

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2017-193727

(P2017-193727A)

(43) 公開日 平成29年10月26日(2017.10.26)

(51) Int.Cl.	F 1	テーマコード (参考)
B 2 2 F 1/02 (2006.01)	B 2 2 F 1/02 A	4 K 0 1 8
B 2 2 F 1/00 (2006.01)	B 2 2 F 1/00 M	5 G 3 0 1
C 2 2 C 19/03 (2006.01)	B 2 2 F 1/00 R	5 G 3 0 7
C 2 2 C 21/00 (2006.01)	B 2 2 F 1/00 N	
C 2 2 C 30/00 (2006.01)	C 2 2 C 19/03 M	
審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 24 頁) 最終頁に続く		

(21) 出願番号 特願2016-82634 (P2016-82634)
 (22) 出願日 平成28年4月18日 (2016.4.18)

(71) 出願人 000180070
 山陽特殊製鋼株式会社
 兵庫県姫路市飾磨区中島字一文字3007
 番地
 (74) 代理人 100107940
 弁理士 岡 憲吾
 (74) 代理人 100120938
 弁理士 住友 敦郎
 (74) 代理人 100122806
 弁理士 室橋 克義
 (74) 代理人 100168192
 弁理士 笠川 寛
 (74) 代理人 100174311
 弁理士 染矢 啓

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 導電フィラー用粉末

(57) 【要約】

【課題】導電性に優れ、かつ低コストで得られうる導電フィラー用粉末の提供。

【解決手段】導電フィラー用粉末は、多数の粒子からなる。これらの粒子の材質は、

(1) 1種若しくは2種以上のシリサイド相、又は1種若しくは2種以上のAl-Ni相及び

(2) Ag相

を含む合金である。この合金におけるAgの含有率は、1at%以上50at%以下である。粒子は、シリサイド相又はAl-Ni相からなるコアと、Ag相からなるシェルとを有している。導電フィラー用粉末の平均粒径は、20μm以下である。

【選択図】 なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

多数の粒子からなり、

これらの粒子の材質が、

(1) 1 種若しくは 2 種以上のシリサイド相、又は 1 種若しくは 2 種以上の A l - N i 相及び

(2) A g 相

を含む合金であり、

上記合金における A g の含有率が、1 a t % 以上 5 0 a t % 以下であり、

上記粒子が、上記シリサイド相又は上記 A l - N i 相からなるコアと、上記 A g 相からなるシェルとを有しており、

平均粒径が 2 0 μ m 以下である導電フィラー用粉末。

【請求項 2】

上記合金が A g、S i 及び導電性元素 X 1 を含有しており、かつ残部が不可避免の不純物であり、

上記 A g 相における不純物の含有率が 5 a t % 以下であり、

上記合金が上記シリサイド相を有し、かつこのシリサイド相が S i と上記元素 X 1 とを含有しており、

上記元素 X 1 が、

(a) N i、M n 及び C a のうちのいずれか 1 種

又は

(b) B、N a、M g、C a、T i、V、C r、M n、F e、C o 及び N i からなる群から選択された 2 種以上

である請求項 1 に記載の導電フィラー用粉末。

【請求項 3】

上記合金が A g、S i 及び導電性元素 X 1 を含有しており、かつ残部が不可避免の不純物であり、

上記 A g 相における不純物の含有率が 5 a t % 以下であり、

上記合金が上記シリサイド相を有し、かつこのシリサイド相が S i と上記元素 X 1 とを含有しており、

上記元素 X 1 が、

(c) T i、V、C r 及び F e のうちのいずれか 1 種

である請求項 1 に記載の導電フィラー用粉末。

【請求項 4】

上記合金において、S i の含有率が 1 5 a t % 以上 7 0 a t % 以下であり、元素 X 1 の含有率が 2 0 a t % 以上 7 0 a t % 以下である請求項 2 又は 3 に記載の導電フィラー用粉末。

【請求項 5】

上記合金が A g、A l 及び N i を含有しており、かつ残部が不可避免の不純物であり、

上記 A g 相における不純物の含有率が 5 a t % 以下であり、

上記合金が上記 A l - N i 相を有し、かつこの A l - N i 相が A l と N i との金属間化合物を含有している請求項 1 に記載の導電フィラー用粉末。

【請求項 6】

上記合金において、A l の含有率が 2 0 a t % 以上 7 5 a t % 以下であり、N i の含有率が 2 0 a t % 以上 7 5 a t % 以下である請求項 5 に記載の導電フィラー用粉末。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、導電性樹脂、導電性プラスチック、導電性ペースト、電子機器、電子部品等に用いられる導電フィラーに適した粉末に関する。詳細には、本発明は、その材質が A g

10

20

30

40

50

相を有する合金である粉末に関する。

【背景技術】

【0002】

導電性物質に含有されるフィラーに、Au、Ag、Pt及びCuのような貴金属の粒子が用いられている。他の金属の表面に貴金属がコーティングされた粒子も、導電フィラーとして用いられている。貴金属の電気抵抗は小さいので、この貴金属を含むフィラーは導電性に優れる。貴金属を含む粒子の凝集により、粒子同士の大きな接触面積が得られるので、この観点からも貴金属はフィラーの導電性に寄与する。貴金属はさらに、熱伝導性にも優れる。

【0003】

貴金属は、高価である。従って、貴金属を含む導電性物質は、高コストである。しかも、貴金属は高比重である。従って、貴金属を含む導電性物質は、重い。コスト低減及び軽量化の観点から、貴金属以外の元素を含む合金の検討が、種々なされている。

【0004】

特開2004-47404公報には、Si系化合物からなる粒子の表面に、炭素がコーティングされた導電フィラー用合金が開示されている。この粒子では、Siの微結晶がSi系化合物に分散している。

【0005】

特開2006-54061公報には、Agからなる粒子の表面に、Si又はSi系化合物がコーティングされた導電フィラー用合金が開示されている。

【0006】

特開2008-262916公報には、Agと、0.01-10質量%のSiとを含有する導電フィラー用合金が開示されている。この合金では、Agの粒子の表面に、SiO₂のゲルがコーティングされている。

【0007】

特開2006-302525公報には、Al又はSiを含むAg合金からなる導電フィラー用粉末が開示されている。

【0008】

国際公開WO99/22411号公報には、Siと、0.001at%以上20at%以下の添加元素とを含む導電性合金が開示されている。

【0009】

特許第4337501号公報には、Niがベースであり、Mg、Ti、Zr、V、Nb、Ta、Cr、Mo、W、Mn、Fe、Al又はSiを含む導電性ペーストが開示されている。この公報にはさらに、Cuがベースであり、Mg、Ca、Ti、Zr、V、Nb、Mn、Fe、Co、Al又はSiを含む導電性ペーストも開示されている。

【0010】

特許第4678654号公報には、Ag、Cu、Au、Pt、Ti、Zn、Al、Fe、Si又はNiを含む高融点金属粒子と、Sn、In又はBiを含む低融点金属粒子とを有する導電層が開示されている。

【0011】

特許第5066885号公報には、Ag、Au、Cu、Al、Ni、Pt又はPdからなる扁平粒子が開示されている。この粒子の径は、10μm以下である。

【0012】

特開2012-92442公報には、平均粒径が15μm以下である銀粉を粉碎する工程を含む粉末製造方法が開示されている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0013】

【特許文献1】特開2004-47404公報

【特許文献2】特開2006-54061公報

10

20

30

40

50

【特許文献3】特開2008-262916公報
【特許文献4】特開2006-302525公報
【特許文献5】国際公開WO99/22411号公報
【特許文献6】特許第4337501号公報
【特許文献7】特許第4678654号公報
【特許文献8】特許第5066885号公報
【特許文献9】特開2012-92442公報
【発明の概要】
【発明が解決しようとする課題】
【0014】

10

前述の通り、導電フィラーとして貴金属からなる粒子が用いられている。典型的な粒子は、Ag粒子、Agコーティング粒子及びCu粒子である。Ag粒子は導電性に極めて優れるが、このAg粒子ではイオンマイグレーションによって劣化が生じやすい。このAg粒子は、導電性の長期的安定性に劣る。Agコーティング粒子でも、イオンマイグレーションによって劣化が生じやすい。さらにAgコーティング粒子では、コート層の剥離が生じやすい。Agコーティング粒子は、導電性の長期的安定性に劣る。一次粒子に凝集が生じている場合、Agのコーティング（メッキ等）が十分にはなされ得ない。しかも、コーティングにはコストがかかる。Cu粒子では、腐食が生じやすい。このCu粒子も、導電性の長期的安定性に劣る。導電性の長期的安定性に優れた粉末が、望まれている。

【0015】

20

Ag粒子と他の金属の粒子とを含む粉末も、提案されている。この粉末では、Ag同士の接触が十分ではない。従ってこの粉末は、導電性に劣る。

【0016】

Ag合金からなる粉末も、提案されている。この粉末では、Agと他の金属とが、金属間化合物を形成しやすい。この金属間化合物の導電性は、不十分である。さらにこの合金では、Agが粒子の内部に点在する組織を有するので、Ag同士の接触が十分ではない。従ってこの粉末は、導電性に劣る。

【0017】

前述の通り、Au、Ag、Pt及びCuのような貴金属は、高価である。さらに、貴金属以外の導電性元素であるAl、Cr、Mg、Na、Mo、Rh、W、Be、Ir、Zn、K、Cd、Ru、In、Li、Os、Co、Pt、P、Pd、Sn、Ni、Ta、Rb、Tl、Th、Pb、Sr、V、Sb、Zr、Ca等も、比較的高価である。これらの元素は、導電フィラー用粉末のコストを押し上げる。Feは比較的低コストで得られるが、酸化されやすい。Feからなる粒子には、防錆対策が必要である。この防錆対策は、粉末のコストを押し上げる。さらに、Al、Mg、Na、Be、K、Li、P、Rb、Tl、Th、Pb、Sr、Zr及びCaの純金属元素は活性であり、微細粉末の状態では粉塵爆発の危険性を有する。これらの元素からなる粉末には、爆発防止対策が必要である。この対策は、粉末のコストを押し上げる。低コストで得られる粉末が、望まれている。

30

【0018】

導電フィラー用粉末が樹脂粉末とブレンドされ、このブレンドによって得られた混合物から成形体が成形されることが多い。この成形では、一般的には、混合物が加熱される。加熱により、樹脂が溶融する。導電フィラー用粉末の密度が過大であると、樹脂が溶融した状態では、混合物中で導電フィラー用粉末が沈降する。沈降により、導電フィラー用粉末の偏在が生じる。この成形体では、局部的に電気伝導ネットワークが寸断される。密度が小さな導電フィラー用粉末が、望まれている。

40

【0019】

導電フィラー用粉末の効率のよい製造方法として、アトマイズが知られている。アトマイズで得られる粒子は、通常は、電解法、化学還元法等で得られる粒子に比べて大きい。従って、用途によっては、この粒子に分級処理が施される必要がある。しかし、分級により材料の歩留が低下する。高い歩留が達成されるには、アトマイズで得られた粒子に粉碎

50

処理が施され、微細化される必要がある。展延性が大きい材質からなる粒子に粉碎処理が施された場合、扁平化が生じ、微細化しにくい。粉碎しやすいフィラー用合金が、望まれている。

【0020】

炭素系の粉末は、比重が小さくかつ低コストである点で、有利である。しかし、炭素系の粉末の導電性は、十分ではない。

【0021】

特開2004-47404公報に開示された粉末は、Siの微結晶を多量に含有する。この粉末の導電性は、不十分である。

【0022】

特開2006-54061公報に開示された粉末はAgを多量に含むので、高価である。同様に、特開2008-262916公報に開示された粉末及び特開2006-302525公報に開示された粉末も、高価である。

【0023】

国際公開WO99/22411号公報に開示された合金は、多量のSiを含む。この合金からアトマイズによって得られた粉末では、Si相が導電性を阻害する。

【0024】

特許第4337501号公報に開示された粉末には、Ni相及びCu相が存在する。この粉末の平均粒径は、極めて小さい。この粉末は、アトマイズ及び機械的攪拌では得られにくい。この粉末の製造コストは、高い。

【0025】

特許第4678654号公報には、Ag、Cu、Au、Pt、Ti、Zn、Al、Fe、Si又はNiを含む粉末が開示されている。しかしこの公報には、粉末の組成、組織等についての具体的な言及はない。

【0026】

特許第5066885号公報に開示された粉末は、微細である。この公報には、この粉末を得る方法についての開示がない。

【0027】

特開2012-92442公報に開示された製造方法では、歩留まりが悪い。この製造方法のコストは、高い。

【0028】

本発明の目的は、導電性に優れ、かつ低コストで得られうる導電フィラー用粉末の提供にある。

【課題を解決するための手段】

【0029】

本発明に係る導電フィラー用粉末は、多数の粒子からなる。これらの粒子の材質は、

(1) 1種若しくは2種以上のシリサイド相、又は1種若しくは2種以上のAl-Ni相及び

(2) Ag相

を含む合金である。この合金におけるAgの含有率は、1at%以上50at%以下である。粒子は、シリサイド相又は上記Al-Ni相からなるコアと、Ag相からなるシェルとを有する。この粉末の平均粒径は、20μm以下である。

【0030】

好ましくは、合金は、Ag、Si及び導電性元素X1を含有する。この合金の残部は、不可避的不純物である。Ag相における不純物の含有率は、5at%以下である。合金は、シリサイド相を有する。このシリサイド相は、Siと元素X1とを含有する。元素X1は、

(a) Ni、Mn及びCaのうちのいずれか1種
又は

(b) B、Na、Mg、Ca、Ti、V、Cr、Mn、Fe、Co及びNiからなる群か

10

20

30

40

50

ら選択された2種以上である。

【0031】

元素X1が、
(c) Ti、V、Cr及びFeのうちのいずれか1種であってよい。

【0032】

好ましくは、合金において、Siの含有率は、15at%以上70at%以下である。元素X1の含有率は、20at%以上70at%以下である。

【0033】

合金が、Ag、Al及びNiを含有してもよい。この合金の残部は、不可避的不純物である。Ag相における不純物の含有率は、5at%以下である。合金は、Al-Ni相を有する。このAl-Ni相は、AlとNiとの金属間化合物を含有する。

【0034】

好ましくは、この合金において、Alの含有率は20at%以上75at%以下であり、Niの含有率は20at%以上75at%以下である。

【発明の効果】

【0035】

本発明に係る導電フィラー用粉末では、それぞれの粒子は、いわゆるコアシェル構造を有する。コアは主として、シリサイド相又はAl-Ni相からなる。シェルは主として、Ag相からなる。粒子と他の粒子とが接するとき、Ag相と他のAg相とが接する。Agの電気抵抗値は極めて低いので、Ag相と他のAg相とが接することにより、優れた導電性が発現される。シリサイド相及びAl-Ni相の電気抵抗値は、Agのそれよりは高いものの、かなり低い。従って、粒子自体の電気抵抗値も、低い。このフィラー用粉末を含む製品は、導電性に極めて優れる。

【発明を実施するための形態】

【0036】

本発明に係る導電フィラー用粉末は、多数の粒子の集合である。それぞれの粒子は、シリサイド相又はAl-Ni相からなるコアと、Ag相からなるシェルとを有している。この粒子は、いわゆるコアシェル構造を有する。

【0037】

〔第一の実施形態〕

本発明の好ましい実施形態によれば、粒子の材質は、Ag、Si及び導電性元素X1を含有する合金である。好ましくは、この合金の残部は、不可避的不純物である。

【0038】

この合金は、
(1) Ag相及び

(2) Siと元素X1とを含有するシリサイド相を有している。好ましくは、この合金は、実質的に、Ag相及びシリサイド相のみからなる。この粒子において、コアの主成分はシリサイド相であり、シェルの主成分はAg相である。

【0039】

元素X1は、
(a) Ni、Mn及びCaのうちのいずれか1種、
(b) B、Na、Mg、Ca、Ti、V、Cr、Mn、Fe、Co及びNiからなる群から選択された2種以上、
又は
(c) Ti、V、Cr及びFeのうちのいずれか1種である。この元素X1は、導電性である。元素X1の電気伝導度は、 $100\text{ A V}^{-1}\text{ m}^{-1}$

10

20

30

40

50

¹ 以上である。

【0040】

シェルがA g相からなるので、粒子と他の粒子とが接触している状態では、A g相が他のA g相と接触する。A g相の電気抵抗値は小さいので、粒子間の接触抵抗は小さい。この粉末を含む製品では、A gのネットワークにより、優れた導電性が発現されうる。

【0041】

導電性の観点から、A g相における不純物の含有率は5 a t %以下が好ましく、3 a t %以下がより好ましく、2 a t %以下が特に好ましい。理想的には、この含有率は、ゼロである。

【0042】

S iは、電気伝導度の低い金属である。一方、シリサイド相の電気伝導度は、A gには及ばないものの、高い。その理由は、このシリサイド相における電気伝導を担うキャリアの濃度が、S iにおけるそれと比べて極めて高いためと推測される。このシリサイド相をコアに含み、かつA g相をシェルに含む粉末は、導電性に優れる。導電性の観点から、この合金が不可避的不純物以外のS i相を含まないことが、好ましい。

【0043】

このシリサイド相の密度は、小さい。このシリサイド相を有する粉末は、軽量である。

【0044】

合金におけるA gの含有率は、1 a t %以上50 a t %以下が好ましい。含有率が1 a t %以上である合金は、導電性に優れる。この観点から含有率は3 a t %以上が特に好ましい。含有率が50 a t %以下である合金では、イオンマイグレーションが生じにくい。さらに、含有率が50 a t %以下である合金は、低コストで得られうる。これらの観点から、含有率は40 a t %以下が特に好ましい。

【0045】

軽量及び低コストの観点から、合金におけるS iの含有率は15 a t %以上が好ましく、20 a t %以上がより好ましく、25 a t %以上が特に好ましい。合金が十分なA g及び元素X 1を含有しうるとの観点から、S iの含有率は70 a t %以下が好ましく、65 a t %以下が特に好ましい。

【0046】

導電性の観点から、合金における元素X 1の含有率は20 a t %以上が好ましく、35 a t %以上がより好ましく、30 a t %以上が特に好ましい。合金が十分なA g及びS iを含有しうるとの観点から、元素X 1の含有率は70 a t %以下が好ましく、65 a t %以下が特に好ましい。

【0047】

合金における、元素X 1の原子組成百分率(a t %)とS iの原子組成百分率(a t %)との比(X 1/S i)は、0.5以上4.6以下が好ましい。この比(X 1/S i)が0.5以上である合金では、S i相が生じにくい。この観点から、この比(X 1/S i)は0.7以上が特に好ましい。この比(X 1/S i)が4.6以下である合金では、元素X 1の単相が生じにくい。この観点から、この比(X 1/S i)は3.0以下が特に好ましい。

【0048】

シリサイド相を形成しうる三元系合金の具体例として、S i-N i-A g系合金、S i-C a-A g系合金、S i-T i-A g系合金、S i-V-A g系合金、S i-C r-A g系合金、S i-F e-A g系合金及びS i-M n-A g系合金が挙げられる。S i-N i-A g系合金の場合、N iのS iに対する比(a t %比)は、0.5以上3.0以下が好ましい。S i-C a-A g系合金の場合、C aのS iに対する比(a t %比)は、0.5以上、1.0以下が好ましい。S i-T i-A g系合金の場合、T iのS iに対する比(a t %比)は、0.50以上0.82以下が好ましい。S i-V-A g系合金の場合、VのS iに対する比(a t %比)は、0.50以上0.72以下が好ましい。S i-C r-A g系合金の場合、C rのS iに対する比(a t %比)は、0.50以上1.86以下

10

20

30

40

50

が好ましい。S i - F e - A g 系合金の場合、F e の S i に対する比 (a t % 比) は、0 . 5 以上 3 . 5 以下が好ましい。S i - M n - A g 系合金の場合、M n の S i に対する比 (a t % 比) は、0 . 5 5 以上 4 . 6 以下が好ましい。比がこれらの範囲内である合金では、S i 相が形成されにくく、A g の金属間化合物が形成されにくく、かつ A g 相が不純物を含みにくい。

【0049】

合金は、(C r , T i) S i ₂ のような、常温において熱力学的に不安定なシリサイド相を含みうる。このようなシリサイド相は、アトマイズ時の急冷によって生じうる。

【0050】

合金が、融点の低い元素 X 2 を含んでもよい。この場合、好ましくは、合金は、

10

- (1) S i
- (2) 元素 X 1
- (3) A g
- (4) 元素 X 2

及び

- (5) 不可避的不純物

のみを含む。元素 X 2 の具体例として、B i 、G a 、S n 、I n 及び Z n が例示される。

【0051】

粉末の電気伝導度は、粒子内部のバルク抵抗と、粒子同士の接触抵抗に、主として支配される。元素 X 2 は、粒子同士の密着性を高める。従って元素 X 2 は、粉末の電気伝導度を高める。この観点から、合金における元素 X 2 の量は 1 a t % 以上が好ましく、2 a t % 以上が特に好ましい。

20

【0052】

粉末から成形体が形成されるとき、元素 X 2 の融点以上に加熱されれば、この元素 X 2 が溶融する。その後に凝固した元素 X 2 は、粒子の表面に優先的に存在する。凝固した元素 X 2 は、粒子同士の密着性をさらに高める。

【0053】

元素 X 2 は、導電性及び粉砕性を阻害するおそれがある。さらに、B i 、S n 、I n 及び Z n の密度は、シリサイド相の密度よりも大きい。導電性、粉砕性及び軽量の観点から、合金における元素 X 2 の量は 1 0 a t % 以下が好ましく、5 a t % 以下が特に好ましい。

30

【0054】

粉末の平均粒径は、2 0 μ m 以下である。この粉末は、樹脂等との混合が容易である。さらにこの粉末は、微細配線に用いられる導電ペーストにも適している。この観点から、平均粒径は 1 5 μ m 以下が特に好ましい。平均粒径は、1 μ m 以上が好ましい。

【0055】

平均粒径は、粉体の全体積を 1 0 0 % として累積カーブが求められたとき、その累積カーブが 5 0 % となる点の粒子径である。粒子径は、日機装社のレーザー回折・散乱式粒子径分布測定装置「マイクロトラック M T 3 0 0 0」により測定される。この装置のセル内に、粉末が純水と共に流し込まれ、粒子の光散乱情報に基づいて、平均粒径が検出される。

40

【0056】

[第二の実施形態]

本発明の好ましい他の実施形態によれば、粒子の材質は、A g 、A l 及び N i を含有する合金である。好ましくは、この合金の残部は、不可避的不純物である。

【0057】

この合金は、

- (1) A g 相

及び

- (2) A l - N i 相

50

を有している。好ましくは、この合金は、実質的に、A g 相及び A l - N i 相のみからなる。この粒子において、コアの主成分は A l - N i 相であり、シェルの主成分は A g 相である。A l - N i 相は、A l と N i との金属間化合物を含有する。

【0058】

シェルが A g 相からなるので、粒子と他の粒子とが接触している状態では、A g 相が他の A g 相と接触する。A g 相の電気抵抗値は小さいので、粒子間の接触抵抗は小さい。この粉末を含む製品では、A g のネットワークにより、優れた導電性が発現されうる。

【0059】

導電性の観点から、A g 相における不純物の含有率は 5 a t % 以下が好ましく、3 a t % 以下がより好ましく、2 a t % 以下が特に好ましい。理想的には、この含有率は、ゼロである。

10

【0060】

A l は、A g、C u 及び A u について導電性が高い。この A l と N i との化合物である A l - N i 相の電気伝導度は、A g には及ばないものの、高い。この A l - N i 相をコアに含み、かつ A g 相をシェルに含む粉末は、導電性に優れる。

【0061】

この A l - N i 相の密度は、小さい。この A l - N i 相を有する粉末は、軽量である。

【0062】

合金における A g の含有率は、1 a t % 以上 50 a t % 以下が好ましい。含有率が 1 a t % 以上である合金は、導電性に優れる。この観点から含有率は 3 a t % 以上が特に好ましい。含有率が 50 a t % 以下である合金では、イオンマイグレーションが生じにくい。さらに、含有率が 50 a t % 以下である合金は、低コストで得られうる。これらの観点から、含有率は 40 a t % 以下が特に好ましい。

20

【0063】

軽量及び低コストの観点から、合金における A l の含有率は 20 a t % 以上が好ましく、25 a t % 以上がより好ましく、30 a t % 以上が特に好ましい。合金が十分な A g 及び N i を含有しうるとの観点から、A l の含有率は 75 a t % 以下が好ましく、70 a t % 以下が特に好ましい。

【0064】

軽量及び低コストの観点から、合金における N i の含有率は 20 a t % 以上が好ましく、25 a t % 以上がより好ましく、30 a t % 以上が特に好ましい。合金が十分な A g 及び A l を含有しうるとの観点から、N i の含有率は 75 a t % 以下が好ましく、70 a t % 以下が特に好ましい。

30

【0065】

合金における N i の原子組成百分率 (a t %) と A l の原子組成百分率 (a t %) との比 (N i / A l) は、0.33 以上 1.67 以下が好ましい。比 (N i / A l) がこの範囲内である合金では、A g の金属間化合物が形成されにくい。

【0066】

合金が、融点の低い元素 X 2 を含んでもよい。この場合、好ましくは、合金は、

(1) A l

(2) N i

(3) A g

(4) 元素 X 2

40

及び

(5) 不可避的不純物

のみを含む。元素 X 2 の具体例として、B i、G a、S n、I n 及び Z n が例示される。

【0067】

粉末の電気伝導度は、粒子内部のバルク抵抗と、粒子同士の接触抵抗に、主として支配される。元素 X 2 は、粒子同士の密着性を高める。従って元素 X 2 は、粉末の電気伝導度を高める。この観点から、合金における元素 X 2 の量は 1 a t % 以上が好ましく、2 a t

50

%以上が特に好ましい。

【0068】

粉末から成形体が形成されるとき、元素X2の融点以上に加熱されれば、この元素X2が溶融する。その後に凝固した元素X2は、粒子の表面に優先的に存在する。凝固した元素X2は、粒子同士の密着性をさらに高める。

【0069】

元素X2は、導電性及び粉碎性を阻害するおそれがある。さらに、Bi、Sn、In及びZnの密度は、Al-Ni相の密度よりも大きい。導電性、粉碎性及び軽量の観点から、合金における元素X2の量は10at%以下が好ましく、5at%以下が特に好ましい。

10

【0070】

粉末の平均粒径は、20μm以下である。この粉末は、樹脂等との混合が容易である。さらにこの粉末は、微細配線に用いられる導電ペーストにも適している。この観点から、平均粒径は15μm以下が特に好ましい。平均粒径は、1μm以上が好ましい。

【0071】

〔粉末の導電性〕

本発明に係る導電フィラー用粉末の電気伝導度は、 $4700 \times 10^2 \text{ A V}^{-1} \text{ m}^{-1}$ 以上が好ましく、 $7000 \times 10^2 \text{ A V}^{-1} \text{ m}^{-1}$ 以上がより好ましく、 $10000 \times 10^2 \text{ A V}^{-1} \text{ m}^{-1}$ 以上が特に好ましい。電気伝導度の測定では、粉末と絶縁性の熱硬化性樹脂(EPOMET-F)が混合され、混合物が得られる。混合比は、1:1である。この混合物が、180℃の温度下で加圧され、直径が25mmである円柱状のサンプルが形成される。抵抗測定器(三菱化学アナリテック社製の低抵抗測定器「ロレスターGX」及びその測定プローブ)にて、このサンプルの電気伝導度が測定される。

20

【0072】

〔粉末の製造例1〕

以下、本発明に係る導電フィラー用粉末の製造方法の一例が説明される。この製造方法は、

(I)アトマイズによって第一母粉末を得る工程、

(II)Agを主成分とする第二母粉末を得る工程、

及び

(III)粉碎工程

を含む。第一母粉末を得る工程と第二母粉末を得る工程との順序に、制限はない。第一母粉末が製作された後に第二母粉末が製作されてもよく、第二母粉末が製作された後に第一母粉末が製作されてもよい。第一母粉末の製作と第二母粉末の製作とが、同時に進行してもよい。

30

【0073】

第一母粉末は、Si及び元素X1を含むシリサイド相、又はAl-Ni相を有する。好ましくは、第一母粉末は、シリサイド相及びAl-Ni相以外の相を有さない。この第一母粉末は、アトマイズによって得られる。アトマイズは、量産に適している。アトマイズにより、容易かつ安価に第一母粉末が製作されうる。好ましいアトマイズとして、水アトマイズ法、ガスアトマイズ法、ディスクアトマイズ法及びプラズマアトマイズ法が例示される。ガスアトマイズ法及びディスクアトマイズ法が、特に好ましい。以下、好ましいアトマイズの詳細が説明される。以下の記載において、アトマイズの条件は一例に過ぎない。条件は、用途等の事情に応じて適宜変更されうる。

40

【0074】

ガスアトマイズ法では、底部に細孔を有する石英坩堝の中に、原料が投入される。この原料が、アルゴンガス雰囲気中で、高周波誘導炉によって加熱され、溶融する。アルゴンガス雰囲気において、細孔から流出する原料に、アルゴンガスが噴射される。原料は急冷されて凝固し、第一母粉末が得られる。噴射圧の調整により、凝固速度がコントロールされうる。噴射圧が大きいほど、凝固速度は大きい。凝固速度のコントロールにより、所望

50

の粒度分布を有する第一母粉末が得られうる。凝固速度が速いほど、粒度分布の幅は小さい。

【0075】

ディスクアトマイズ法では、底部に細孔を有する石英坩堝の中に、原料が投入される。この原料が、アルゴンガス雰囲気中で、高周波誘導炉によって加熱され、溶融する。アルゴンガス雰囲気において、細孔から流出する原料が、高速で回転するディスクの上に落とされる。回転速度は、40000rpmから60000rpmである。ディスクによって原料は急冷され、凝固して、第一母粉末が得られる。

【0076】

第二母粉末の主成分は、Agである。好ましくは、第二母粉末は、Ag及び不可避免的不純物のみを含有する。第二母粉末は、既知の種々の方法で製作されうる。典型的な方法は、アトマイズである。第一母粉末に関して前述されたアトマイズが、第二母粉末の製作にも適用されうる。

【0077】

粉碎工程では、第一母粉末と第二母粉末との混合物が粉碎される。前述の通り、第一母粉末はアトマイズによって製作される。従って、この第一母粉末の粒子の径は、比較的大きい。一方、第一母粉末はシリサイド相又はAl-Ni相を有するので、靱性に劣る。従って第一母粉末は、容易に粉碎される。粉碎工程で得られた粉末の粒子は、微細である。しかも、第一母粉末が靱性に劣るので、粉碎工程で得られた粉末の粒子は、扁平化していない。

【0078】

第二母粉末は靱性に優れるので、粉碎工程で展延し、粉碎された第一母粉末の表面に付着する。これにより、コアシェル構造を有する粒子が得られる。コアの主成分は、シリサイド相又はAl-Ni相である。シェルの主成分は、Ag相である。

【0079】

粉碎は、量産に適している。さらに、粉碎による歩留まりは、高い。アトマイズと粉碎とが組み合わされた方法により、導電フィラー用粉末が低コストで製造されうる。

【0080】

粉碎は、メカニカルミリングによってなされうる。メカニカルミリングの装置の具体例として、ボールミル、ロッドミル、アトライタ、ジェット粉碎機、コールドストリーム機等が挙げられる。

【0081】

典型的な粉碎装置は、ボールミルである。ボールミルが用いられた粉碎では、容器に第一母粉末及び第二母粉末が投入される。容器にはさらに、ボールが投入される。容器の回転により、ボールが第一母粉末及び第二母粉末に衝突する。この衝突により、粒子が粉碎される。この衝突により、コアシェル構造を有する粒子が得られる。

【0082】

粉碎工程では、任意の比率で、第一母粉末と第二母粉末とが混合されうる。従って、アトマイズのみでは製造不可能な組成の粉末が、得られうる。例えば、Si、Ag及び他の元素からなる合金であって、Agの金属間化合物を有さない合金が、製造されうる。Si、Ag及び他の元素からなる合金が液相から急冷されて粉末が得られると、Agの金属間化合物が生成しやすい。この金属間化合物は、粉末の導電性を損なう。本発明に係る製造方法では、アトマイズの後にAg粉末が添加されるので、メカニカルミリング中に金属の溶融が生じないかぎり、Agの金属間化合物は生成しない。

【0083】

〔粉末の製造例2〕

以下、本発明に係る導電フィラー用粉末の製造方法の他の例が説明される。この製造方法は、

(I) アトマイズによって母粉末を得る工程、
及び

10

20

30

40

50

(II) 粉砕工程
を含む。

【0084】

母粉末の材質は、A g、S i 及び導電性元素 X 1 を含有する合金、又は A g、A l 及び N i を含有する合金である。前述の製造例 1 では、A g の粉末が、他の成分からなる第一母粉末と混合される。一方、製造例 2 では、上記工程 (I) のアトマイズにより、A g と他の成分とを含む合金からなる母粉末が得られる。

【0085】

母粉末は、S i 及び元素 X 1 を含むシリサイド相、又は A l - N i 相を有する。母粉末はさらに、A g 相を有する。好ましくは、母粉末は、シリサイド相、A l - N i 相及び A g 相以外の相を有さない。

10

【0086】

母粉末は、アトマイズによって得られる。アトマイズは、量産に適している。アトマイズにより、容易かつ安価に母粉末が製作されうる。製造例 1 に関して前述されたアトマイズ法が、製造例 2 にも適用されうる。

【0087】

粉砕工程では、母粉末が粉砕される。母粉末に含まれるシリサイド相又は A l - N i 相は、靱性に劣る。従って、これらの相は容易に粉砕される。これらの相の粉砕で得られた粉末の粒子は、微細である。しかも、これらの相の粉砕で得られた粉末の粒子は、扁平化していない。

20

【0088】

A g 相は靱性に優れるので、粉砕工程で展延する。粉砕されたシリサイド相及び A l - N i 相の表面に、A g 相が付着する。これにより、コアシェル構造を有する粒子が得られる。コアの主成分は、シリサイド相又は A l - N i 相である。シェルの主成分は、A g 相である。

【0089】

粉砕は、量産に適している。さらに、粉砕による歩留まりは、高い。アトマイズと粉砕とが組み合わされた方法により、導電フィラー用粉末が低コストで製造されうる。製造例 1 に関して前述された粉砕法が、製造例 2 にも適用されうる。

【実施例】

30

【0090】

以下、実施例によって本発明の効果が明らかにされるが、この実施例の記載に基づいて本発明が限定的に解釈されるべきではない。

【0091】

[S i 含有合金]

表 1 - 8 に示された組成を有する実施例 1 - 1 0 4 及び比較例 1 - 1 7 3 の粉末を得た。各粉末は、表 1 - 8 に記載されていない不可避免の不純物を含む。各粉末において生成されている相は、無作為に抽出された 1 0 0 個の粒子の断面を電子顕微鏡で観察することで特定した。表 4 - 8 において、本発明の発明特定事項を満たさない箇所に、下線が付されている。

40

【0092】

[A l - N i 系合金]

表 9 及び 1 0 に示された組成を有する実施例 1 0 5 - 1 3 3 及び比較例 1 7 4 - 2 2 0 の粉末を得た。各粉末は、表 9 及び 1 0 に記載されていない不可避免の不純物を含む。各粉末において生成されている相は、無作為に抽出された 1 0 0 個の粒子の断面を電子顕微鏡で観察することで特定した。表 9 及び 1 0 において、本発明の発明特定事項を満たさない箇所に、下線が付されている。

【0093】

[電気伝導度]

前述の方法にて、各粉末の電気伝導度を測定した。この結果が、下記の表 1 - 1 0 に示

50

されている。

【0094】

【表1】

表1

	Si (at%)	元素X1 (at%)	Ag (at%)	X1/Si	Si相	Ag化合 物相	アモルファス	A g成分添 加時期	平均粒径 (μm)	電気伝導度 ($10^2 \times \text{AV}^{-1} \text{m}^{-1}$)
実施例1	66	Ni 33	1	0.50	無	無	G. A.	粉碎時	11	7050
実施例2	64	Ni 35	1	0.55	無	無	G. A.	アモルファス時	20	6730
実施例3	59	Ni 40	1	0.68	無	無	G. A.	粉碎時	3	8890
実施例4	49	Ni 50	1	1.02	無	無	G. A.	粉碎時	11	8860
実施例5	39	Ni 60	1	1.54	無	無	G. A.	粉碎時	13	11800
実施例6	29	Ni 70	1	2.41	無	無	G. A.	アモルファス時	18	6830
実施例7	64	Ni 33	3	0.52	無	無	G. A.	粉碎時	9	18500
実施例8	62	Ni 35	3	0.56	無	無	G. A.	粉碎時	7	20600
実施例9	57	Ni 40	3	0.70	無	無	G. A.	粉碎時	6	31300
実施例10	47	Ni 50	3	1.06	無	無	G. A.	アモルファス時	10	28100
実施例11	37	Ni 60	3	1.62	無	無	G. A.	粉碎時	15	25400
実施例12	27	Ni 70	3	2.59	無	無	G. A.	アモルファス時	7	28700
実施例13	62	Ni 28	10	0.45	無	無	G. A.	粉碎時	4	6280
実施例14	60	Ni 30	10	0.50	無	無	G. A.	粉碎時	9	43500
実施例15	50	Ni 40	10	0.80	無	無	G. A.	粉碎時	12	49300
実施例16	40	Ni 50	10	1.25	無	無	G. A.	アモルファス時	14	44200
実施例17	30	Ni 60	10	2.00	無	無	G. A.	アモルファス時	16	46500
実施例18	25	Ni 65	10	2.60	無	無	G. A.	粉碎時	6	49400
実施例19	50	Ni 30	20	0.60	無	無	G. A.	粉碎時	11	48100
実施例20	40	Ni 40	20	1.00	無	無	G. A.	粉碎時	18	46500
実施例21	30	Ni 50	20	1.67	無	無	G. A.	粉碎時	15	43100
実施例22	20	Ni 60	20	3.00	無	無	G. A.	粉碎時	14	39500
実施例23	45	Ni 25	30	0.56	無	無	G. A.	アモルファス時	20	74500
実施例24	30	Ni 40	30	1.33	無	無	G. A.	粉碎時	3	64900
実施例25	18	Ni 52	30	2.89	無	無	G. A.	粉碎時	19	70300
実施例26	40	Ni 20	40	0.50	無	無	G. A.	アモルファス時	6	72100
実施例27	30	Ni 30	40	1.00	無	無	G. A.	粉碎時	5	82900
実施例28	20	Ni 40	40	2.00	無	無	G. A.	粉碎時	19	85400
実施例29	15	Ni 45	40	3.00	無	無	G. A.	粉碎時	8	76900
実施例30	30	Ni 20	50	0.67	無	無	G. A.	粉碎時	14	77400
実施例31	20	Ni 30	50	1.50	無	無	G. A.	粉碎時	13	88100
実施例32	15	Ni 35	50	2.33	無	無	G. A.	粉碎時	16	71300
実施例33	66	Ca 33	1	0.50	無	無	G. A.	粉碎時	17	11300
実施例34	64	Ca 35	1	0.55	無	無	G. A.	粉碎時	19	14100
実施例35	59	Ca 40	1	0.68	無	無	G. A.	粉碎時	10	10100

【0095】

10

20

30

40

【表 2】

表2

	Si (at%)	元素X1 (at%)	Ag (at%)	X1/Si	Si相	Ag化合物相	7ト7イ [*]	A g成分添 加時期	平均粒径 (μm)	電気伝導度 ($10^2 \times \text{AV}^{-1} \text{m}^{-1}$)
実施例36	54	Ca 45	1	0.83	無	無	G. A.	粉碎時	5	10600
実施例37	62	Ca 35	3	0.56	無	無	G. A.	粉碎時	16	23100
実施例38	57	Ca 40	3	0.70	無	無	G. A.	7ト7イ [*] 時	4	21500
実施例39	52	Ca 45	3	0.87	無	無	G. A.	粉碎時	8	21800
実施例40	60	Ca 30	10	0.50	無	無	G. A.	粉碎時	17	44300
実施例41	50	Ca 40	10	0.80	無	無	G. A.	粉碎時	3	59100
実施例42	45	Ca 45	10	1.00	無	無	G. A.	粉碎時	3	48300
実施例43	50	Ca 30	20	0.60	無	無	G. A.	7ト7イ [*] 時	6	58400
実施例44	45	Ca 35	20	0.78	無	無	G. A.	粉碎時	3	58900
実施例45	40	Ca 40	20	1.00	無	無	G. A.	7ト7イ [*] 時	4	48900
実施例46	45	Ca 25	30	0.56	無	無	G. A.	粉碎時	20	79300
実施例47	40	Ca 30	30	0.75	無	無	G. A.	粉碎時	8	61200
実施例48	35	Ca 35	30	1.00	無	無	G. A.	粉碎時	15	51800
実施例49	40	Ca 20	40	0.50	無	無	G. A.	粉碎時	10	69400
実施例50	30	Ca 30	40	1.00	無	無	G. A.	粉碎時	14	87800
実施例51	30	Ca 20	50	0.67	無	無	G. A.	粉碎時	20	103000
実施例52	25	Ca 25	50	1.00	無	無	G. A.	粉碎時	5	115000
実施例53	64	Mn 35	1	0.55	無	無	G. A.	粉碎時	15	10300
実施例54	59	Mn 40	1	0.68	無	無	G. A.	粉碎時	4	11800
実施例55	49	Mn 50	1	1.02	無	無	G. A.	粉碎時	17	14800
実施例56	39	Mn 60	1	1.54	無	無	G. A.	粉碎時	3	9900
実施例57	29	Mn 70	1	2.41	無	無	G. A.	7ト7イ [*] 時	15	10300
実施例58	19	Mn 80	1	4.21	無	無	G. A.	粉碎時	17	11800
実施例59	62	Mn 35	3	0.56	無	無	G. A.	7ト7イ [*] 時	17	18400
実施例60	47	Mn 50	3	1.06	無	無	G. A.	粉碎時	12	27400
実施例61	37	Mn 60	3	1.62	無	無	G. A.	粉碎時	19	26900
実施例62	27	Mn 70	3	2.59	無	無	G. A.	粉碎時	9	26300
実施例63	19	Mn 78	3	4.11	無	無	G. A.	粉碎時	7	21800
実施例64	55	Mn 35	10	0.64	無	無	G. A.	粉碎時	12	42300
実施例65	50	Mn 40	10	0.80	無	無	G. A.	粉碎時	7	54300
実施例66	40	Mn 50	10	1.25	無	無	G. A.	粉碎時	8	52100
実施例67	30	Mn 60	10	2.00	無	無	G. A.	粉碎時	7	47800
実施例68	20	Mn 70	10	3.50	無	無	G. A.	粉碎時	17	49300
実施例69	50	Mn 30	20	0.60	無	無	G. A.	粉碎時	4	52800
実施例70	40	Mn 40	20	1.00	無	無	G. A.	粉碎時	17	68600

【0096】

10

20

30

40

【表 3】

表3	Si (at%)	元素X1 (at%)	Ag (at%)	X1/Si	Si相	Ag化合 物相	7トリス [*]	A g成分添 加時期	平均粒径 (μm)	電気伝導度 ($10^2 \times \text{AV}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$)
実施例71	30	Mn 50	20	1.67	無	無	G.A.	粉碎時	14	51300
実施例72	20	Mn 60	20	3.00	無	無	G.A.	粉碎時	4	49400
実施例73	15	Mn 65	20	4.33	無	無	G.A.	粉碎時	16	54200
実施例74	45	Mn 25	30	0.56	無	無	G.A.	粉碎時	17	56700
実施例75	40	Mn 30	30	0.75	無	無	G.A.	粉碎時	17	66100
実施例76	30	Mn 40	30	1.33	無	無	G.A.	粉碎時	17	57100
実施例77	20	Mn 50	30	2.50	無	無	G.A.	7トリス [*] 時	5	58500
実施例78	15	Mn 55	30	3.67	無	無	G.A.	粉碎時	4	68000
実施例79	30	Mn 30	40	1.00	無	無	G.A.	7トリス [*] 時	3	61200
実施例80	20	Mn 40	40	2.00	無	無	G.A.	粉碎時	20	65600
実施例81	15	Mn 45	40	3.00	無	無	G.A.	粉碎時	10	68200
実施例82	30	Mn 20	50	0.67	無	無	G.A.	粉碎時	20	71300
実施例83	20	Mn 30	50	1.50	無	無	G.A.	粉碎時	17	69600
実施例84	10	Mn 40	50	4.00	無	無	G.A.	粉碎時	14	77100
実施例85	60	Ti 30	10	0.50	無	無	G.A.	粉碎時	7	45300
実施例86	50	Ti 40	10	0.80	無	無	G.A.	粉碎時	18	49400
実施例87	60	V 30	10	0.50	無	無	G.A.	粉碎時	9	45900
実施例88	55	V 35	10	0.64	無	無	G.A.	粉碎時	3	49300
実施例89	60	Cr 30	10	0.50	無	無	G.A.	粉碎時	14	45100
実施例90	50	Cr 40	10	0.80	無	無	G.A.	粉碎時	18	44300
実施例91	40	Cr 50	10	1.25	無	無	D.A.	粉碎時	12	48200
実施例92	35	Cr 55	10	1.57	無	無	G.A.	粉碎時	12	41400
実施例93	60	Fe 30	10	0.50	無	無	G.A.	粉碎時	15	45800
実施例94	50	Fe 40	10	0.80	無	無	G.A.	粉碎時	14	46100
実施例95	40	Fe 50	10	1.25	無	無	G.A.	粉碎時	16	47100
実施例96	30	Fe 60	10	2.00	無	無	G.A.	粉碎時	12	46300
実施例97	20	Fe 70	10	3.50	無	無	G.A.	粉碎時	14	49100
実施例98	60	Ni 15	15	0.50	無	無	G.A.	粉碎時	8	47300
実施例99	60	Fe 20	10	0.50	無	無	G.A.	粉碎時	6	52100
実施例100	50	V 20	10	0.80	無	無	G.A.	7トリス [*] 時	11	41300
実施例101	40	Ca 25	10	1.25	無	無	G.A.	粉碎時	12	47300
実施例102	25	Ni 30	10	2.60	無	無	G.A.	7トリス [*] 時	5	46400
実施例103	40	Ca 25	10	1.25	無	無	G.A.	粉碎時	5	47400
実施例104	50	Ti 20	10	0.80	無	無	G.A.	粉碎時	13	52600

【0097】

10

20

30

40

【表 4】

表4

	Si (at%)	元素X1 (at%)	Ag (at%)	X1/Si	Si相	Ag化合 物相	7トリス [*]	A g成分添 加時期	平均粒径 (μm)	電気伝導度 ($10^2 \times \text{AV}^{-1} \text{m}^{-1}$)
比較例1	90	Ni 10	0	0.11	有	無	G.A.	-	8	0.46
比較例2	80	Ni 20	0	0.25	有	無	G.A.	-	19	5.3
比較例3	67	Ni 33	0	0.49	無	無	G.A.	-	16	165
比較例4	65	Ni 35	0	0.54	無	無	G.A.	-	9	1530
比較例5	60	Ni 40	0	0.67	無	無	D.A.	-	4	2630
比較例6	50	Ni 50	0	1.00	無	無	G.A.	-	3	4840
比較例7	40	Ni 60	0	1.50	無	無	D.A.	-	11	4330
比較例8	30	Ni 70	0	2.33	無	無	G.A.	-	18	4670
比較例9	25	Ni 75	0	3.00	無	無	G.A.	-	5	3950
比較例10	20	Ni 80	0	4.00	無	無	G.A.	-	15	4130
比較例11	10	Ni 90	0	9.00	無	無	D.A.	-	7	4910
比較例12	89	Ni 10	1	0.11	有	無	G.A.	粉碎時	12	16.3
比較例13	79	Ni 20	1	0.25	有	無	G.A.	粉碎時	14	181
比較例14	24	Ni 75	1	3.13	無	有	G.A.	粉碎時	9	5630
比較例15	19	Ni 80	1	4.21	無	有	G.A.	粉碎時	9	7310
比較例16	9	Ni 90	1	10.00	無	有	G.A.	粉碎時	5	7200
比較例17	87	Ni 10	3	0.11	有	無	G.A.	粉碎時	6	490
比較例18	77	Ni 20	3	0.26	有	無	G.A.	粉碎時	11	1630
比較例19	22	Ni 75	3	3.41	無	有	G.A.	粉碎時	3	7030
比較例20	17	Ni 80	3	4.71	無	有	G.A.	粉碎時	11	6250
比較例21	7	Ni 90	3	12.86	無	有	G.A.	粉碎時	7	4090
比較例22	80	Ni 10	10	0.13	有	無	G.A.	7トリス [*] 時	6	2430
比較例23	70	Ni 20	10	0.29	有	無	G.A.	粉碎時	12	4910
比較例24	22	Ni 68	10	3.09	無	有	G.A.	粉碎時	8	7410
比較例25	10	Ni 80	10	8.00	無	有	G.A.	粉碎時	18	3690
比較例26	0	Ni 90	10	-	無	有	G.A.	粉碎時	8	5520
比較例27	70	Ni 10	20	0.14	有	無	G.A.	7トリス [*] 時	8	2380
比較例28	60	Ni 20	20	0.33	有	無	G.A.	粉碎時	17	5140
比較例29	55	Ni 25	20	0.45	有	無	G.A.	粉碎時	5	4280
比較例30	17	Ni 63	20	3.71	無	有	G.A.	粉碎時	12	5930
比較例31	10	Ni 70	20	7.00	無	有	G.A.	粉碎時	18	5360
比較例32	60	Ni 10	30	0.17	有	無	G.A.	粉碎時	16	6730
比較例33	50	Ni 20	30	0.40	有	無	G.A.	粉碎時	13	6530
比較例34	17	Ni 53	30	3.12	無	有	G.A.	7トリス [*] 時	15	14800
比較例35	50	Ni 10	40	0.20	有	無	G.A.	粉碎時	5	13900

【0098】

10

20

30

40

【表 5】

比較例	Si (at%)	元素X1 (at%)	Ag (at%)	X1/Si	Si相	Ag化合物相	アトマイズ	A g成分添加時期	平均粒径 (μm)	電気伝導度 ($10^2 \times \text{AV}^{-1} \text{m}^{-1}$)
比較例36	42	Ni 18	40	0.43	有	無	G. A.	粉碎時	11	17800
比較例37	10	Ni 50	40	5.00	無	有	G. A.	粉碎時	19	22300
比較例38	40	Ni 10	50	0.25	有	無	G. A.	粉碎時	12	19800
比較例39	10	Ni 40	50	4.00	無	有	G. A.	粉碎時	3	26500
比較例40	90	Ca 10	0	0.11	有	無	G. A.	-	4	0.32
比較例41	80	Ca 20	0	0.25	有	無	G. A.	-	14	12.6
比較例42	67	Ca 33	0	0.49	有	無	G. A.	-	8	389
比較例43	65	Ca 35	0	0.54	無	無	G. A.	-	4	2340
比較例44	60	Ca 40	0	0.67	無	無	G. A.	-	14	3610
比較例45	50	Ca 50	0	1.00	無	無	G. A.	-	12	6830
比較例46	40	Ca 60	0	1.50	無	無	G. A.	-	6	4810
比較例47	30	Ca 70	0	2.33	無	無	G. A.	-	17	6810
比較例48	25	Ca 75	0	3.00	無	無	G. A.	-	15	3350
比較例49	20	Ca 80	0	4.00	無	無	G. A.	-	11	5810
比較例50	10	Ca 90	0	9.00	無	無	G. A.	-	15	5990
比較例51	89	Ca 10	1	0.11	有	無	G. A.	粉碎時	9	38
比較例52	79	Ca 20	1	0.25	有	無	G. A.	粉碎時	18	320
比較例53	44	Ca 55	1	1.25	無	有	G. A.	粉碎時	12	5920
比較例54	39	Ca 60	1	1.54	無	有	G. A.	粉碎時	16	5400
比較例55	29	Ca 70	1	2.41	無	有	G. A.	アトマイズ時	17	6130
比較例56	19	Ca 80	1	4.21	無	有	G. A.	粉碎時	18	6860
比較例57	9	Ca 90	1	10.00	無	有	G. A.	粉碎時	20	7580
比較例58	87	Ca 10	3	0.11	有	無	G. A.	粉碎時	3	485
比較例59	77	Ca 20	3	0.26	有	無	G. A.	アトマイズ時	12	1450
比較例60	67	Ca 30	3	0.45	有	無	G. A.	粉碎時	10	2970
比較例61	47	Ca 50	3	1.06	無	有	G. A.	粉碎時	12	7950
比較例62	37	Ca 60	3	1.62	無	有	G. A.	粉碎時	6	8830
比較例63	27	Ca 70	3	2.59	無	有	G. A.	粉碎時	14	7130
比較例64	17	Ca 80	3	4.71	無	有	G. A.	粉碎時	6	6500
比較例65	7	Ca 90	3	12.86	無	有	G. A.	粉碎時	17	4030
比較例66	80	Ca 10	10	0.13	有	無	G. A.	粉碎時	7	2500
比較例67	70	Ca 20	10	0.29	有	無	G. A.	粉碎時	15	4600
比較例68	65	Ca 25	10	0.38	有	無	G. A.	粉碎時	6	6830
比較例69	40	Ca 50	10	1.25	無	有	G. A.	粉碎時	7	7310
比較例70	30	Ca 60	10	2.00	無	有	G. A.	アトマイズ時	18	5830

【0099】

10

20

30

40

【表 6】

表6

	Si (at%)	元素X1 (at%)	Ag (at%)	X1/Si	Si相	Ag化合 物相	7ト7イ [*]	A g成分添 加時期	平均粒径 (μm)	電気伝導度 ($10^2 \times \text{AV}^{-1}\text{m}^{-1}$)
比較例71	20	Ca 70	10	3.50	無	有	G. A.	粉碎時	11	7350
比較例72	10	Ca 80	10	8.00	無	有	G. A.	粉碎時	13	4020
比較例73	70	Ca 10	20	0.14	有	無	G. A.	粉碎時	10	4890
比較例74	60	Ca 20	20	0.33	有	無	G. A.	粉碎時	15	2360
比較例75	55	Ca 25	20	0.45	有	無	G. A.	粉碎時	10	5180
比較例76	35	Ca 45	20	1.29	無	有	G. A.	7ト7イ [*] 時	19	11800
比較例77	30	Ca 50	20	1.67	無	有	G. A.	粉碎時	3	13800
比較例78	20	Ca 60	20	3.00	無	有	G. A.	粉碎時	10	5230
比較例79	10	Ca 70	20	7.00	無	有	G. A.	粉碎時	15	5480
比較例80	60	Ca 10	30	0.17	有	無	G. A.	粉碎時	8	7390
比較例81	50	Ca 20	30	0.40	有	無	G. A.	粉碎時	12	7320
比較例82	30	Ca 40	30	1.33	無	有	G. A.	粉碎時	16	14800
比較例83	20	Ca 50	30	2.50	無	有	G. A.	粉碎時	7	16500
比較例84	10	Ca 60	30	6.00	無	有	G. A.	粉碎時	4	17500
比較例85	50	Ca 10	40	0.20	有	無	G. A.	粉碎時	11	28300
比較例86	45	Ca 15	40	0.33	有	無	G. A.	粉碎時	4	16300
比較例87	25	Ca 35	40	1.40	無	有	G. A.	粉碎時	12	30500
比較例88	20	Ca 40	40	2.00	無	有	G. A.	粉碎時	20	24800
比較例89	10	Ca 50	40	5.00	無	有	G. A.	粉碎時	6	39100
比較例90	40	Ca 10	50	0.25	有	無	G. A.	粉碎時	17	31800
比較例91	35	Ca 15	50	0.43	有	無	G. A.	粉碎時	17	45800
比較例92	20	Ca 30	50	1.50	無	有	G. A.	粉碎時	5	48300
比較例93	10	Ca 40	50	4.00	無	有	G. A.	粉碎時	7	49100
比較例94	90	Mn 10	0	0.11	有	無	G. A.	-	9	18.1
比較例95	80	Mn 20	0	0.25	有	無	G. A.	-	8	153
比較例96	70	Mn 30	0	0.43	有	無	G. A.	-	6	293
比較例97	60	Mn 40	0	0.67	無	無	G. A.	-	20	2980
比較例98	50	Mn 50	0	1.00	無	無	G. A.	-	12	3300
比較例99	40	Mn 60	0	1.50	無	無	G. A.	-	4	5810
比較例100	30	Mn 70	0	2.33	無	無	G. A.	-	4	5800
比較例101	20	Mn 80	0	4.00	無	無	G. A.	-	12	7360
比較例102	10	Mn 90	0	9.00	無	有	G. A.	-	3	4320
比較例103	89	Mn 10	1	0.11	有	無	G. A.	粉碎時	7	28
比較例104	79	Mn 20	1	0.25	有	無	G. A.	粉碎時	3	318
比較例105	69	Mn 30	1	0.43	有	無	G. A.	粉碎時	10	462

【0100】

10

20

30

40

【表 7】

比較例	Si (at%)	元素X1 (at%)	Ag (at%)	X1/Si	Si相	Ag化合 物相	7トリス [*]	A g成分添 加時期	平均粒径 (μm)	電気伝導度 ($10^2 \times \text{AV}^{-1} \text{m}^{-1}$)
比較例106	9	Mn 90	1	10.00	無	有	G. A.	粉碎時	13	5520
比較例107	87	Mn 10	3	0.11	有	無	G. A.	粉碎時	18	910
比較例108	77	Mn 20	3	0.26	有	無	G. A.	粉碎時	11	1930
比較例109	67	Mn 30	3	0.45	有	無	G. A.	7トリス [*] 時	8	2350
比較例110	17	Mn 80	3	4.71	無	有	G. A.	粉碎時	10	7770
比較例111	7	Mn 90	3	12.86	無	有	G. A.	粉碎時	13	9310
比較例112	80	Mn 10	10	0.13	有	無	G. A.	粉碎時	18	8300
比較例113	70	Mn 20	10	0.29	有	無	G. A.	7トリス [*] 時	7	10800
比較例114	60	Mn 30	10	0.50	有	無	G. A.	粉碎時	11	16800
比較例115	15	Mn 75	10	5.00	無	有	G. A.	粉碎時	7	12300
比較例116	10	Mn 80	10	8.00	無	有	G. A.	粉碎時	18	11800
比較例117	70	Mn 10	20	0.14	有	無	G. A.	粉碎時	12	16300
比較例118	60	Mn 20	20	0.33	有	無	G. A.	粉碎時	14	20900
比較例119	55	Mn 25	20	0.45	有	無	G. A.	粉碎時	13	24300
比較例120	10	Mn 70	20	7.00	無	有	G. A.	7トリス [*] 時	10	29500
比較例121	60	Mn 10	30	0.17	有	無	G. A.	粉碎時	5	30300
比較例122	50	Mn 20	30	0.40	有	無	G. A.	粉碎時	4	31200
比較例123	10	Mn 60	30	6.00	無	有	G. A.	7トリス [*] 時	10	35800
比較例124	50	Mn 10	40	0.20	有	無	G. A.	粉碎時	18	36400
比較例125	45	Mn 15	40	0.33	有	無	G. A.	粉碎時	3	42400
比較例126	40	Mn 20	40	0.50	有	無	G. A.	7トリス [*] 時	4	43500
比較例127	10	Mn 50	40	5.00	無	有	G. A.	粉碎時	10	38100
比較例128	40	Mn 10	50	0.25	有	無	G. A.	粉碎時	7	37000
比較例129	35	Mn 15	50	0.43	有	無	G. A.	粉碎時	11	36800
比較例130	5	Mn 45	50	9.00	無	有	G. A.	粉碎時	12	49300
比較例131	80	Ti 10	10	0.13	有	無	G. A.	粉碎時	18	8500
比較例132	70	Ti 20	10	0.29	有	無	G. A.	粉碎時	5	9300
比較例133	62	Ti 28	10	0.45	有	無	G. A.	粉碎時	6	10800
比較例134	45	Ti 45	10	1.00	無	有	G. A.	粉碎時	14	15800
比較例135	40	Ti 50	10	1.25	無	有	G. A.	粉碎時	19	13100
比較例136	30	Ti 60	10	2.00	無	有	G. A.	粉碎時	19	14300
比較例137	20	Ti 70	10	3.50	無	有	G. A.	粉碎時	16	7320
比較例138	10	Ti 80	10	8.00	無	有	G. A.	粉碎時	10	3810
比較例139	80	V 10	10	0.13	有	無	G. A.	粉碎時	10	2320
比較例140	70	V 20	10	0.29	有	無	G. A.	粉碎時	17	5030

10

20

30

40

表7

【0101】

【表 8】

表8

	Si (at%)	元素X1 (at%)	Ag (at%)	X1/Si	Si相	Ag化合 物相	γ/γ'ス*	A g 成分添 加時期	平均粒径 (μm)	電気伝導度 ($10^2 \times \text{AV}^{-1} \text{m}^{-1}$)
比較例141	62	V 28	10	0.45	有	無	G. A.	粉碎時	6	6320
比較例142	50	V 40	10	0.80	無	有	G. A.	粉碎時	9	9110
比較例143	40	V 50	10	1.25	無	有	G. A.	粉碎時	12	9830
比較例144	30	V 60	10	2.00	無	有	G. A.	粉碎時	4	15300
比較例145	20	V 70	10	3.50	無	有	G. A.	粉碎時	14	11100
比較例146	10	V 80	10	8.00	無	有	D. A.	粉碎時	19	12300
比較例147	80	Cr 10	10	0.13	有	無	G. A.	粉碎時	8	9300
比較例148	70	Cr 20	10	0.29	有	無	D. A.	粉碎時	14	8300
比較例149	62	Cr 28	10	0.45	有	無	G. A.	粉碎時	13	10800
比較例150	30	Cr 60	10	2.00	無	有	G. A.	粉碎時	10	15800
比較例151	20	Cr 70	10	3.50	無	有	G. A.	粉碎時	3	13100
比較例152	10	Cr 80	10	8.00	無	有	G. A.	粉碎時	7	14400
比較例153	80	Fe 10	10	0.13	有	無	G. A.	粉碎時	3	8800
比較例154	70	Fe 20	10	0.29	有	無	G. A.	粉碎時	16	11000
比較例155	62	Fe 28	10	0.45	有	無	G. A.	粉碎時	9	15800
比較例156	15	Fe 75	10	5.00	無	有	G. A.	粉碎時	14	14800
比較例157	10	Fe 80	10	8.00	無	有	G. A.	粉碎時	20	12300
比較例158	65	Cr 15	10	0.38	有	無	G. A.	粉碎時	9	8300
比較例159	65	Ti 20	10	0.38	有	無	G. A.	粉碎時	5	8830
比較例160	62	V 20	10	0.45	有	無	G. A.	粉碎時	11	15900
比較例161	20	Ti 40	10	3.50	無	有	G. A.	粉碎時	10	11800
比較例162	15	Cr 40	10	5.00	無	有	G. A.	粉碎時	6	13200
比較例163	16	Mn 37	10	4.63	無	有	G. A.	粉碎時	15	14800
比較例164	10	Fe 40	10	8.00	無	有	G. A.	粉碎時	3	13800
比較例165	20	V 35	10	3.50	無	有	G. A.	粉碎時	40	3500
比較例166	39	Ni 60	1	1.54	無	無	G. A.	粉碎時	33	2300
比較例167	62	Ni 28	10	0.45	無	無	G. A.	粉碎時	56	208
比較例168	15	Ni 45	40	3.00	無	無	G. A.	粉碎時	45	35300
比較例169	60	Ca 30	10	0.50	無	無	G. A.	粉碎時	38	11300
比較例170	39	Mn 60	1	1.54	無	無	G. A.	粉碎時	37	308
比較例171	15	Mn 65	20	4.33	無	無	G. A.	粉碎時	28	21000
比較例172	40	Cr 50	10	1.25	無	無	D. A.	粉碎時	23	25200
比較例173	40	Ca 25	10	1.25	無	無	G. A.	粉碎時	52	18300

【0102】

10

20

30

40

【表 9】

表9

	Al (at%)	Ni (at%)	Ag (at%)	Ni/Al	A g 化 合物相	アトマイズ [*]	A g 成分 添加時期	平均粒径 (μm)	電気伝導度 $10^2 \times \text{AV}^{-1}\text{m}^{-1}$
実施例105	74	25	1	0.34	無	G. A.	アトマイズ [*] 時	4	10900
実施例106	69	30	1	0.43	無	G. A.	アトマイズ [*] 時	6	15800
実施例107	59	40	1	0.68	無	G. A.	アトマイズ [*] 時	12	13200
実施例108	49	50	1	1.02	無	D. A.	粉碎時	5	17700
実施例109	39	60	1	1.54	無	G. A.	アトマイズ [*] 時	19	14800
実施例110	72	25	3	0.35	無	G. A.	粉碎時	15	18300
実施例111	67	30	3	0.45	無	G. A.	アトマイズ [*] 時	16	18800
実施例112	57	40	3	0.70	無	D. A.	粉碎時	17	28500
実施例113	47	50	3	1.06	無	G. A.	アトマイズ [*] 時	5	32300
実施例114	37	60	3	1.62	無	G. A.	アトマイズ [*] 時	5	26500
実施例115	65	25	10	0.38	無	G. A.	アトマイズ [*] 時	20	41300
実施例116	60	30	10	0.50	無	D. A.	粉碎時	14	37100
実施例117	50	40	10	0.80	無	G. A.	アトマイズ [*] 時	11	33500
実施例118	40	50	10	1.25	無	G. A.	アトマイズ [*] 時	4	48300
実施例119	35	55	10	1.57	無	G. A.	アトマイズ [*] 時	15	39300
実施例120	60	20	20	0.33	無	G. A.	アトマイズ [*] 時	20	59300
実施例121	50	30	20	0.60	無	G. A.	粉碎時	8	61800
実施例122	40	40	20	1.00	無	G. A.	粉碎時	20	62200
実施例123	30	50	20	1.67	無	G. A.	アトマイズ [*] 時	12	59300
実施例124	50	20	30	0.40	無	G. A.	粉碎時	17	55800
実施例125	40	30	30	0.75	無	G. A.	アトマイズ [*] 時	10	83000
実施例126	30	40	30	1.33	無	D. A.	アトマイズ [*] 時	5	59300
実施例127	45	15	40	0.33	無	D. A.	粉碎時	4	73200
実施例128	40	20	40	0.50	無	G. A.	粉碎時	17	83400
実施例129	30	30	40	1.00	無	G. A.	アトマイズ [*] 時	17	85300
実施例130	25	35	40	1.40	無	G. A.	粉碎時	15	84200
実施例131	35	15	50	0.43	無	D. A.	アトマイズ [*] 時	12	93100
実施例132	30	20	50	0.67	無	G. A.	粉碎時	7	84300
実施例133	20	30	50	1.50	無	G. A.	粉碎時	14	73200
比較例174	90	10	0	0.11	無	G. A.	—	9	2325
比較例175	80	20	0	0.25	無	G. A.	—	12	3310
比較例176	75	25	0	0.33	無	G. A.	—	3	3810
比較例177	70	30	0	0.43	無	G. A.	—	6	3320
比較例178	60	40	0	0.67	無	D. A.	—	7	3580
比較例179	50	50	0	1.00	無	G. A.	—	12	3720
比較例180	40	60	0	1.50	無	D. A.	—	6	2930
比較例181	35	65	0	1.86	無	G. A.	—	4	4910
比較例182	30	70	0	2.33	無	G. A.	—	15	1830

【0103】

【表 10】

表10

	Al (at%)	Ni (at%)	Ag (at%)	Ni/Al	A g 化 合物相	アトマイズ [*]	A g 成分 添加時期	平均粒径 (μm)	電気伝導度 $10^2 \times \text{AV}^{-1}\text{m}^{-1}$
比較例183	20	80	<u>0</u>	4.00	無	G. A.	—	20	2530
比較例184	10	90	<u>0</u>	9.00	無	D. A.	—	6	3530
比較例185	89	10	1	0.11	有	G. A.	粉碎時	9	4120
比較例186	79	20	1	0.25	有	D. A.	アトマイズ [*] 時	15	4930
比較例187	34	65	1	1.91	有	G. A.	アトマイズ [*] 時	7	2830
比較例188	29	70	1	2.41	有	G. A.	アトマイズ [*] 時	11	3910
比較例189	19	80	1	4.21	有	D. A.	粉碎時	5	7730
比較例190	9	90	1	10.00	有	G. A.	アトマイズ [*] 時	20	8130
比較例191	87	10	3	0.11	有	G. A.	アトマイズ [*] 時	4	635
比較例192	77	20	3	0.26	有	D. A.	アトマイズ [*] 時	19	2130
比較例193	32	65	3	2.03	有	G. A.	粉碎時	19	10500
比較例194	27	70	3	2.59	有	G. A.	アトマイズ [*] 時	20	12300
比較例195	17	80	3	4.71	有	G. A.	粉碎時	16	13800
比較例196	7	90	3	12.86	有	G. A.	アトマイズ [*] 時	5	7530
比較例197	80	10	10	0.13	有	D. A.	粉碎時	5	16300
比較例198	70	20	10	0.29	有	G. A.	粉碎時	13	12300
比較例199	30	60	10	2.00	有	D. A.	アトマイズ [*] 時	3	15300
比較例200	20	70	10	3.50	有	G. A.	アトマイズ [*] 時	10	15800
比較例201	10	80	10	8.00	有	G. A.	粉碎時	13	15800
比較例202	70	10	20	0.14	有	D. A.	アトマイズ [*] 時	17	21300
比較例203	65	15	20	0.23	有	D. A.	アトマイズ [*] 時	14	23200
比較例204	25	55	20	2.20	有	D. A.	粉碎時	13	19500
比較例205	20	60	20	3.00	有	G. A.	アトマイズ [*] 時	18	25800
比較例206	10	70	20	7.00	有	G. A.	アトマイズ [*] 時	16	18300
比較例207	60	10	30	0.17	有	G. A.	粉碎時	18	14300
比較例208	55	15	30	0.27	有	G. A.	アトマイズ [*] 時	13	19200
比較例209	25	45	30	1.80	有	G. A.	アトマイズ [*] 時	7	23200
比較例210	20	50	30	2.50	有	G. A.	アトマイズ [*] 時	11	29300
比較例211	10	60	30	6.00	有	G. A.	アトマイズ [*] 時	12	29300
比較例212	50	10	40	0.20	有	G. A.	アトマイズ [*] 時	10	28300
比較例213	20	40	40	2.00	有	D. A.	粉碎時	19	28200
比較例214	10	50	40	5.00	有	G. A.	アトマイズ [*] 時	20	29600
比較例215	40	10	50	0.25	有	G. A.	アトマイズ [*] 時	12	30300
比較例216	15	35	50	2.33	有	G. A.	粉碎時	17	32500
比較例217	10	40	50	4.00	有	D. A.	アトマイズ [*] 時	6	37200
比較例218	67	30	3	0.45	無	G. A.	アトマイズ [*] 時	<u>30</u>	3200
比較例219	35	55	10	1.57	無	G. A.	アトマイズ [*] 時	<u>45</u>	11300
比較例220	50	20	30	0.40	無	G. A.	粉碎時	<u>50</u>	22300

表 1-10 における製造プロセスの詳細は、下記の通りである。

G. A. : ガスアトマイズ法

D. A. : ディスクアトマイズ法

【0105】

表 1-10 に示される通り、各実施例の粉末の導電性は、優れている。一方、各比較例の粉末では、

- (1) Ag を含有する
- (2) Si 相を有さない
- (3) Ag の金属間化合物を有さない
- (4) 平均粒径が $20\ \mu\text{m}$ 以下である

という 4 つの条件の内のいずれかを満たさない。

【0106】

以上の評価結果から、本発明の優位性は明かである。

【産業上の利用可能性】

【0107】

本発明に係る粉末は、導電性樹脂、導電性プラスチック、導電性ペースト、電子機器、電子部品等に用いられ得る。

フロントページの続き

(51)Int.Cl.	F I			テーマコード (参考)
C 2 2 C 22/00 (2006.01)	C 2 2 C	21/00	A	
C 2 2 C 24/00 (2006.01)	C 2 2 C	30/00		
C 2 2 C 35/00 (2006.01)	C 2 2 C	22/00		
H 0 1 B 1/02 (2006.01)	C 2 2 C	24/00		
H 0 1 B 5/00 (2006.01)	C 2 2 C	35/00		
C 2 2 C 5/06 (2006.01)	H 0 1 B	1/02	Z	
C 2 2 C 27/06 (2006.01)	H 0 1 B	5/00	A	
	B 2 2 F	1/00	J	
	C 2 2 C	5/06	Z	
	C 2 2 C	27/06		

(74)代理人 100182523
弁理士 今村 由賀里

(74)代理人 100195590
弁理士 中尾 博臣

(72)発明者 前澤 文宏
兵庫県姫路市飾磨区中島字一文字 3 0 0 7 番地 山陽特殊製鋼株式会社内

F ターム(参考) 4K018 BA03 BA04 BA07 BA08 BA13 BA20 BB04 BC12 BC22 BD04
KA33
5G301 AA01 AA03 AA05 AA07 AA09 AA12 AA13 AA14 AA19 AA21
AB13 AD06 AD10
5G307 AA02