



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 108447587 A

(43)申请公布日 2018.08.24

(21)申请号 201710239539.6

(22)申请日 2017.04.13

(71)申请人 贵研铂业股份有限公司

地址 650000 云南省昆明市高新技术开发区科技路988号(昆明贵金属研究所)

(72)发明人 幸七四 李文琳 黄富春 李章炜

(74)专利代理机构 昆明今威专利商标代理有限公司 53115

代理人 赛晓刚

(51)Int.Cl.

H01B 1/22(2006.01)

H01B 13/00(2006.01)

权利要求书1页 说明书4页

(54)发明名称

一种新型快速固化低温导电银浆及其制备方法

(57)摘要

本发明提供一种新型快速固化低温导电银浆及其制备方法,属于信息功能新材料的电子浆料领域。快速固化低温导电银浆的成分及质量百分比为:银粉45~55%,热塑型树脂5~12%,热固性树脂0.5~1%,热固化剂0.1~0.5%,助剂1~2%,溶剂30~45%,各组分重量百分数之和为100%。本发明制备的导电银浆固化时间短,在150℃条件下1~2min完全固化;适用于丝网精密印刷,分辨率可达到 $100 \times 100 \mu\text{m}$,固化后附着力5B,硬度>2H,印刷厚度4~6 μm ,正反折10次电阻变化率小于280%,电阻率小于 $3.5 \times 10^{-5} \Omega \cdot \text{cm}$ 。

1. 一种快速固化低温导电银浆，其特征在于：该导电浆料的组成及重量百分比为：银粉45~55%，热塑型树脂5~12%，热固性树脂0.5~1%，热固化剂0.1~0.5%，助剂1~2%，溶剂30~45%，各组分重量百分数之和为100%。

2. 如权利要求1所述的一种快速固化低温导电银浆，其特征在于：所述银粉形貌为片状银粉，表面疏水性处理，径厚比10~60，粒径范围为0.1~5μm，比表面积0.5~1.5g/m²，振实密度2.0~3.5g/cm³。

3. 如权利要求1所述的一种快速固化低温导电银浆，其特征在于：所述热塑性树脂，可为聚酯树脂、聚氨酯树脂、聚氨酯丙烯酸树脂、丙烯酸树脂中的一种或几种。

4. 如权利要求1所述的一种快速固化低温导电银浆，其特征在于：所述热固性树脂，可为醛酮树脂、不饱和聚酯树脂、环氧树脂中的一种或几种。

5. 如权利要求1所述的一种快速固化低温导电银浆，其特征在于：所述热固化剂，可为咪唑、脂肪族氨、异氰酸酯中的一种或几种。

6. 如权利要求1所述的一种快速固化低温导电银浆，其特征在于：所述助剂，可为有机膨润土、气相二氧化硅、炭黑、改性脲和改性聚酯中的一种或几种。

7. 如权利要求1所述的一种快速固化低温导电银浆，其特征在于：所述溶剂为丁二酸二甲酯、戊二酸二甲酯、己二酸二甲酯、二乙二醇乙醚醋酸酯、异佛尔酮中的一种或几种。

8. 一种快速固化低温导电银浆的制备方法，其特征在于具体步骤包括如下：

(1) 按组成原料的质量百分比组成：银粉45~55%，热塑型树脂5~12%，热固性树脂0.5~1%，热固化剂0.1~0.5%，助剂1~2%，溶剂30~45%，称取原料，首先热塑性树脂和热固性树脂加入溶剂中，溶解完全后，显微镜观察无颗粒和絮状物后加入助剂，高速分散，得到有机载体；

(2) 在有机载体中加入银粉，行星式分散机分散，然后陶瓷三辊研磨机上强剪切分散至细度小于5μm，500目钢丝网过滤即得成品。

9. 一种快速固化低温导电银浆的制备方法，其特征在于具体步骤包括如下：

按组成及重量百分数为：银粉48%，热塑型树脂8%，热固性树脂1%，热固化剂0.5%，助剂2%，溶剂40.5%。其中片状银粉表面疏水性处理，径厚比10~40，粒径范围为0.1~4μm，比表面积1.2g/m²，振实密度2.5g/cm³；热塑性树脂为玻璃化温度-12℃的聚氨酯；热固性树脂为羟值100的醛酮树脂；固化剂为异氰酸酯；助剂为有机膨润土；溶剂由重量百分数为20%丁二酸二甲酯、60%戊二酸二甲酯、20%己二酸二甲酯组成，称取原料，首先将热塑性树脂和热固性树脂加入溶剂溶解完全后，显微镜观察无颗粒和絮状物后加入助剂，高速分散，得到有机载体；在有机载体中加入银粉，行星式分散机分散，然后陶瓷三辊研磨机上强剪切分散至细度小于5μm，500目钢丝网过滤即得成品。

一种新型快速固化低温导电银浆及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种新型快速固化低温导电银浆及其制备方法,特别是用于低温快速固化的导电浆料领域,属于电子信息功能新材料和电子封装技术领域。

背景技术

[0002] 导电银浆以银粉为导电功能相的导电油墨,可丝网印刷、涂覆或移印在各种基材上,经过固化或烧结,形成电极薄膜。根据固化温度,导电银浆可分为高温烧结型银浆、中温烧结型银浆和低温固化型银浆。其中低温固化型银浆固化温度在100~200℃之间,固化温度较低,对基材的破坏性损伤小,广泛应用在键盘、触摸屏、智能卡、射频识别、薄膜开关等电子工业领域,其中轻、薄和柔韧性电路,在可折叠键盘、触屏发挥重要作用。

[0003] 目前,柔性线路已是电子产品高精尖发展的不可缺之器件,主要以柔性的高分子材料为基材,低温导电银浆丝网印刷固化后为电极线路。低温导电银浆通过丝网印刷可以精密布局线路,通过低温固化不损伤柔韧性高分子基材,这要求银浆具有很好的触变和快速固化特性,印刷后具有高分辨率、耐刮擦、耐弯折性。如中国发明专利,公开号:CN 105551571A,发明名称低温快速固化导电银浆及其制备方法,公开了一种低温导电银浆,由下述重量份的原料组成:热塑性树脂5~15份,热固性树脂0~0.5份,热引发剂0.001~0.1份,溶剂10~30份,银粉50~75份。虽然是低温快速固化导电银浆,然而主要是触屏用银浆,无耐弯折性,且固化时7~15min。一种新型快速固化低温导电银浆及其制备方法,固化时间更短1~2min,具有优异的耐弯折性。

发明内容

[0004] 本发明需要解决的技术问题在于克服现有技术的不足,提供一种新型快速固化低温导电银浆,满足柔性基材要求性能条件下,大幅度缩短导电浆料的固化时间。

[0005] 本发明需要解决的另一各技术问题在于提供一种制备上述快速固化低温导电银浆的制备方法。

[0006] 本发明需要解决的技术问题是通过以下技术方案实现的:一种新型快速固化低温导电银浆,其组成及重量百分比为:银粉45~55%,热塑型树脂5~12%,热固性树脂0.5~1%,热固化剂0.1~0.5%,助剂1~2%,溶剂30~40%,各组分重量百分数之和为100%。

[0007] 上述银粉形貌为片状,表面疏水性处理,径厚比10~60,粒径范围为0.1~5μm,比表面积0.5~1.5g/m²,振实密度2.0~3.5g/cm³。该银粉可以满足与有机载体具有较强的亲和性和优异的导电性,浆料密度适中,适合于精密印刷。

[0008] 上述热塑性树脂,可为柔韧性聚酯树脂、聚氨酯树脂、聚氨酯丙烯酸树脂、丙烯酸树脂中的一种或几种。

[0009] 上述热固性树脂,可为醛酮树脂、饱和聚酯树脂、环氧树脂中的一种或几种。

[0010] 上述热固化剂,可为2-乙基-4-甲基咪唑、六亚甲基四胺、异氰酸酯中的一种或几种。

[0011] 上述助剂,可为有机膨润土、气相二氧化硅、改性脲和改性聚酯中的一种或几种。

[0012] 上述上述溶剂为丁二酸二甲酯、戊二酸二甲酯、己二酸二甲酯、二乙二醇乙醚醋酸酯、异佛尔酮中的一种或几种。

[0013] 本发明的一种新型快速固化低温导电银浆的制备方法,包括以下工艺步骤:按组成原料的质量百分比称取原料,首先热塑性树脂和热固性树脂加入溶剂中,溶解完全后,显微镜观察无颗粒和絮状物后加入助剂,高速分散,得到有机载体;在有机载体中加入银粉,行星式分散机分散,然后陶瓷三辊研磨机上强剪切分散至细度小于 $5\mu\text{m}$,500目钢丝网过滤即得成品。

[0014] 本发明作用机理:一种新型快速固化低温导电银浆满足电阻率、附着力、硬度、特别是耐弯折性,这对树脂、溶剂、银粉和助剂都有较高的要求。本发明设计快速固化体系采用双组分体系,其中热塑性树脂提供耐弯折性,小分子热固性树脂与固化剂交联,增强附着性和硬度,不溶性助剂分散于浆料中提供足够通道促进有机溶剂挥发。低温固化银浆,需要使用片状银粉,在浆料中有更多的接触点,导电性能更好。

[0015] 本发明的有益效果:固化时间短,在150℃条件下,1-2min完全固化;丝网精密印刷,分辨率可达到 $100\times 100\mu\text{m}$;固化后附着力5B,硬度>2H,印刷厚度4-6 μm ;正反折10次电阻变化率小于280%;电阻率小于 $3.5\times 10^{-5}\Omega \cdot \text{cm}$ 。

具体实施方式

[0016] 为使本发明的上述目的、特征和优点能够更加明显易懂,下面对本发明的具体实施方式及细节作进一步描述,但本发明不限于以下所述范围,因此本发明不受下面公开具体细节的限制。

[0017] 实施例1

[0018] 一种新型快速固化低温导电银浆,其组成及重量百分数为:银粉48%,热塑型树脂8%,热固性树脂1%,热固化剂0.5%,助剂2%,溶剂40.5%。其中片状银粉表面疏水性处理,径厚比10-40,粒径范围为0.1-4 μm ,比表面积 $1.2\text{g}/\text{m}^2$,振实密度 $2.5\text{g}/\text{cm}^3$;热塑性树脂为玻璃化温度-12℃的聚氨酯;热固性树脂为羟值100的醛酮树脂;固化剂为异氰酸酯;助剂为有机膨润土;溶剂由重量百分数为20%丁二酸二甲酯、60%戊二酸二甲酯、20%己二酸二甲酯组成。

[0019] 本发明一种新型快速固化低温导电银浆的制备方法,包括以下工艺步骤:按组成原料的质量百分比称取原料,首先热塑性树脂和热固性树脂加入溶剂溶解完全后,显微镜观察无颗粒和絮状物后加入助剂,高速分散,得到有机载体;在有机载体中加入银粉,行星式分散机分散,然后陶瓷三辊研磨机上强剪切分散至细度小于 $5\mu\text{m}$,500目钢丝网过滤即得成品。

[0020] 产品性能:固化温度150℃,固化时间2min完全固化,分辨率 $100\times 100\mu\text{m}$,固化后附着力5B,硬度>2H,印刷干膜厚度4-6 μm ,正反折10次电阻变化率60%,电阻率 $2.6\times 10^{-5}\Omega \cdot \text{cm}$ 。

[0021] 实施例2

[0022] 一种新型快速固化低温导电银浆,其组成及重量百分数为:银粉50%,热塑型树脂8%,热固性树脂1%,热固化剂0.5%,助剂2%,溶剂38.5%。其中片状银粉表面疏水性处

理,径厚比20-50,粒径范围为0.1-5μm,比表面积1.0g/m²,振实密度3.0g/cm³;热塑性树脂为玻璃化温度16℃的聚氨酯;热固性树脂为羟值150的醛酮树脂;固化剂为异氰酸酯;助剂为改性脲;溶剂由重量百分数为16%丁二酸二甲酯、48%戊二酸二甲酯、16%己二酸二甲酯、20%的异佛尔酮。

[0023] 本发明一种新型快速固化低温导电银浆的制备方法,包括以下工艺步骤:按组成原料的质量百分比称取原料,首先热塑性树脂和热固性树脂加入溶剂中溶解完全后,显微镜观察无颗粒和絮状物后加入助剂,高速分散,得到有机载体;在有机载体中加入银粉,行星式分散机分散,然后陶瓷三辊研磨机上强剪切分散至细度小于5μm,500目钢丝网过滤即得成品。

[0024] 产品性能:固化温度150℃,固化时间1min完全固化,分辨率100×100μm,固化后附着力5B,硬度>2H,印刷干膜厚度4-6μm,正反折10次电阻变化率40%,电阻率 $2.2 \times 10^{-5} \Omega \cdot \text{cm}$ 。

[0025] 实施例3

[0026] 一种新型快速固化低温导电银浆,其组成及重量百分数为:银粉50%,热塑型树脂8%,热固性树脂1%,热固化剂0.3%,助剂0.5%,溶剂40.2%。其中片状银粉表面疏水性处理,径厚比10-60,粒径范围为0.1-3.5μm,比表面积1.4g/m²,振实密度3.2g/cm³;热塑性树脂为柔韧性聚酯树脂;热固性树脂为环氧当量800-1100的环氧树脂;固化剂为2-乙基-4-甲基咪唑;助剂为气相二氧化硅;溶剂由重量百分数为16%丁二酸二甲酯、48%戊二酸二甲酯、16%己二酸二甲酯、20%的二乙二醇乙醚醋酸酯组成。

[0027] 一种新型快速固化低温导电银浆的制备方法,包括以下工艺步骤:按组成原料的质量百分比称取原料,首先热塑性树脂和热固性树脂加入溶剂溶解完全后,显微镜观察无颗粒和絮状物后加入助剂,高速分散,得到有机载体;在有机载体中加入银粉,行星式分散机分散,然后陶瓷三辊研磨机上强剪切分散至细度小于5μm,500目钢丝网过滤即得成品。

[0028] 产品性能:固化温度150℃,固化时间2min完全固化,分辨率100×100μm,固化后附着力5B,硬度>2H,印刷干膜厚度4-6μm,正反折10次电阻变化率小于240%,电阻率 $3.5 \times 10^{-5} \Omega \cdot \text{cm}$.

[0029] 实施例4

[0030] 一种新型快速固化低温导电银浆,其组成及重量百分数为:银粉50%,热塑型树脂8%,热固性树脂1%,热固化剂0.3%,助剂2%,溶剂38.7%。其中片状银粉表面疏水性处理,径厚比10-50,粒径范围为0.1-3.5μm,比表面积1.0g/m²,振实密度3.2g/cm³;热塑性树脂为聚氨酯丙烯酸树脂;热固性树脂为环氧当量1000-1200的环氧树脂;固化剂为六亚甲基四胺;助剂为有机膨润土;溶剂由重量百分数为20%丁二酸二甲酯、60%戊二酸二甲酯、20%己二酸二甲酯组成。

[0031] 一种新型快速固化低温导电银浆的制备方法,包括以下工艺步骤:按组成原料的质量百分比称取原料,首先热塑性树脂和热固性树脂加入溶剂溶解完全后,显微镜观察无颗粒和絮状物后加入助剂,高速分散,得到有机载体;在有机载体中加入银粉,行星式分散机分散,然后陶瓷三辊研磨机上强剪切分散至细度小于5μm,500目钢丝网过滤即得成品。

[0032] 产品性能:固化温度150℃,固化时间2min完全固化,分辨率100×100μm,固化后附着力5B,硬度>2H,印刷干膜厚度4-6μm,正反折10次电阻变化率小于120%,电阻率 $2.8 \times$

$10^{-5} \Omega \cdot \text{cm}$ 。

[0033] 实施例5

[0034] 一种新型快速固化低温导电银浆,其组成及重量百分数为:银粉50%,热塑型树脂8%,热固性树脂1%,热固化剂0.5%,助剂1%,溶剂39.5%。其中片状银粉表面疏水性处理,径厚比10-60,粒径范围为0.1-5.0 μm ,比表面积0.6g/m²,振实密度2.2g/cm³;热塑性树脂为丙烯酸树脂;热固性树脂为饱和聚酯树脂;固化剂为异氰酸酯;助剂为改性聚酯;溶剂由重量百分数为20%丁二酸二甲酯、60%戊二酸二甲酯、20%己二酸二甲酯组成。

[0035] 一种新型快速固化低温导电银浆的制备方法,包括以下工艺步骤:按组成原料的质量百分比称取原料,首先热塑性树脂和热固性树脂加入溶剂溶解完全后,显微镜观察无颗粒和絮状物后加入助剂,高速分散,得到有机载体;在有机载体中加入银粉,行星式分散机分散,然后陶瓷三辊研磨机上强剪切分散至细度小于5 μm ,500目钢丝网过滤即得成品。

[0036] 产品性能:固化温度150°C,固化时间1min完全固化,分辨率100×100 μm ,固化后附着力5B,硬度>2H,印刷干膜厚度4-6 μm ,正反折10次电阻变化率小于280%,电阻率3.0× $10^{-5} \Omega \cdot \text{cm}$ 。

[0037] 实施例6

[0038] 一种新型快速固化低温导电银浆,其组成及重量百分数为:银粉50%,热塑型树脂8%,热固性树脂1%,热固化剂0.5%,助剂2%,溶剂38.5%。其中片状银粉表面疏水性处理,径厚比10-60,粒径范围为0.5-3.5 μm ,比表面积1.4g/m²,振实密度2.9g/cm³;热塑性树脂为丙烯酸树脂;热固性树脂为饱和聚酯树脂;固化剂为异氰酸酯;助剂为有机膨润土;溶剂由重量百分数为20%丁二酸二甲酯、60%戊二酸二甲酯、20%己二酸二甲酯组成。

[0039] 本发明的一种新型快速固化低温导电银浆的制备方法,包括以下工艺步骤:按组成原料的质量百分比称取原料,首先热塑性树脂和热固性树脂加入溶剂溶解完全后,显微镜观察无颗粒和絮状物后加入助剂,高速分散,得到有机载体;在有机载体中加入银粉,行星式分散机分散,然后陶瓷三辊研磨机上强剪切分散至细度小于5 μm ,500目钢丝网过滤即得成品。

[0040] 产品性能:固化温度150°C,固化时间2min完全固化,分辨率100×100 μm ,固化后附着力5B,硬度>2H,印刷干膜厚度4-6 μm ,正反折10次电阻变化率小于210%,电阻率2.5× $10^{-5} \Omega \cdot \text{cm}$ 。

[0041] 以上所述实施例仅表达了本发明的几种实施方式,其描述较为具体和详细,但并不能因此而理解为对本发明专利范围的限制。应当指出的是,对于本领域的普通技术人员来说,在不脱离本发明构思的前提下,还可以做出若干变形和改进,这些都属于本发明的保护范围。因此,本发明专利的保护范围应以所附权利要求为准。