



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公告本

(11)證書號數：TW I584892 B

(45)公告日：中華民國 106 (2017) 年 06 月 01 日

(21)申請案號：102107255

(22)申請日：中華民國 102 (2013) 年 03 月 01 日

(51)Int. Cl. : **B22F9/24 (2006.01)**

(30)優先權：2012/03/07 日本

2012-050600

(71)申請人：住友金屬鑛山股份有限公司 (日本) SUMITOMO METAL MINING CO., LTD. (JP)
日本(72)發明人：西本大夢 NISHIMOTO, MASAMU (JP)；岡部良宏 OKABE, YOSHIHIRO (JP)；金
田理史 KANADA, SATOSHI (JP)

(74)代理人：林志剛

(56)參考文獻：

TW 200940780A

TW 201110147A

TW 201124215A

CN 1958197A

CN 101920340A

JP 10-317022A

審查人員：熊正一

申請專利範圍項數：13 項 圖式數：13 共 40 頁

(54)名稱

銀粉及其製造方法

(57)摘要

本發明係提供一種可以高生產性製造具有均一粒徑之銀粉的銀粉之製造方法。本發明係連續混合含銀錯合物之銀溶液與還原劑溶液作為反應液，且使該反應液中之銀錯合物還原，製得銀粒子漿料後，經由過濾、洗淨、乾燥之各步驟，製造銀粉之銀粉製造方法，其係具有混合含銀錯合物之核生成用銀溶液、含強還原劑之溶液與分散劑，得到銀核溶液之銀核溶液調製步驟 S1；混合所得的銀核溶液與比上述強還原劑標準電極電位高的弱還原劑，得到含核還原劑溶液的含核還原劑溶液調製步驟 S2；與連續混合含核還原劑溶液與含銀錯合物之粒子成長用銀溶液製成反應液，且在該反應液中使銀錯合物還原，以使銀粒子成長之粒子成長步驟 S3。

發明摘要

公告本

※申請案號：102107255

※申請日：102 年 03 月 01 日

※IPC 分類：B22F 9/24 (2006.01)

【發明名稱】(中文/英文)

銀粉及其製造方法

【中文】

本發明係提供一種可以高生產性製造具有均一粒徑之銀粉的銀粉之製造方法。本發明係連續混合含銀錯合物之銀溶液與還原劑溶液作為反應液，且使該反應液中之銀錯合物還原，製得銀粒子漿料後，經由過濾、洗淨、乾燥之各步驟，製造銀粉之銀粉製造方法，其係具有混合含銀錯合物之核生成用銀溶液、含強還原劑之溶液與分散劑，得到銀核溶液之銀核溶液調製步驟 S1；混合所得的銀核溶液與比上述強還原劑標準電極電位高的弱還原劑，得到含核還原劑溶液的含核還原劑溶液調製步驟 S2；與連續混合含核還原劑溶液與含銀錯合物之粒子成長用銀溶液製成反應液，且在該反應液中使銀錯合物還原，以使銀粒子成長之粒子成長步驟 S3。

【英文】

【代表圖】

【本案指定代表圖】：無

【本代表圖之符號簡單說明】：無

【本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式】：無

發明專利說明書

(本申請書格式、順序，請勿任意更動)

【發明名稱】（中文/英文）

銀粉及其製造方法

【技術領域】

本發明係有關一種銀粉之製造方法，更詳言之，係有關利用於形成電子機器之配線層或電極等的樹脂型銀糊料或燒成型銀糊料之主要成分的銀粉之製造方法。本申請案係依照 2012 年 3 月 7 日於日本提出申請的日本專利申請編號特願 2012-050600 為基礎，主張優先權，藉由參照該申請案，援用於本申請案中。

【先前技術】

於形成電子機器之配線層或電極等時，大多數利用如樹脂型銀糊料或燒成型銀糊料之銀糊料。此等之銀糊料藉由塗布或印刷後，進行加熱硬化或加熱燒成，形成配線層或電極等之導電膜。

例如，將樹脂型銀糊料印刷於由銀粉、樹脂、硬化劑、溶劑等而成的導電體電路圖型或端子上，且在 100～200℃ 下加熱硬化，形成導電膜且形成配線或電極。此外，將燒成型銀糊料印刷於由銀粉、玻璃、溶劑等而成的導電體電路圖型或端子上，且在 600～800℃ 下加熱燒成，形成導電膜且形成配線或電極。以此等之銀糊料所形成的

配線或電極，藉由連接銀粉而形成電氣連接的電流通路。

銀糊料中使用的銀粉，其粒徑為 $0.1\mu\text{m} \sim$ 數 μm ，視所形成的配線粗細或電極厚度而定使用的銀粉粒徑變得不同。而且，藉由在糊料中均勻地分散銀粉，可形成均勻粗細的配線、均勻厚度的電極。

銀糊料用銀粉所企求的特性，係視用途及使用條件而不同，一般而言重要事項有粒徑均一且凝聚情形少，對糊料之分散性高。粒徑均一且對糊料之分散性高時，可均勻地進行硬化或燒成，以低電阻形成強度大的導電膜。粒徑不均勻且分散性不佳時，由於銀粒子不均勻地存在於印刷膜中，故配線或電極粗細或厚度變得不均勻，或硬化或燒成變得不均勻，因此導電膜的電阻變大或導電膜容易變得脆弱。

另外，在銀糊料用銀粉所企求的事項中，製造成本低亦為重要事項。由於銀粉為糊料之主成分，故糊料價格所佔的比例大。為減低製造成本時，不僅使用的原料或材料之單價低，且對廢液或排氣之處理成本低亦變得重要。

製造使用於上述銀糊料的銀粉，一般而言作為銀源使用的原料為硝酸銀。例如，於專利文獻 1 中揭示連續混合硝酸銀與含有溶解於氨之銀氨錯合物的溶液與還原劑溶液且還原，得到均勻的銀粉之方法。

藉由該專利文獻 1 揭示的製造方法，可製得平均粒徑為 $0.1 \sim 1\mu\text{m}$ 、均勻且凝聚情形少的粒狀銀粉。然而，必須具備硝酸銀在溶解於氨水等之過程中產生有毒的亞硝酸

氣體且回收該氣體的裝置。另外，由於在廢水中含有多量的硝酸系氮或氨系氮，亦必須具備為進行該處理之裝置。此外，由於硝酸銀為危險物且為劇毒物，處理上必須特別注意。如此使用硝酸銀作為銀粉之原料，與其他的銀化合物相比時，對環境的影響或危險性而言會有較大的問題。

此處，亦提案在沒有以硝酸銀作為原料下，還原氯化銀，製造銀粉的方法。使用氯化銀時，由於溶解於氨水時不會產生亞硝酸氣體，故具有處理成本低且環境危險性變低的優點。另外，氯化銀不為危險物且不為劇毒物，雖必須予以遮光，惟亦具有較為容易處理的銀化合物的優點。此外，氯化銀亦可作為銀之精製製程中的中間品，且於電子工業用時具有充分的純度。

於專利文獻 2 中揭示，在氨水中溶解有氯化銀之銀溶液中添加分散劑與銀微粒子漿料之銀溶液中，添加還原劑之肼，製得銀粉的方法。然而，以該方法所得的銀粉之粒徑為 $0.2 \sim 3 \mu\text{m}$ ，會有均勻性的問題。

〔習知技術文獻〕

[專利文獻 1]日本特開 2010-070793 號公報

[專利文獻 2]日本特開 2010-043337 號公報

【發明內容】

因此，本發明有鑑於該習知情形，以提供可以高生產性製造具有均一粒徑之銀粉的銀粉之製造方法為目的。

本發明人等為達成上述目的時，再三深入研究檢討的

結果，發現還原劑之還原力（標準電極電位）對銀核之生成與自銀核之粒子成長有很大的影響，遂而完成本發明。

換言之，本發明之銀粉之製造方法，其係連續混合含銀錯合物之銀溶液與還原劑溶液作為反應液，且使該反應液中之銀錯合物還原，製得銀粒子漿料後，經由過濾、洗淨、乾燥之各步驟製造銀粉的銀粉之製造方法，其特徵為具備混合含銀錯合物之核生成用銀溶液、含強還原劑之溶液與分散劑，得到銀核溶液之銀核溶液調製步驟；混合所得的銀核溶液與比上述強還原劑標準電極電位高的弱還原劑，得到含核還原劑溶液的含核還原劑溶液調製步驟；及連續混合上述含核還原劑溶液與含銀錯合物之粒子成長用銀溶液製成反應液，且在該反應液中使銀錯合物還原，以使銀粒子成長之粒子成長步驟。

此處，相對於上述核生成用銀溶液中之銀量而言，強還原劑之當量以 2.0 以上、未達 4.0 較佳。

此外，上述強還原劑之標準電極電位以 0.056V 以下較佳，上述強還原劑與上述弱還原劑之標準電極電位的差以 1.0V 以上較佳。更具體而言，以上述強還原劑使用肼一水合物，上述弱還原劑使用抗壞血酸較佳。

另外，上述核生成用銀溶液中之銀濃度以 0.1 ~ 6.0g/L 較佳，以 0.1 ~ 1.0g/L 更佳，上述粒子成長用銀溶液中之銀濃度以 20g ~ 90g/L 較佳。

而且，上述銀錯合物係以於氨水中溶解氯化銀而得的銀氨錯合物較佳，上述核生成用銀溶液中之銀量而言，氨

量以莫耳比為 20~100 較佳。

此外，上述分散劑之混合量，相對於混合上述含核還原劑溶液與粒子成長用銀溶液後之粒子成長用銀溶液中的銀量而言以 1~30 質量%較佳。該分散劑以使用選自聚乙烯醇、聚乙烯基吡咯烷酮、改性矽氧油系界面活性劑、聚醚系界面活性劑中之至少 1 種較佳。

而且，於混合上述含核還原劑溶液與粒子成長用銀溶液時，將各溶液個別供應給反應管，且以配置於管內之靜態混合器予以混合較佳。

本發明之銀粉，其係藉由上述銀粉之製造方法而得的銀粉，其特徵為藉由掃描型電子顯微鏡觀察之平均粒徑為 $0.3 \sim 2.0 \mu\text{m}$ ，粒徑之相對標準偏差（標準偏差 σ /平均粒徑 d ）為 0.3 以下，較佳者為 0.25 以下。

〔發明效果〕

藉由本發明之銀粉之製造方法，可製造不含微粒之均一粒徑的銀粉。而且，藉由該方法所製造的銀粉，適合作為利用於形成電子機器之配線層或電極等的樹脂型銀漿料或燒成型銀漿料等之糊料型銀粉。

此外，藉由本發明之銀粉之製造方法，可容易控制銀粉之粒徑且量產性優異，在工業上之價值極大。

【圖式簡單說明】

[第 1 圖]第 1 圖係銀粉之製造方法的步驟圖。

[第 2 圖]第 2 圖係實施例 1 所得的銀核之 SEM 像。

[第 3 圖]第 3 圖係實施例 1 所得的銀粉之 SEM 像。

[第 4 圖]第 4 圖係實施例 2 所得的銀核之 SEM 像。

[第 5 圖]第 5 圖係實施例 2 所得的銀粉之 SEM 像。

[第 6 圖]第 6 圖係實施例 4 所得的銀核之 SEM 像。

[第 7 圖]第 7 圖係實施例 4 所得的銀粉之 SEM 像。

[第 8 圖]第 8 圖係實施例 5 所得的銀核之 SEM 像。

[第 9 圖]第 9 圖係實施例 5 所得的銀粉之 SEM 像。

[第 10 圖]第 10 圖係實施例 6 所得的銀核之 SEM 像。

[第 11 圖]第 11 圖係實施例 6 所得的銀粉之 SEM 像。

[第 12 圖]第 12 圖係比較例 1 所得的銀粉之 SEM 像。

[第 13 圖]第 13 圖係參考例 2 所得的銀核之 SEM 像。

【實施方式】

〔為實施發明時之形態〕

於下述中，詳細說明有關本發明之銀粉之製造方法及藉由該製造方法所製造的銀粉之具體實施形態。而且，本發明不受下述實施形態所限制，在不脫離本發明要旨的範圍內，可適當予以變更。

本實施形態之銀粉之製造方法，其係連續混合含銀錯合物之銀溶液與還原劑溶液作為反應液，且使該反應液中之銀錯合物還原，得到銀粒子漿料後，經由過濾、洗淨、乾燥之各步驟製造銀粉的製造方法，藉由在還原劑溶液中含有銀核，可得到均一且企求粒徑之銀粉。

以往，以銀鹽作為原料進行還原之製程中，會有粒子均一性的問題。然而，藉由本發明人等之研究，發現為得到均一且企求粒徑之粒子時，在還原劑溶液中添加銀核為有效，可藉由還原劑標準電極電位控制核生成與繼後之粒子成長。

具體而言，係將混合含強還原劑之溶液、含銀錯合物之核生成用銀溶液與分散劑而得的銀核溶液、及比上述強還原劑標準電極電位更高的弱還原劑之含核還原劑溶液混合，作為含核還原劑溶液。然後，混合該含核還原劑溶液與含銀錯合物之粒子成長用銀溶液予以還原。藉此可得具有均一粒徑之銀粉。

此處，強還原劑係指還原力強的還原劑，弱還原劑係指比強還原劑標準電極電位更高、即還原力弱的還原劑。

此外，本實施形態之銀粉之製造方法，係藉由將混合含核之銀核溶液與還原劑而得的含核還原劑溶液、及含銀錯合物之粒子成長用銀溶液定量且連續供應給一定的空間，混合此等，產生還原反應，定量且連續地排出完成還原反應的還原後液（即銀粒子漿料）。如此藉由定量且連續供應各溶液且予以還原，使還原反應時之銀錯合物的濃度與還原劑之濃度保持一定，期待一定的粒子成長。因此，藉此可處理所得的銀粒子之尺寸大小，得到粒度分布鮮明的銀粉。另外，藉由連續供應銀溶液與還原劑溶液及排出銀粒子漿料，可連續得到銀粉，可以高生產性製造銀粉。

此外，該銀粉之製造方法，特別是以使用氯化銀作為出發原料之銀化合物，例如使用於氨水等中溶解氯化銀而得的銀錯合物較佳。藉由以氯化銀作為出發原料，不需以硝酸銀作為出發原料時所具備必要的亞硝酸氣體之回收裝置，且為對環境影響亦小的製程，可減低製造成本。而且，就上述觀點而言，於核生成用銀溶液與粒子成長用銀溶液中皆以使用氯化銀較佳。

於下述中，有關本實施形態之銀粉之製造方法，更詳細地說明每一步驟。

本實施形態之銀粉之製造方法，如第 1 圖之步驟圖所示，具備得到銀核溶液之銀核溶液調製步驟 S1，混合所得的銀核溶液與還原劑，得到含核還原劑溶液之含核還原劑溶液調製步驟 S2，及混合含核還原劑溶液與含銀錯合物之粒子成長用銀溶液，還原該銀錯合物而使銀粒子成長的粒子成長步驟 S3。

於該銀粉之製造方法中，藉由強還原劑之銀核生成與藉由弱還原劑之粒子成長，及分離該銀核生成與粒子成長係重要。然後，藉由銀核生成與粒子成長，使用標準電極電位不同的還原劑係重要。同時在銀溶液中添加強還原劑與弱還原劑時，由於無法充分分離核生成與粒子成長，在自銀核之粒子成長中會引起新核生成，結果導致含有微粒子情形，無法得到粒徑均一性充分的銀粒子。對此而言，藉由強還原劑生成具有均一粒徑的核後，添加弱還原劑作為還原劑溶液，且混合該還原劑溶液與銀溶液，進行粒子

成長，可製得均一粒徑之銀粒子。

[銀核溶液調製步驟]

銀核溶液調製步驟 S1，生成作為粒子成長之核的銀核之溶液。具體而言，該銀核溶液調製步驟 S1，係藉由在混合分散劑與含強還原劑之溶液而得的含有強還原劑與分散劑之溶液中，添加含銀錯合物之核生成用銀溶液予以還原，得到銀核溶液。另外，亦可預先混合含銀錯合物之核生成用銀溶液與分散劑後，添加含強還原劑之溶液予以還原。分散劑可於銀核生成時存在於溶液中，亦可與核生成用銀溶液或含強還原劑之溶液中至少一種混合，亦可於混合核生成用銀溶液與含強還原劑之溶液時混合分散劑。

強還原劑為上述之還原力強的還原劑，以標準電極電位為 0.56V 以下之還原劑較佳，具體而言，可使用肼（-1.15V）或甲醛（0.056V）等較佳。其中，特別是以還原力強的肼及其水合物較佳，以使用肼一水合物更佳。該藉由使用標準電極電位為 0.56V 以下之還原力強的還原劑，可得較佳的微細且均一的銀微粒子作為核。使用標準電極電位大於 0.056V 之還原力弱的還原劑時，由於還原速度變慢，會有同時進行核生成與粒子成長的情形，而無法得到均一粒徑的核且粒徑變大，故無法得到較佳的銀微粒子作為核。

此外，強還原劑之混合量，相對於核生成用銀溶液中之銀量而言以 1.0 當量以上、未達 4.0 當量較佳，以 2.0

當量以上、未達 4.0 當量更佳。藉由使強還原劑之混合量在該範圍內，可形成在銀核溶液中均一且不會沉澱的銀核。然後，如下述藉由混合在該銀核溶液中混合弱還原劑而得還原劑溶液與粒子成長用銀溶液，可得具有均一粒徑之銀粉。此外，藉由混合相對於核生成用銀溶液中之銀量而言為 2.0 當量以上、未達 4.0 當量之範圍的更佳強還原劑，可得微細且粒徑均一性更高的銀核。

強還原劑之混合量相對於核生成用銀溶液中之銀量而言未達 1.0 當量時，由於銀核粒子連結而容易沉澱，粒子成長時之核數無法定數，而無法充分控制粒徑。此外，由於形成粒徑不均一的銀核，於粒子成長時之成長變得不均一，故無法得到具有均一粒徑之銀粉。另外，強還原劑之混合量為 4.0 當量以上時，在銀核溶液中生成粗大粒子，故不為企求。

分散劑係以聚乙烯醇、聚乙烯基吡咯烷酮、改性矽氧油系界面活性劑、聚醚系界面活性劑中之至少 1 種較佳。沒有使用分散劑時，會引起因還原反應產生的銀核或核成長的銀粒子產生凝聚的情形，且分散性變得不佳。

此外，分散劑之混合量，係相對於以下述之混合含核還原劑溶液與粒子成長用銀溶液後粒子成長用銀溶液中之銀量（即自反應液中之銀量減去含核還原劑溶液中之銀量的粒子成長時使用的銀量）而言，以 1~30 質量%較佳，以 1.5~20 質量%更佳。混合量未達 1 質量%時，無法得到充分的抑制凝聚效果，另外，混合量大於 30 質量%

時，無法得到更高的抑制凝聚效果，僅會增加排水處理等之負荷。而且，核生成用銀溶液中之銀量，由於與粒子成長用銀溶液中之銀量相比時為少量，故藉由預先在核生成用銀溶液中添加上述添加量的分散劑，於核生成時亦可得充分的防止凝聚效果。

而且，使用聚乙烯醇或聚乙炔基吡咯烷酮作為分散劑時，由於還原反應時產生發泡情形，例如亦可於在下述的銀溶液中添加消泡劑。

核生成用銀溶液係藉由錯化劑溶解銀化合物而得的含銀錯合物之溶液，為藉由混合上述之強還原劑與分散劑予以還原而生成銀核時之溶液。

銀化合物以使用上述之氯化銀較佳。藉由使用氯化銀，很少會有以硝酸銀作為出發原料時之氣體回收或環境影響的問題。該氯化銀於工業上可安定製造的高純度氯化銀。可藉由將該氯化銀例如溶解於氨水中，得到銀溶液。溶解氯化銀之氨水，為工業上使用的一般品，惟為防止雜質混入時，以儘可能為高純度者較佳。

相對於核生成用銀溶液中之銀量而言氨量，以銀與氨之莫耳比為 20~100 較佳。相對於銀量而言氨量以莫耳比未達 20 時，由於使用氯化銀時，氯化銀不易溶解於氨水中，會產生氯化銀之溶解殘渣而形成不均勻的核，導致所得的銀粒子之粒徑變得不均一。另外，相對於銀量而言氨量以莫耳比大於 100 時，由於核生成反應速度變慢，直至還原完成為止需要很長時間，故不為企求。

核生成用銀溶液中之銀濃度，以 $0.1 \sim 6.0 \text{ g/L}$ 較佳。銀濃度未達 0.1 g/L 時，由於相對於下述粒子成長用銀溶液中之銀量而言無法生成充分的核，銀粉之粒徑變得過大。此外，銀濃度大於 6.0 g/L 時，同時進行核生成與粒子成長而無法得到均一粒徑之銀核。為抑制核成長以得到分散有更為微細且均一的粒徑之銀核的銀核溶液時，銀濃度以 1.0 g/L 以下更佳。由此等可知，藉由使核生成用銀溶液中之銀濃度以 $0.1 \sim 6.0 \text{ g/L}$ 之範圍較佳，更佳者為 $0.1 \sim 1.0 \text{ g/L}$ 之範圍，以該銀量所生成的核可形成微細且均一的粒徑，同時可使其數目幾乎完全一定。然後，藉此可比核生成用銀溶液中之銀量與下述粒子成長用銀溶液中之銀量更為控制生成的銀粒子之粒徑。下述中詳細說明。

如此在銀核溶液調製步驟 S1 中，藉由混合上述含強還原劑之溶液與分散劑與核生成用銀溶液，藉由強還原劑還原銀溶液中之銀錯合物，且生成下述粒子成長步驟 S3 中作為銀粒子成長的核之銀粒子。

而且，於還原反應中，為控制反應之均一性或反應速度，可以純水等稀釋上述之強還原劑作為水溶液使用。

[含核還原劑溶液調製步驟]

含核還原劑溶液調製步驟 S2，係混合以銀核溶液調製步驟 S1 所調製的銀核溶液與還原劑，得到含有核之含核還原劑溶液。該含核還原劑溶液係作為下述粒子成長步驟 S3 之還原反應的還原劑。

於含核還原劑溶液調製步驟 S2 中與銀核溶液混合的還原劑，係比上述銀核溶液調製步驟 S1 中所添加的強還原劑標準電極電位更高、還原力較弱的弱還原劑。具體而言，添加的弱還原劑以大於 0.056V 之還原劑較佳，特別是使用抗壞血酸（0.058V）更佳。該抗壞血酸可緩和還原作用，為使自核之粒子成長均一進行時更佳。

此外，強還原劑與弱還原劑之標準電極電位的差，以 1.0V 以上較佳。標準電極電位之差小時，與下述粒子成長用銀溶液混合時，生成新核，產生混有微粒子或粒徑不均一性的情形。對此而言，藉由組合標準電極電位之差為 1.0V 以上之強還原劑與弱還原劑，可抑制粒子成長期之核生成，且可得均一粒徑的銀粒子。

另外，弱還原劑之添加量，相對於下述之粒子成長步驟 S3 中粒子成長時使用的粒子成長用銀溶液中之銀量而言，以 1~3 當量較佳。添加量相對於粒子成長用銀溶液中之銀量而言未達 1 當量時，由於殘留有未還原的銀，故不為企求。此外，添加量大於 3 當量時，由於成本變高，不為企求。

而且，於下述之粒子成長步驟 S3 之還原反應中，為使反應均一或控制反應速度時，可以純水等稀釋上述之還原劑溶液。

[粒子成長步驟]

粒子成長步驟 S3，係藉由混合以含核還原劑調製步

驟 S2 所得的含核還原劑溶液與含銀錯合物之粒子成長用銀溶液，還原銀錯合物，使銀粒子成長，得到銀粒子漿料。

粒子成長用銀溶液係與上述核成長用銀溶液相同地，藉由錯化劑溶解銀化合物而得的含銀錯合物之溶液。該粒子成長用銀溶液係藉由與所調製的含核還原劑溶液混合，使銀溶液中之銀錯合物還原，依照還原劑溶液中之核為基準，使粒子成長，生成銀粒子漿料之溶液。

粒子成長用銀溶液中之銀化合物，如上所述就使使用硝酸銀時之氣體回收或環境影響的問題少而言，以使用氯化銀較佳。此外，詳細理由雖不明確，惟藉由使用氯化銀且藉由組合使用核之製造方法，可使高生產性與粒徑均一性併立。藉由將該氯化銀溶解於例如氨水中，可得到銀溶液。溶解氯化銀之氨水，可為工業上使用的一般品，惟為防止雜質混入時，以儘可能為高純度者較佳。

粒子成長用銀溶液中之銀濃度，以 20~90g/L 較佳。即使銀濃度為低濃度時，仍可產生粒子之成長，得到銀粒子，惟未達 20g/L 時，排水量增加且成本增高，同時無法以高生產性製造銀粉。此外，銀濃度大於 90g/L 時，由於對氨水而言變得接近氯化銀之溶解度，會有氯化銀再析出的可能性，故不為企求。為使粒子成長之速度均一化，得到均一粒徑之銀粒子時，銀濃度以 50g/L 以下更佳。

本實施形態的銀粉之製造方法，藉由所混合的含核還原劑溶液中之銀量（即核生成用銀溶液中之銀量與粒子成

長用銀溶液中之銀量的比例），可控制所得的銀粉之粒徑，可容易得到具有企求粒徑之銀粉。換言之，藉由使核生成用銀溶液中之銀濃度在上述範圍內，可使該銀量所生成的核之數目幾乎完全一定，藉由含核還原劑溶液中之銀量（即銀核數與粒子成長用銀溶液中之銀量的比例），可控制銀粉之粒徑。此外，於該銀粉之製造方法中，由於分離核之生成與粒子成長，可控制反應液中之核數目的範圍變得廣泛，可容易控制廣泛範圍的粒徑，且可以高的銀濃度且以高生產性製得銀粉。具體而言，為製得以掃描型電子顯微鏡觀察時平均粒徑為 $0.3 \sim 2.0 \mu\text{m}$ 之銀粉時，粒子成長用銀溶液中之銀量相對於核生成用銀溶液中之銀量中之銀量而言，以 $50 \sim 1500$ 倍較佳，以 $50 \sim 500$ 倍更佳。

此處，於粒子成長步驟 S3 中，如上述藉由定量且連續供應含核還原劑溶液與含銀錯合物之粒子成長用銀溶液且予以混合，作為反應液，在該反應液中還原銀錯合物，使銀粒子成長。如此藉由定量且連續供應各溶液予以混合，使還原反應時之銀錯合物的濃度與還原劑之濃度保持一定，可進行一定的粒子成長，且可以高生產性製造銀粉。而且，如下述說明粒子成長用銀溶液簡稱為銀溶液，含核還原劑溶液簡稱為還原劑溶液。

為連續供應含核還原劑溶液與粒子成長用銀溶液且予以混合，使銀錯合物還原時之反應管，可使用由供應粒子成長用銀溶液之第 1 供應管（銀溶液供應管）、供應含核還原劑溶液之第 2 供應管（還原劑溶液供應管）及混合銀

溶液與還原劑溶液之混合管而形成者。如此個別將含核還原劑溶液與粒子成長用銀溶液之各溶液供應給反應管，且在混合管內予以混合，生成還原反應。具體而言，例如 Y 字管為其典型例。此外，可於反應管中、在混合管內部使自各供應管所供應的溶液合流後之位置配置靜態混合器。

各供應管或混合管之形狀或尺寸大小，沒有特別的限制，就各配管彼此間容易連接而言以圓柱狀較佳。而且，特別是有關混合管，就必須在內部配置靜態混合器而言以圓柱狀較佳。

銀溶液供應管與還原劑溶液供應管之材質，只要是選擇不會與銀溶液或還原劑溶液反應的材質即可，可選自氯化乙烷基、聚丙烯、聚乙烯等。此外，混合管之材質以選擇不會與銀溶液或還原劑溶液反應，且不會附著於還原反應後之銀為重要，以玻璃較佳。

靜態混合器之材質，與混合管相同地，以玻璃較佳。另外，靜態混合器之元件數目，沒有特別的限制，過少時，無法均一地進行還原反應而產生微粒，故不為企求，另外，過多時必須無端使混合管變長，故不為企求。而且，以視各溶液之流量與流速而定適當地決定較佳。

於反應管中，以銀溶液與還原劑溶液之反應液藉由上述靜態反應器充分地進行攪拌混合，在該反應液中還原反應直至 100% 完成，流於混合管內為宜。而且，例如在靜態混合器之下游側連接蛇型管等，使反應場所為充分的長度，可使還原反應予以 100% 完成。藉此，可防止未還原

的銀錯合物殘留而生成粗大的銀粒子。

各將粒子成長用銀溶液與含核還原劑溶液供應給反應管的手段，可使用一般的定量幫浦，以脈動小者較佳。而且，粒子成長用銀溶液與含核還原劑溶液之流量，以一方為另一方之 10 倍以下較佳。各溶液之流量為 10 倍以上之差值時，會有不易均一混合的問題。此外，各溶液之流速為 0.1L/分鐘以上、10L/分鐘以下較佳。流速未達 0.1L/分鐘時，由於生產性惡化，不為企求。另外流速大於 10L/分鐘時，由於無法予以均一混合，不為企求。

在反應管內混合銀溶液與還原劑溶液，完成還原反應的反應液，以直接裝入指定的槽內較佳（於下述中，該槽稱為「接受槽」）。為使接受槽內為使藉由還原所生成的銀粒子不會沉澱時，必須進行攪拌。銀粒子產生沉澱時，銀粒子彼此間形成凝聚物且分散性變得惡化，不為企求。接受槽內之攪拌，只要是以不會使銀粒子沉澱的能力進行攪拌即可，使用一般的攪拌機進行攪拌即可。裝入接受槽之反應液，可藉由幫浦送液於壓濾器等之過濾機中，連續流入繼後的步驟。

如上所述，生成銀粒子漿料時，過濾該銀粒子漿料後，藉由洗淨、乾燥而生成銀粉。

洗淨方法沒有特別的限制，例如使用將銀粒子投入水中，且使用攪拌機或超音波洗淨器進行攪拌後，以壓濾器等進行過濾、回收的方法。於該洗淨方法中，重複數次由投入水中、攪拌洗淨及過濾而成的操作進行較佳。而

且，洗淨時使用的水，係使用對銀粉而言不含有害雜質元素之水，特別是以使用純水較佳。

其次，將洗淨後之銀粉乾燥，使水分蒸發。乾燥方法沒有特別的限制，例如可藉由將洗淨後之銀粒子置於不銹鋼棒上，使用大氣烤箱或真空乾燥機等市售的乾燥裝置，在約 $40\sim 80^{\circ}\text{C}$ 之溫度下加熱進行。

如上述詳細說明，惟藉由上述銀粉之製造方法，可製造控制成不含微粒的均一粒徑之銀粉。具體而言，藉由該製造方法所製造的銀粉，以掃描型電子顯微鏡觀察之一次粒子的平均粒徑為 $0.3\sim 2.0\mu\text{m}$ ，粒徑之相對標準偏差（標準偏差 σ /平均粒徑 d ）為 0.3 以下，較佳者為 0.25 以下。此處，一次粒子係指由外觀判斷，為單位粒子。

藉由該均一且粒度分布狹窄的銀粉，可適合使用作為形成電子機器之配線層或電極等時所利用的樹脂型銀糊料或燒成型銀糊料等之糊料用銀粉。

另外，本實施形態的銀粉之製造方法，由於藉由定量且連續供應粒子成長用銀溶液與含核還原劑溶液予以混合，產生還原反應，可使反應液中之銀濃度保持一定，進行一定的粒子成長，以高的生產性製造具有更為均一粒徑之銀粉。本實施形態的銀粉之製造方法，可容易控制銀粉之粒徑且量產性優異，其工業價值極大。

〔實施例〕

如下所述，藉由本發明之實施例及比較例更詳細地說

明本發明，惟本發明不受此等實施例所限制。

（實施例 1）

在 38℃之溫浴中、於攪拌下同時將氯化銀 2.88g（住友金屬礦山(股)製）投入保持於液溫 36℃之 25 質量%氨水 66mL 與純水 1.22L 之混合液中，製作核生成用銀溶液（溶液中之銀濃度為 1.8g/L、相對於銀量而言氨之莫耳比為 44）。其次，在 36℃之純水 7.33L 中溶解分散劑之聚乙烯醇 43g（(股)Kuraray 製、PVA205），且於其中添加強還原劑之肼一水合物 0.91mL（相對於核生成用銀溶液中之銀量而言為 3.6 當量）而得的還原劑溶液，於溫浴中保持於 36℃。然後，在還原劑溶液中以 64mL/分鐘之流量添加核生成用銀溶液，生成銀核，作為銀核溶液。

其次，在所得的銀核溶液中添加弱還原劑之抗壞血酸 665g（相對於下述之粒子成長用銀溶液中的銀量而言為 1.4 當量），作為含核還原劑溶液。

另外，在 33℃之溫浴中、於攪拌下同時將氯化銀 842g（住友金屬礦山(股)製）投入保持於液溫 32℃之 25 質量%氨水 18L 中，得到氯錯合物溶液。而且，將消泡劑（(股)Adeka 製、Adekanol LG-126）以體積比稀釋成 100 倍，且在氯錯合物溶液中添加該消泡劑稀釋液 8.3mL 而得的粒子成長用銀溶液（溶液中之銀濃度為 35g/L），於溫浴中保持 32℃。此外，添加於上述含核還原劑溶液中之聚乙烯醇的添加量，相對於粒子成長用銀溶液中之銀量而言

爲 3.8 質量 %。

使用管狀幫浦（MASTERFLEX 製），且將粒子成長用銀溶液與含核還原劑溶液各以 2.7L/分鐘、0.90L/分鐘進行送液且混合，作爲反應液。在反應液中還原銀錯合物，得到銀粒子漿料，儲藏於接受槽內。於 2 液送液完成後，繼續在接受槽內進行攪拌 30 分鐘。

將攪拌完成後之反應液使用壓濾器進行過濾，使銀粒子固液分離。然後，將回收的銀粒子投入 0.05mol/L 之 NaOH 水溶液 23L 中，且於其中添加硬脂酸乳液（中京油脂(股)製、Serozol 920）17.8g，進行攪拌 15 分鐘後，以壓濾器進行過濾、回收。再進一步重複 2 次由投入 0.05 mol/L 之 NaOH 水溶液且進行攪拌及過濾而成的操作後，將回收的銀粒子投入純水 23L 中，藉由攪拌 15 分鐘進行洗淨與藉由壓濾器進行過濾而成的操作。然後，將銀粒子移至不銹鋼棒上，且以真空乾燥機、在 60℃ 下乾燥 10 小時，製得銀粉。

第 2 圖係表示所得的銀核之掃描型電子顯微鏡（SEM）像，第 3 圖係表示銀粉之 SEM 像。由此等 SEM 像可知，所得的銀核與銀粉兩者皆由均一粒子而形成者。而且，藉由 SEM 像測定 300 個以上之一次粒子粒徑，以平均粒子數求得的銀核與銀粉之平均粒徑，各爲 0.11 μ m 與 0.81 μ m，由測定結果所得的銀粉之粒徑的相對標準偏差（標準偏差 σ /平均粒徑 d ）爲 0.18，確認均一且沒有微粒。

(實施例 2)

在 38℃之溫浴中、於攪拌下同時將氯化銀 1.11g (住友金屬礦山(股)製) 投入保持於液溫 36℃之 25 質量%氨水 25mL 與純水 0.485L 之混合液中，製作核生成用銀溶液 (溶液中之銀濃度為 1.5g/L、相對於銀量而言氨之莫耳比為 44)。其次，在 36℃之純水 1.0L 中溶解分散劑之聚乙烯醇 31g ((股)Kuraray 製、PVA205)，且於其中添加強還原劑之肼一水合物 0.12mL (相對於核生成用銀溶液中之銀量而言為 1.2 當量) 而得的還原劑溶液，於溫浴中保持於 36℃。然後，在還原劑溶液中以 20mL/分鐘之流量添加核生成用銀溶液，生成銀核，作為銀核溶液。

其次，在所得的銀核溶液中添加弱還原劑之抗壞血酸 103g (相對於下述之粒子成長用銀溶液中的銀量而言為 1.4 當量)，作為含核還原劑溶液。

另外，在 38℃之溫浴中、於攪拌下同時將氯化銀 175g (住友金屬礦山(股)製) 投入保持於液溫 36℃之 25 質量%氨水 3.29L 中，溶解得到銀錯合物溶液。而且，將消泡劑 ((股)Adeka 製、Adekanol LG-126) 以體積比稀釋成 100 倍，且在銀錯合物溶液中添加該消泡劑稀釋液 1.7mL 而得的粒子成長用銀溶液 (溶液中之銀濃度為 35g/L)，於溫浴中保持 36℃。此外，添加於上述含核還原劑溶液中之聚乙烯醇的添加量，相對於粒子成長用銀溶液中之銀量而言為 18 質量%。

使用管狀幫浦（MASTERFLEX 製），且將粒子成長用銀溶液與含核還原劑溶液各以 2.4L/分鐘、0.80L/分鐘送液且混合，作為反應液。在反應液中還原銀錯合物，得到銀粒子漿料，儲藏於接受槽內。於 2 液送液完成後，繼續在接受槽內進行攪拌 30 分鐘。

將攪拌完成後之反應液使用開口直徑 $0.3\mu\text{m}$ 之薄膜型過濾器進行過濾，且使銀粒子固液分離。然後，將回收的銀粒子投入 0.05mol/L 之 NaOH 水溶液 2L 中，且於其中添加硬脂酸乳液（中京油脂(股)製、Serozol 920）3.6g，進行攪拌 15 分鐘後，以開口直徑 $0.3\mu\text{m}$ 之薄膜型過濾器進行過濾、回收。再進一步重複 2 次由投入 0.05mol/L 之 NaOH 水溶液且進行攪拌及過濾而成的操作後，將回收的銀粒子投入純水 2L 中，藉由攪拌 15 分鐘進行洗淨與藉由壓濾器進行過濾而成的操作。然後，將銀粒子移至不銹鋼棒上，且以真空乾燥機、在 60°C 下乾燥 10 小時，製得銀粉。

第 4 圖係表示所得的銀核之 SEM 像，第 5 圖係表示銀粉之 SEM 像。由此等 SEM 像可知，所得的銀核與銀粉兩者皆由均一粒子而形成者。而且，藉由 SEM 像測定 300 個以上之一次粒子粒徑，以平均粒子數求得的銀核與銀粉之平均粒徑各為 $0.13\mu\text{m}$ 與 $0.64\mu\text{m}$ ，由測定結果所得的銀粉之粒徑的相對標準偏差（標準偏差 σ /平均粒徑 d ）為 0.22，確認均一且沒有微粒。

（實施例 3）

除核生成用銀溶液中使用的氯化銀為 2.21g、25%氨水為 50mL（溶液中之銀濃度為 3.0g/L、相對於銀量而言氨之莫耳比為 44）、銀核生成用還原劑溶液中使用的強還原劑之肼一水合物為 0.23mL（相對於核生成用銀溶液中之銀量而言為 1.2 當量）外，與實施例 2 相同地，製得銀粉且進行評估。

進行 SEM 觀察時，所得的銀核與銀粉兩者皆由均一粒子而形成者。而且，藉由 SEM 觀察所測定的銀核與銀粉之平均粒徑各為 0.14 μ m 與 0.42 μ m，由測定結果所得的銀粉之粒徑的相對標準偏差（標準偏差 σ /平均粒徑 d ）為 0.25，確認均一且沒有微粒。

（實施例 4）

於攪拌下同時將氯化銀 45.0g（住友金屬礦山(股)製）投入且溶解於保持於液溫 36℃之 25 質量%氨水 1025mL 與純水 175L 之混合液中。然後，投入溶解於 50℃之純水 50L 的分散劑之聚乙烯醇 1350g（(股)Kuraray 製、PVA205）而得的核生成用銀溶液（溶液中之銀濃度為 0.15g/L、相對於銀量而言氨量之莫耳比為 45）保持於 36℃。其次，將強還原劑之肼一水合物 9.72mL（相對於核生成用銀溶液中之銀量而言為 2.5 當量）添加於純水 37.6L 中而得的還原劑溶液保持於 36℃。然後，於核生成用銀溶液中以 630mL/分鐘之流量添加還原劑溶液，生成

銀核，作為銀核溶液。

然後，在所得的銀核溶液中添加弱還原劑之抗壞血酸 20.5kg（相對於下述之粒子成長用銀溶液中之銀量而言為 1.4 當量）與純水 69L，作為含核還原劑溶液。

另外，於攪拌下同時在保持於液溫 32℃之 25 質量% 氨水 270L 中投入氯化銀 12.6kg（住友金屬礦山(股)製）予以溶解，製得銀錯合物溶液。而且，將消泡劑（(股)Adeka 製、Adekanol LG-126）以體積比稀釋成 100 倍，且在銀錯合物溶液中添加該消泡劑稀釋液 124mL 而得的粒子成長用銀溶液（溶液中之銀濃度為 35g/L），於溫浴中保持 32℃。而且，添加於上述含核還原劑溶液中之聚乙烯醇的添加量，相對於粒子成長用銀溶液中之銀量而言為 3.8 質量%。

使用管狀幫浦（MASTERFLEX 製），且將粒子成長用銀溶液與含核還原劑溶液各以 2.7L/分鐘、0.90L/分鐘進行送液且混合，形成反應液。在反應液中使銀錯合物還原，得到銀粒子漿料，儲藏於接受槽內。於 2 液送液完成後，繼續在接受槽內進行攪拌 30 分鐘。

將攪拌完成後之反應液使用壓濾器進行過濾，使銀粒子固液分離。然後，將回收的銀粒子投入 0.05mol/L 之 NaOH 水溶液 114L 中，且於其中添加硬脂酸乳液（中京油脂(股)製、Serozol 920）162g，進行攪拌 15 分鐘後，以壓濾器進行過濾、回收。再進一步重複 2 次投入 0.05mol/L 之 NaOH 水溶液且進行攪拌及過濾而成的操作

後，將回收的銀粒子投入純水 114L 中，藉由攪拌 15 分鐘進行洗淨與藉由壓濾器進行過濾而成的操作。然後，將銀粒子移至不銹鋼棒上，且以真空乾燥機、在 60℃ 下乾燥 10 小時，製得銀粉。

第 6 圖係表示所得的銀核之 SEM 像，第 7 圖係表示銀粉之 SEM 像。由此等 SEM 像可知，所得的銀核與銀粉兩者皆由均一粒子而形成者。而且，藉由 SEM 像測定 300 個以上之一次粒子粒徑，以平均粒子數求得的銀核與銀粉之平均粒徑各為 0.068 μm 與 0.68 μm ，由測定結果所得的銀粉之粒徑的相對標準偏差（標準偏差 σ /平均粒徑 d ）為 0.20，確認均一且沒有微粒。

（實施例 5）

於攪拌下同時將氯化銀 2.92g（住友金屬礦山（股）製）投入且溶解於保持於液溫 36℃ 之 25 質量%氨水 60mL 與純水 0.5L 之混合液中。然後，將投入溶解於 50℃ 之純水 6.76L 的分散劑之聚乙烯醇 43.6g（（股）Kuraray 製、PVA205）而得的核生成用銀溶液（溶液中之銀濃度為 0.30g/L、相對於銀量而言氨量之莫耳比為 40）保持於 36℃。其次，將強還原劑之肼一水合物 0.63mL（相對於核生成用銀溶液中之銀量而言為 2.5 當量）添加於純水 1.22L 中而得的還原劑溶液保持於 36℃。然後，於核生成用銀溶液中以 60mL/分鐘之流量添加還原劑溶液，生成銀核，作為銀核溶液。

然後，在所得的銀核溶液中添加弱還原劑之抗壞血酸 1261g（相對於下述之粒子成長用銀溶液中之銀量而言為 1.4 當量）與純水 2.21L，作為含核還原劑溶液。

另外，於攪拌下同時在保持於液溫 32℃之 25 質量% 氨水 18L 中投入氯化銀 1587g（住友金屬礦山(股)製）予以溶解，製得銀錯合物溶液。而且，將消泡劑（(股)AdekA 製、Adekanol LG-126）以體積比稀釋成 100 倍，且在銀錯合物溶液中添加該消泡劑稀釋液 15.6mL 而得的粒子成長用銀溶液（溶液中之銀濃度為 67g/L），於溫浴中保持 32℃。此外，添加於上述含核還原劑溶液中之聚乙烯醇的添加量，相對於粒子成長用銀溶液中之銀量而言為 2.0 質量%。

使用管狀幫浦（MASTERFLEX 製），且將粒子成長用銀溶液與含核還原劑溶液各以 2.7L/分鐘、0.90L/分鐘進行送液且混合，作為反應液。在反應液中使銀錯合物還原，得到銀粒子漿料，儲藏於接受槽內。於 2 液送液完成後，繼續在接受槽內進行攪拌 30 分鐘。

將攪拌完成後之反應液使用壓濾器進行過濾，使銀粒子固液分離。然後，將回收的銀粒子投入 0.05mol/L 之 NaOH 水溶液 17L 中，且於其中添加硬脂酸乳液（中京油脂(股)製、Serozol 920）20.4g，進行攪拌 15 分鐘後，以壓濾器進行過濾、回收。再進一步重複 2 次由投入 0.05 mol/L 之 NaOH 水溶液且進行攪拌及過濾而成的操作後，將回收的銀粒子投入純水 17L 中藉由攪拌 15 分鐘進行洗

淨，與藉由壓濾器進行過濾而成的操作。然後，將銀粒子移至不銹鋼棒上，且以真空乾燥機、在 60℃ 下乾燥 10 小時，製得銀粉。

第 8 圖係表示所得的銀核之 SEM 像，第 9 圖係表示銀粉之 SEM 像。由此等 SEM 像可知，所得的銀核與銀粉兩者皆由均一粒子而形成者。而且，藉由 SEM 像測定 300 個以上之一次粒子粒徑，以平均粒子數求得的銀核與銀粉之平均粒徑各為 0.072 μm 與 0.68 μm ，由測定結果所得的銀粉之粒徑的相對標準偏差（標準偏差 σ /平均粒徑 d ）為 0.19，確認均一且沒有微粒。

（實施例 6）

除核生成用銀溶液中使用的 25 質量%氨水為 45mL、含核還原劑溶液中使用的抗壞血酸為 1513g、粒子成長用銀溶液中使用的氯化銀量為 1904g、NaOH 水溶液量為 20L、硬脂酸乳液為 24.4g 外，與實施例 2 相同地，製得銀粉且進行評估。（核生成用銀溶液中使用的銀濃度為 0.30g/L、相對於銀量而言氨量之莫耳比為 30、粒子成長用銀溶液中之銀濃度為 80g/L、相對於粒子成長用銀溶液中之銀量而言聚乙烯醇之添加量為 1.7 質量%）。

第 10 圖係表示所得的銀核之 SEM 像，第 11 圖係表示銀粉之 SEM 像。由此等之 SEM 像可知，所得的銀核與銀粉兩者皆由均一粒子而形成者。而且，藉由 SEM 像測定 300 個以上之一次粒子粒徑，以平均粒子數求得的銀核

與銀粉之平均粒徑各為 $0.065\mu\text{m}$ 與 $0.65\mu\text{m}$ ，由測定結果所得的銀粉之粒徑的相對標準偏差（標準偏差 σ /平均粒徑 d ）為 0.20，確認均一且沒有微粒。

（比較例 1）

除各將在 36°C 之純水 1.0L 中溶解分散劑之聚乙烯醇 31g（(股)Kuraray 製、PVA205），且添加弱還原劑之抗壞血酸 103g 之還原劑溶液、及粒子成長用銀溶液進行送液，作為反應液外，與實施例 1 相同地，製得銀粉。換言之，比較例 1 中沒有在還原劑溶液中添加銀核溶液，沒有藉由使用核之還原反應而生成銀粒子。

有關所得的銀粉，與實施例 1 相同地進行評估。第 12 圖係表示所得的銀粉之 SEM 像。由此等之 SEM 像可知，產生微細的銀粒子。而且，所得的銀粉之平均粒徑為 $0.34\mu\text{m}$ ，由測定結果所得的銀粉之粒徑的相對標準偏差（標準偏差 σ /平均粒徑 d ）為 1.29。如此生成很多的微粒，其粒度分布廣，無法均一。

（參考例 1）

除核生成用銀溶液中使用的氯化銀為 14.6g、25 質量 % 氨水 150mL（核生成用銀溶液中使用的銀濃度為 1.5g/L、相對於銀量而言氨量之莫耳比為 20）、銀核生成時使用的肼為 6.33mL 外，與實施例 5 相同地，製得銀核溶液。

所得的銀核會產生沉澱，為具有作為核之機能時，必須使銀核均勻地再分散於含核還原劑溶液中。而且，核生成用銀溶液中之銀濃度以 1.0g/L 以下較佳。

(參考例 2)

除核生成用銀溶液中使用的氯化銀為 90.2g、25 質量 % 氨水 5600mL (核生成用銀溶液中使用的銀濃度為 0.3g/L、相對於銀量而言氨量之莫耳比為 120)、聚乙烯醇為 2700g、銀核生成時使用的胍為 19.44mL 外，與實施例 4 相同地，製得銀核溶液。

於添加胍完成後，即使保持 1 小時，仍無法完成反應，於其中添加抗壞血酸時，如第 13 圖之 SEM 像所示可確認銀核彼此間連結。如此氨量變多時，於核生成時需要很長的時間，生產性降低，且於反應完成前添加弱還原劑時，核之均一性降低。此外，銀核連結且粒徑變得不均一時，會影響最終所得的銀粉之粒徑均一性的可能性。而且，相對於核生成用銀溶液中之銀量而言，氨量以莫耳比為 100 以下較佳。

申請專利範圍

1. 一種銀粉之製造方法，其係連續混合含銀錯合物之銀溶液與還原劑溶液作為反應液，且使該反應液中之銀錯合物還原，製得銀粒子漿料後，經由過濾、洗淨、乾燥之各步驟製造銀粉之銀粉之製造方法，

其特徵為具有

混合含銀錯合物之核生成用銀溶液、含標準電極電位為 $0.056V$ 以下的強還原劑之溶液與分散劑，得到銀核溶液之銀核溶液調製步驟；

混合所得的銀核溶液與標準電極電位比上述強還原劑高的弱還原劑，得到含核還原劑溶液的含核還原劑溶液調製步驟；及

連續混合上述含核還原劑溶液與含銀錯合物之粒子成長用銀溶液製成反應液，且在該反應液中使銀錯合物還原，以使銀粒子成長之粒子成長步驟。

2. 如請求項 1 之銀粉之製造方法，其係相對於上述核生成用銀溶液中之銀量而言，強還原劑之當量為 2.0 以上、未達 4.0。

3. 如請求項 1 之銀粉之製造方法，其中上述強還原劑與上述弱還原劑之標準電極電位的差為 $1.0V$ 以上。

4. 如請求項 1 之銀粉之製造方法，其中上述強還原劑為肼一水合物，上述弱還原劑為抗壞血酸。

5. 如請求項 1 之銀粉之製造方法，其中上述核生成用銀溶液中之銀濃度為 $0.1 \sim 6.0g/L$ 。

6. 如請求項 5 之銀粉之製造方法，其中上述核生成用銀溶液中之銀濃度為 $0.1 \sim 1.0\text{g/L}$ ，上述粒子成長用銀溶液中之銀濃度為 $20 \sim 90\text{g/L}$ 。

7. 如請求項 1 之銀粉之製造方法，其中上述銀錯合物係將氯化銀溶解於氨水中而得的銀氨錯合物。

8. 如請求項 7 之銀粉之製造方法，其中相對於上述核生成用銀溶液中之銀量而言，氨量以莫耳比計為 $20 \sim 100$ 。

9. 如請求項 1 之銀粉之製造方法，其中上述分散劑之混合量相對於混合上述含核還原劑溶液與粒子成長用銀溶液後之粒子成長用銀溶液中的銀量而言為 $1 \sim 30$ 質量%。

10. 如請求項 1 之銀粉之製造方法，其中上述分散劑係選自聚乙烯醇、聚乙烯基吡咯烷酮、改性矽氧油系界面活性劑、聚醚系界面活性劑中之至少 1 種。

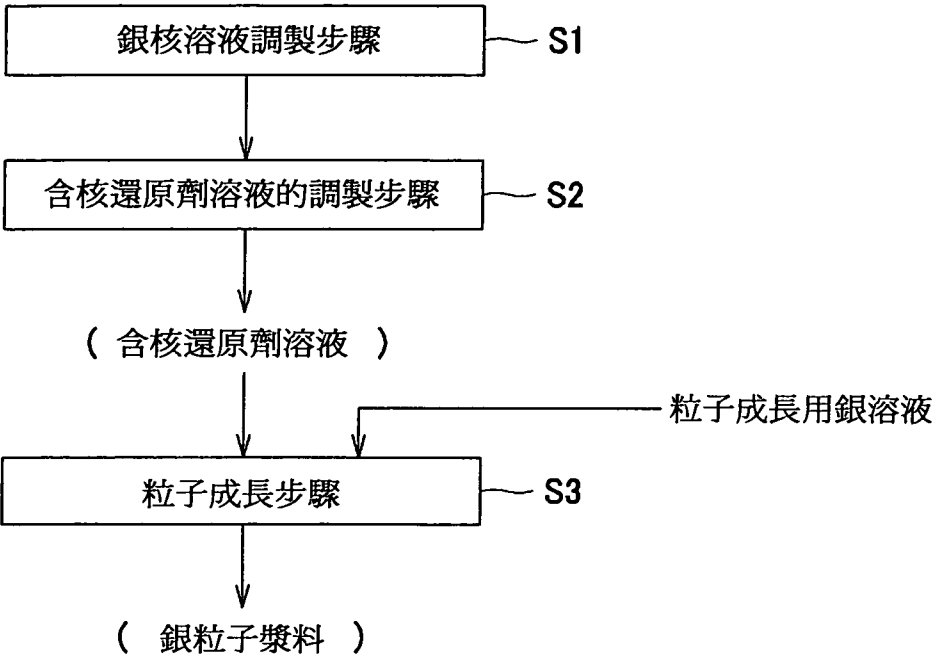
11. 如請求項 1 之銀粉之製造方法，其係於混合上述含核還原劑溶液與粒子成長用銀溶液時，將各溶液個別供應給反應管，且以配置於管內之靜態混合器予以混合。

12. 一種銀粉，其係藉由如請求項 1 至 11 中任一項之銀粉之製造方法而得的銀粉，其特徵為

藉由掃描型電子顯微鏡觀察之平均粒徑為 $0.3 \sim 2.0\mu\text{m}$ ，粒徑之相對標準偏差（標準偏差 σ /平均粒徑 d ）為 0.3 以下。

13. 如請求項 12 之銀粉，其中上述相對標準偏差（標準偏差 σ /平均粒徑 d ）為 0.25 以下。

圖 式



第 1 圖