4	4,2	ACEPTABLE
Ejemplo 2	(I-2)	1,0	1098	2,5	7,1	2,8	EXCELENTE
Ejemplo 3	(I-8)	1,0	432	13,1	49,0	3,7	BUENO
Ejemplo 4	(I-9)	1,0	945	5,7	18,7	3,3	BUENO
Ejemplo 5	(I-10)	1,0	171	15,3	64,1	4,2	ACEPTABLE
Ejemplo 6	(I-11)	1,0	345	14,6	63,1	4,3	ACEPTABLE
Ejemplo 7	(I-12)	1,0	185	14,3	63,1	4,4	ACEPTABLE
Ejemplo 8	(I-3)	0,3	1077	3,8	10,3	2,7	EXCELENTE
Ejemplo 9	(I-4)	0,3	1100	3,3	11,6	3,5	BUENO
Ejemplo 10	(I-5)	0,3	1563	1,9	4,7	2,5	EXCELENTE
Ejemplo 11	(I-6)	0,3	1852	1,9	7,8	4,1	MALO
Ejemplo 12	(I-7)	0,3	1766	1,6	4,8	3,0	EXCELENTE
Ejemplo 13	(II-1)	1,0	1051	3,3	8,3	2,5	EXCELENTE
Ejemplo Comparativo 1	PA	1,0	-	-	-	-	MALO
Ejemplo Comparativo 2	IB-MA	1,0	-	-	-	-	MALO
PA: Ácido poliacrílico IB-MA: Alternancia de copolímero de isobutileno y ácido maleico							

15

A partir de los resultados mostrados en la Tabla 2, como la longitud de cadena de todos los polvos metálicos de cadena de los ejemplos respectivos producidos mediante el uso de los compuestos poliméricos (I) o (II), como el agente dispersante se pudo evaluar debido a que la distribución de la frecuencia numérica de la longitud de cadena tenía una varianza única, se confirmó que los polvos metálicos de cadena tienen una pequeña distribución de la longitud de cadena.

20

« Producción de película conductora anisotrópica »

25

Ejemplo 14:

30

Se disolvieron dos tipos de resinas sólidas epoxi [número de artículo: 6099 (denominada resina A) y 6144 (denominada resina B), producidas por Asahi Kasei Corporation] y un agente latente de curado de tipo microcápsulas [número de artículo: HX3721 (denominado agente de curado), producido por Asahi Kasei Corporation], en una mezcla de disolventes de acetato de butilo y metil isobutil cetona en una proporción de peso de 75/25, en una proporción de peso de resina A / resina B / agente de curado de 70/30/40, para preparar una solución de resina en la que la concentración total de los tres componentes de la resina A, la resina B y el agente de curado es del 40% en peso.

La solución de resina resultante se mezcló con el polvo metálico de cadena producido en el Ejemplo 10 en una proporción de contenido del 0,5% en volumen, y se agitó de manera uniforme usando una agitación centrífuga para preparar un material compuesto líquido para una película conductora anisotrópica.

Después de que el material compuesto se recubriera sobre una película de PET con una cuchilla fija, se eliminó el disolvente por secado, calentando a 80 °C durante 5 minutos y luego a 100 °C durante 10 minutos, aplicando mientras un campo magnético de 40 mT y la resina se curó primero para producir un espesor de película conductora anisotrópica de 40 μm, en el que los polvos metálicos de cadena estaban fijados en el estado orientado en la dirección del espesor de la película.

Ejemplo Comparativo 3

Se produjo una película conductora de 40 μm de espesor, de la misma manera que en el Ejemplo 14, excepto que se usó la misma cantidad de un polvo metálico de cadena convencional producido en el Ejemplo Comparativo 1.

Medición de la resistencia a la conexión

En un patrón de electrodos formado disponiendo electrodos de Au que medían 15 μm de ancho, 50 μm de longitud y 2 μm de espesor a intervalos de 15 μm de la FPC que tiene el patrón de los electrodos, se superpuso cada película conductora anisotrópica producida en el ejemplo y en el ejemplo comparativo, y después se unieron temporalmente aplicando una presión de 0,1 N/mm<sup>2</sup> mientras se calentaba a 80 °C durante 10 segundos. En una película conductora anisotrópica, se superpuso un sustrato de vidrio en el que se depositó una película de Al para poner en contacto la película de Al con la película conductora anisotrópica, y luego se unieron finalmente aplicando una presión de 3 N/mm<sup>2</sup> calentando mientras a 200 °C. Se midió un valor de resistencia entre dos electrodos de Au adyacentes, conectados por conducción a través de la película conductora anisotrópica y la película de Al, y se determinó una resistencia a la conexión en la dirección del espesor de la película conductora anisotrópica mediante la reducción del valor medido a la mitad.

Medición de la resistencia de aislamiento

En un patrón de electrodos formado disponiendo electrodos de Au que medían 15 μm de ancho, 50 μm de longitud y 2 μm de espesor a intervalos de 15 μm de la FPC que tiene el patrón de los electrodos, se superpuso cada película conductora anisotrópica producida en el ejemplo y en el ejemplo comparativo, y después se unieron temporalmente aplicando una presión de 0,1 N/mm<sup>2</sup> mientras se calentaba a 80 °C durante 10 segundos. En una película conductora anisotrópica, se superpuso un sustrato de vidrio en el que se depositó una película de Al para poner en contacto la película de Al con la película conductora anisotrópica, y luego se unieron finalmente aplicando una presión de 3 N/mm<sup>2</sup> calentando mientras a 200 °C. Se midió un valor de la resistencia entre dos electrodos adyacentes de Au conectados por conducción a través de la película conductora anisotrópica y se tomó como resistencia de aislamiento en la dirección del plano de la película conductora anisotrópica.

Los resultados se muestran en la Tabla 3.

[Tabla 3]

	Resistencia a la conexión (Ω)	Resistencia de aislamiento (GΩ)
Ejemplo 14	0,1	100
Ejemplo Comparativo 3	0,1	1

A partir de los resultados mostrados en la Tabla 3, se confirmó que, de acuerdo con la película conductora anisotrópica del Ejemplo 14, en la que se usó el polvo metálico de cadena de la presente invención, la resistencia de aislamiento en la dirección del plano de la película pudo aumentar mediante la prevención de cortocircuitos debidos a caídas del polvo metálico de cadena mientras se mantenía la resistencia a la conexión en la dirección del espesor de la película con el mismo valor, en comparación con la película conductora anisotrópica del Ejemplo Comparativo 3, en el que se usó un polvo metálico de cadena convencional.

« Producción del polvo metálico de cadena »

Ejemplo 15 (Un Ejemplo de Referencia que no forma parte de la presente invención)

Se disolvieron en agua pura, 60,0 ml de agua amoniacal al 25% y 1,0 g de CELUNA D-735 y, si fuera necesario, se añadió agua pura hasta alcanzar la cantidad de 200 ml en total y, por lo tanto, se preparó una solución acuosa de agente dispersante. La cantidad de agua amoniacal se controló con la cantidad adecuada para ajustar el pH de la solución de reacción completa a 10.

La cantidad total de la misma solución acuosa de iones metálicos que se preparó en el Ejemplo 1 se mezcló con la de cantidad total de la misma solución acuosa de agente reductor que se preparó en el Ejemplo 1. Después de agitar a  $23 \pm 10$  °C durante 20 minutos, se cargó la solución mezclada en un recipiente de reacción dispuesto entre un par de imanes opuestos. Se aplicó un campo magnético de 100 mT continuamente a la solución y se añadió a la vez también la cantidad total de la solución acuosa de agente dispersante calentada previamente a 35 °C, agitando mientras la solución en el recipiente de reacción 4 a 5 veces, con un barra de agitación en el estado en el que se mantenía la temperatura del líquido a 35 °C para preparar una solución de reacción que tuviera el pH ajustado a 10. Después de terminar un flujo de la solución de reacción rotando la barra de agitación 1 a 2 veces en sentido inverso, se realizó la reacción de deposición por reducción manteniendo un estado estacionario de la solución sustancialmente sin agitación (velocidad de agitación: 0 rpm). Como resultado, se generaron muchas burbujas en la solución y casi todas ellas se mantuvieron sin romperse en la superficie de la solución para formar una capa de burbujas estable en la superficie de la solución de reacción.

Después de 10 minutos de terminar el flujo de la solución de reacción, la capa de burbujas se separó de la solución, se lavó con agua en un papel de filtro y luego se obtuvo el contenido de sólidos. Luego, se produjo un polvo metálico de cadena mediante las etapas de lavado el contenido de sólidos en agua pura, con agitación (20 minutos), retirando por filtración, lavando en etanol con agitación (30 minutos), lavando ultrasónicamente en etanol (30 minutos), retirando por filtración y secando al vacío ( $23 \pm 1$  °C).

Ejemplo 16 (Un Ejemplo de Referencia que no forma parte de la presente invención)

En agua pura, se disolvieron 60,0 ml de agua amoniacal al 25%, 0,6 g del compuesto polimérico (I-7) como un agente de dispersión y 1,0 g de un compuesto de sal de amonio parcial de un copolímero alterno de isobutileno-ácido maleico como compuesto capaz de formar espuma, soluble en agua [peso molecular promedio en peso: 60.000, contenido de isobutileno: 50%, en número] y, si fuera necesario, se añadió agua pura hasta alcanzar la cantidad de 200 ml en total y, por lo tanto, se preparó una solución acuosa dispersante. De la misma manera que en el Ejemplo 15, excepto que se usó esta solución acuosa de un agente dispersante, la reacción de deposición por reducción se llevó a cabo, y luego una capa de burbujas estable formada en la superficie de la solución de reacción se separó de la solución, para producir un polvo metálico de cadena mediante el mismo tratamiento de la misma manera que en el Ejemplo 15.

Ejemplo Comparativo 4

Se produjo un polvo metálico de la cadena de la misma manera que en el Ejemplo 15, excepto que se obtuvo un contenido de sólidos en un papel de filtro mediante el filtrado con la solución de reacción, sin separar la capa de burbujas.

Se evaluaron las características de los polvos metálicos de cadena producidos en los anteriores ejemplos y ejemplos comparativos respectivos, mediante el siguiente ensayo de evaluación de forma II.

Ensayo de evaluación de forma II

Con respecto a cada uno de los polvos metálicos de cadena producidos en los ejemplos y en el ejemplo comparativo, se realizó la misma operación que en el caso del ensayo de evaluación de forma para producir una película para el ensayo de evaluación de forma en el que el polvo metálico de cadena se orientó en la dirección de un plano de la película. Se introdujeron imágenes microscópicas de la superficie de la película resultante en un ordenador usando una cámara CCD conectada a un microscopio y luego se realizó el análisis de las imágenes por el ordenador.

Se midió la longitud de cadena de todos los polvos metálicos de cadena de los que se habían creado imágenes. Se determinaron una longitud de cadena media y una longitud de cadena máxima del polvo metálico de cadena a partir de los resultados de medición y se calculó una relación entre longitud de cadena máxima / longitud de cadena media. Se utilizó como longitud de cadena media, una longitud de cadena promedio en número. Como longitud de cadena máxima, se empleó una longitud de cadena en la que una frecuencia acumulada integrada de la longitud de cadena corta era del 99% en la distribución de la frecuencia numérica de la longitud de cadena.

A partir de la distribución de la frecuencia numérica, se determinó la frecuencia (% en número) en la que un polvo metálico de cadena que tiene la longitud de cadena de más de 10  $\mu\text{m}$  está presente. Cuando la frecuencia es pequeña, el polvo metálico de cadena resultante no contenía un componente que tiene una longitud de cadena larga. Cuando la relación de longitud de cadena máxima / longitud de cadena media era pequeña, el polvo metálico de cadena resultante tenía una pequeña distribución de la longitud de cadena que tiene una longitud de cadena corta.

A partir de la relación entre la longitud de cadena máxima / longitud de cadena media, se evaluó de acuerdo con los siguientes criterios si la longitud de cadena se encontraba o no dentro de un intervalo fijado.

MALO: Imposible evaluar la longitud de cadena debido a que la distribución de la frecuencia numérica de la longitud de cadena no tenía sólo una sola variante.

ACEPTABLE: longitud de la cadena máxima / longitud de cadena media > 4

BUENO:  $4 > \text{longitud máxima de cadena} / \text{longitud de cadena media} > 3,0$

5 EXCELENTE:  $3,0 > \text{longitud de la cadena máxima} / \text{longitud de cadena media}$

Los resultados se muestran en la Tabla 4.

[Tabla 4]

	Origen del que se recoge el polvo metálico de cadena	Número de evaluación	Longitud de cadena				Evaluación
			Media (µm)	Máximo (µm)	Máximo/Media	Frecuencia del componente que tiene una longitud de cadena de más de 10 µm (%)	
Ejemplo 15	Capa de burbujas	1118	3,0	8,9	3,0	0,1	EXCELENTE
Ejemplo 16	Capa de burbujas	1002	2,3	6,1	2,6	0,0	EXCELENTE
Ejemplo Comparativo 4	Solución de reacción y capa de burbujas	1220	3,7	12,7	3,4	3,0	BUENO

10 A partir de los resultados mostrados en la Tabla 4, se confirmó que era posible producir un polvo metálico de cadena, que apenas contuviera un polvo que tiene una longitud de cadena larga y que fuera casi uniforme en la longitud de cadena, que tenía una longitud de cadena corta, mediante la separación de una capa de burbujas formada en la superficie de la solución de reacción y recogiendo sólo un polvo metálico de cadena contenido en su interior.

« Producción de película conductora anisotrópica »

20 Ejemplo 17 (Un Ejemplo de Referencia que no forma parte de la presente invención)

Se produjo una película conductora anisotrópica de 40 µm de espesor de la misma manera que en el Ejemplo 14, excepto que se utilizó la misma cantidad de polvo metálico de cadena producido en el Ejemplo 15.

25 Ejemplo 18 (Un Ejemplo de Referencia que no forma parte de la presente invención)

Se produjo una película conductora anisotrópica de 40 µm de espesor de la misma manera que en el Ejemplo 14, excepto que se utilizó la misma cantidad de polvo metálico de cadena producido en el Ejemplo 16.

30 Ejemplo Comparativo 5

Se produjo una película conductora anisotrópica de 40 µm de espesor de la misma manera que en el Ejemplo 14, excepto que se utilizó la misma cantidad de polvo metálico de cadena convencional producido en el Ejemplo 4.

35 Con respecto a las películas conductoras anisotrópicas producidas en los Ejemplos 17 y 18 y el Ejemplo Comparativo 5, se midieron la resistencia a la conexión y la resistencia de aislamiento y se evaluaron las características. Los resultados se muestran en la Tabla 5.

[Tabla 5]

	Resistencia a la conexión ( $\Omega$ )	Resistencia de aislamiento ( $G\Omega$ )
Ejemplo 17	0,1	100
Ejemplo 18	0,1	100
Ejemplo Comparativo 5	0,1	1

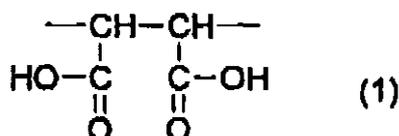
5 A partir de los resultados mostrados en la Tabla 5 se confirmó que, de acuerdo con las películas conductoras anisotrópicas de los Ejemplos 17 y 18, en los que se usó el polvo metálico de cadena de la presente invención, la resistencia de aislamiento en la dirección del plano de la película se podía aumentar mediante la prevención de cortocircuitos debidos a caídas de polvo metálico de cadena, manteniendo mientras la resistencia de la conexión en la dirección del espesor de la película con el mismo valor, en comparación con la película conductora anisotrópica del Ejemplo Comparativo 5, en el que se utilizó un polvo metálico de cadena convencional.

10

## REIVINDICACIONES

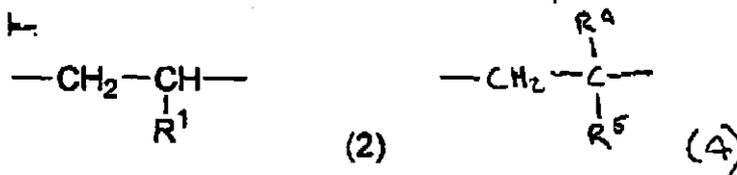
1. Un proceso para la producción de un polvo metálico de cadena, que comprende las etapas de reducción de iones metálicos ferromagnéticos contenidos en una solución acuosa a través de la acción de un agente reductor mientras se aplica un campo magnético a la solución en una dirección fijada, para depositar de esta forma partículas metálicas finas, y uniendo muchas de las partículas metálicas finas en forma de cadena para orientar las partículas metálicas finas en una dirección del campo magnético aplicado a través del magnetismo de las partículas metálicas finas, **caracterizado porque** la reacción de deposición por reducción se realiza en presencia de un compuesto polimérico que comprende:

(a) unidades de repetición representadas por la fórmula (1):



y

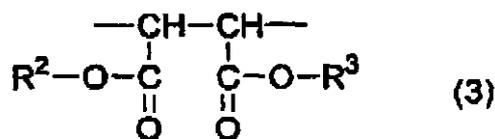
(b) unidades de repetición representadas por cualquiera de la fórmula (2) o la fórmula (4):



en la que  $R^1$  representa un grupo aromático que puede tener un sustituyente, o un grupo cicloalquilo, y en la que  $R^4$  y  $R^5$  son idénticos o diferentes, y representan un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo, con la condición de que  $R^4$  y  $R^5$  no sean simultáneamente átomos de hidrógeno.

2. El proceso para la producción de un polvo metálico de cadena de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el compuesto polimérico comprende unidades de repetición representadas por la fórmula (2) y además un compuesto que comprende:

(c) unidades de repetición representadas por la fórmula (3):

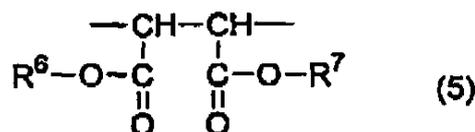


en la que  $R^2$  y  $R^3$  son idénticos o diferentes, y representan un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo que puede tener un sustituyente, un grupo cicloalquilo, un grupo amonio o un átomo de metal alcalino, con la condición de que  $R^2$  y  $R^3$  no sean simultáneamente átomos de hidrógeno, se usa como el compuesto polimérico.

3. El proceso para la producción de un polvo metálico de cadena de acuerdo con la reivindicación 1, en el que se usa como el agente reductor iones de Ti trivalentes agrupados con iones de Ti tetravalentes.

4. El proceso para la producción de un polvo metálico de cadena de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el compuesto polimérico comprende unidades de repetición representadas por la fórmula (3) y en el que un compuesto además comprende:

(f) unidades de repetición representadas por la fórmula (5):



en la que  $R^6$  y  $R^7$  son idénticos o diferentes, y representan un átomo de hidrógeno o un grupo amonio, con la condición de que  $R^6$  y  $R^7$  no sean simultáneamente átomos de hidrógeno, se usa como el compuesto polimérico.

- 5
5. El proceso para la producción de un polvo metálico de cadena de acuerdo con la reivindicación 1, en el que se usa como el agente reductor iones de Ti trivalentes agrupados con iones de Ti tetravalentes.
- 10
6. El procedo de cualquiera de las reivindicaciones de 1 a 5, en el que el polvo metálico de cadena tiene una forma en la que las partículas metálicas finas se unen en una forma lineal.