202000344

(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公開本 (11)公開編號：TW 202000344 A

(43)公開日： 中華民國 109 (2020) 年 01 月 01 日

(21)申請案號：108122839 (22)申請日： 中華民國 108 (2019) 年 06 月 28 日

(51)Int. Cl.： *B22F3/105 (2006.01)*

(30)優先權：2018/06/28 日本 2018-122789

(71)申請人：日商東邦鈦股份有限公司 (日本) TOHO TITANIUM CO., LTD. (JP)
日本

(72)發明人：西島一元 NISHIJIMA, KAZUMOTO (JP) ；小林諒太 KOBAYASHI, RYOTA (JP) ；
六角廣介 ROKKAKU, HIROSUKE (JP) ；淺井剛 ASAI, TSUYOSHI (JP)

(74)代理人：許世正

申請實體審查：有 申請專利範圍項數：9 項 圖式數：3 共 21 頁

(54)名稱

金屬粉體與其製造方法，以及燒結溫度之預測方法

(57)摘要

問題之一在於要提供包含硫之濃度或其分布受到控制之金屬粒子的金屬粉體及其製造方法。提供一種製造金屬粉體的方法。此方法包含：藉由透過氯的金屬之氯化來生成金屬氯化物的氣體，以及藉由在包含硫之氣體的存在下將係為氣體的前述金屬氯化物還原來生成金屬粒子。還原係以金屬粒子的硫之總體濃度成為 0.01 重量%以上且 1.0 重量%以下，金屬粒子在自表面起算 4 nm 之位置的硫之局部濃度成為 2 原子%以上的方式來進行。總體濃度與局部濃度係分別藉由感應耦合電漿發光分光分析裝置及掃描穿透式電子顯微鏡所具備的能量色散型 X 射線分光分析器來估計。

指定代表圖：

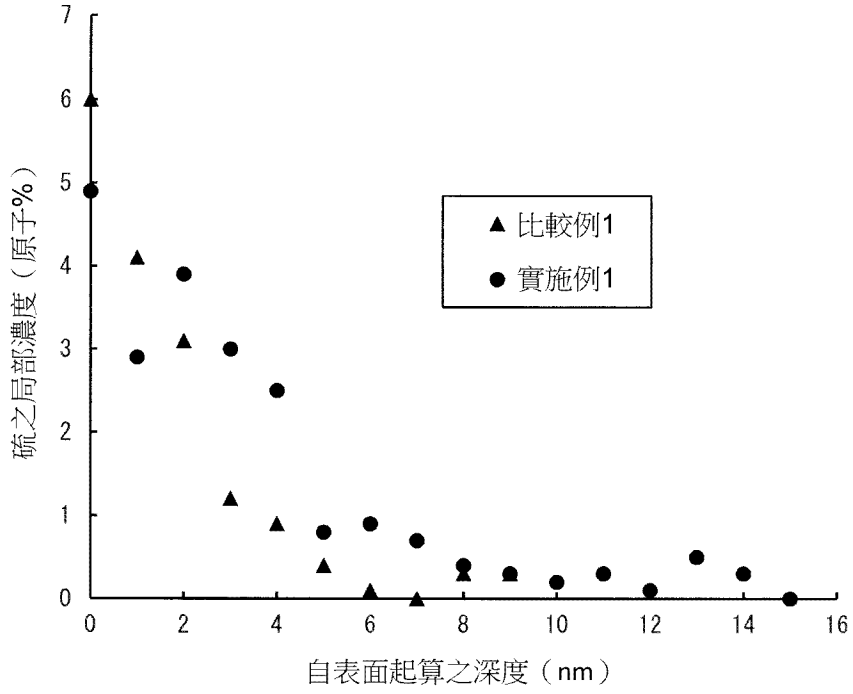


圖 2

【發明說明書】

【中文發明名稱】　金屬粉體與其製造方法，以及燒結溫度之預測方法

【技術領域】

【0001】 本發明之實施型態之一係關於金屬粉體及其製造方法。或者，本發明之實施型態之一係關於金屬粉體之品質管理方法、金屬粉體之特性推定方法或燒結溫度之預測方法。

【先前技術】

【0002】 包含微細之金屬粒子的集合體（下稱金屬粉體）已利用於各種領域，銅或鎳、銀等顯現高導電性之金屬的金屬粉體，已廣泛利用於作為例如堆疊陶瓷電容器（MLCC）之內部電極等電子部件的原始材料。MLCC 已具有包含介電質材料之陶瓷層與包含金屬之內部電極的堆疊作為基本結構。此堆疊係藉由將包含介電質材料之分散液與包含金屬粉體之分散液交互塗布之後進行加熱，將介電質材料與金屬粉體燒結而形成。舉例而言，在專利文獻 1 或 2 已揭露用以控制加熱時之金屬粉體之燒結特性的方法。

【0003】 『專利文獻』

《專利文獻 1》：日本專利公開第 H11-80816 號公報

《專利文獻 2》：日本專利公開第 2014-189820 號公報

【發明內容】

【0004】 本發明之實施型態之一，其問題之一在於要提供包含硫之濃度或其分布受到控制之金屬粒子的金屬粉體及其製造方

法。或者，本發明之實施型態之一，其問題之一在於要提供具有高燒結起始溫度的金屬粉體及其製造方法。或者，本發明之實施型態之一，其問題之一在於要提供燒結起始溫度之偏差小的金屬粉體及其製造方法。或者，本發明之實施型態之一，其問題之一在於要提供金屬粉體之品質管理方法或金屬粉體之特性推定方法，或燒結溫度之預測方法。

【0005】 本發明相關的實施型態之一係金屬粉體。此金屬粉體包含：金屬與包含硫之金屬粒子。金屬粒子中的硫之總體濃度為 0.01 重量%以上且 1.0 重量%以下，金屬粒子在自表面起算 4 nm 之位置的硫之局部濃度為 2 原子%以上。總體濃度與局部濃度係分別藉由感應耦合電漿發光分光分析裝置及掃描穿透式電子顯微鏡所具備的能量色散型 X 射線分光分析器來估計。

【0006】 本發明相關的實施型態之一係製造金屬粉體的方法。此方法包含:藉由透過氯的金屬之氯化來生成金屬氯化物的氣體，以及藉由在包含硫之氣體的存在下將係為氣體的金屬氯化物還原來生成金屬粒子。還原係以金屬粒子的硫之總體濃度成為 0.01 重量%以上且 1.0 重量%以下，金屬粒子在自表面起算 4 nm 之位置的硫之局部濃度成為 2 原子%以上的方式來進行。總體濃度與局部濃度係分別藉由感應耦合電漿發光分光分析裝置及掃描穿透式電子顯微鏡所具備的能量色散型 X 射線分光分析器來估計。

【0007】 本發明相關的實施型態之一係預測金屬粉體之燒結溫度的方法。此方法包含量測選自金屬粉體之金屬粒子在自表面

起算 4 nm 之位置的硫之局部濃度。硫之局部濃度係使用具備有能量色散型 X 射線分光分析器的掃描穿透式電子顯微鏡來量測。

【圖式簡單說明】

【0008】

〈圖 1〉：本發明之實施型態之一相關的金屬粉體製造裝置之還原爐的剖面示意圖。

〈圖 2〉：繪示實施例及比較例之金屬粉體所包含之金屬粒子的硫濃度之態勢的圖。

〈圖 3〉：繪示實施例及比較例之金屬粉體的燒結起始溫度與硫之總體濃度之關係的圖。

【實施方式】

【0009】 以下參照圖式等同時說明本發明之各實施型態。惟本發明在不脫離其要旨的範圍中可以各式各樣的態樣實施，並非受以下示例之實施型態的記載內容限定解釋者。

【0010】 為使說明更為明確，圖式相較於實際態樣，其關於各部分之幅寬、厚度、形狀等雖有示意表示的情形，但終究為一例，並非限定本揭露之解釋者。在本說明書與各圖中，對於具備與有關於已出現之圖而已說明者同樣功能的要件，有時會標註相同符號，省略重複的說明。

【0011】 〈第 1 實施型態〉

【0012】 在本實施型態，說明係為本發明相關的實施型態之一之金屬粉體的結構與特性。

【0013】 1. 結構

【0014】 金屬粉體係多個金屬粒子的集合體，金屬粒子包含金屬與硫。金屬係選自鎳、銅、銀等，典型上係鎳。金屬粉體之數量平均粒徑可為 50 nm 以上且 400 nm 以下、100 nm 以上且 300 nm 以下，或 100 nm 以上且 250 nm 以下。換言之，選自金屬粉體之多個（例如 600 個）金屬粒子之粒徑的平均值，得落在上述範圍作為金屬粉體之數量平均粒徑。作為上述數量平均粒徑，舉例而言，可透過掃描式電子顯微鏡觀察金屬粉體所包含之金屬粒子，量測多個粒子（例如 600 個）的粒徑，採用其平均值。粒徑係內切粒子之最小圓的直徑。

【0015】 金屬粉體含有硫。具體而言，金屬粉體的硫之總體濃度為 0.01 重量%以上且 1.0 重量%以下，或較 0.01 重量%還高且 0.6 重量%以下，或 0.15 重量%以上且 0.6 重量%以下，或 0.16 重量%以上且 0.6 重量%以下。換言之，選自金屬粉體之多個（例如相當於 0.5 g 的個數）金屬粒子的硫之總體濃度的平均值，落在於上已述之範圍。於此所謂硫之總體濃度，係於金屬粒子之重量中硫之重量所佔的比例。選自金屬粉體之一個金屬粒子的硫之總體濃度，或多個金屬粒子的硫之總體濃度的平均，係算出作為金屬粉體之總體濃度。

【0016】 硫之總體濃度，可藉由感應耦合電漿發光分光來量測。舉例而言，使用 SII NanoTechnology 股份有限公司製之感應耦合電漿發光分光分析裝置（SPS 3100）量測即可。若要示例具

體的量測方法，首先以酸使金屬粉體溶解之後，在量測波長182.036 nm進行ICP發光分光分析，藉此可獲得硫之總體濃度。

【0017】 金屬粒子不僅於表面附近，於自表面朝向粒子內側相對遠離的內部亦含有硫。具體而言，硫之濃度雖自金屬粒子之表面隨著接近內部而減少，但在自表面起算 4 nm 之位置的硫之濃度（以下將金屬粒子在特定位置的硫之濃度稱作局部濃度）為2原子%以上。此外，在自該表面起算4 nm之位置的硫之濃度可為4原子%以下。選自金屬粉體之多個（例如10個）金屬粒子在上述位置的硫之局部濃度的平均值，落在於上已述之範圍。

【0018】 並且，具有在金屬粒子之表面的硫之局部濃度的二分之一之局部濃度的位置（以下稱減半深度），得存在於自表面起算2 nm以上且4 nm以下的範圍。亦即，選自金屬粉體之多個（例如10個）金屬粒子之減半深度的平均值，得落在於上已述之範圍。

【0019】 於上已述的硫之局部濃度，可藉由例如掃描穿透式電子顯微鏡所具備的能量色散型X射線分光分析器（STEM-EDS: Scanning Transmission Electron Microscope-Energy Dispersive X-ray Spectroscope）來估計。若要示例具體的量測方法，首先將金屬粉體分散於樹脂，將樹脂固化。之後，使用截面拋光機（CP）使剖面露出，使用聚焦離子束（FIB）製作藉由平面取樣的薄膜試樣。試樣的厚度做成100 nm左右，藉此金屬粒子可成形為具有此厚度之薄膜。之後，對於所獲得之薄膜在穿過金屬粒子之中央的

直線上進行 EDS 量測，藉此可獲得局部濃度。作為 EDS 量測的條件，可選擇例如加速電壓 200 kV、探針徑 1 nm、間距幅寬 3 nm、每一點之量測時間 15 秒鐘的條件。

【0020】 2. 特性

【0021】 包含金屬粒子的金屬粉體，由於具有高的硫之總體濃度一事，以及金屬粒子在表層部的硫之廣泛分布，而具有高燒結起始溫度，於例如 600℃以上的範圍顯現燒結起始溫度。此外，燒結起始溫度亦可為 700℃以下。依據以上之特性，量測金屬粒子之表層部的硫之局部濃度，在局部濃度滿足於上已述之條件的情況下，係為此金屬粒子之集合體的金屬粉體能夠判斷為具有高燒結起始溫度。因此，藉由本實施型態，可提供用以預估金屬粉體之特性的有效方法。

【0022】 如實施例所示，硫之廣泛分布與高的總體濃度，與金屬粉體之高燒結起始溫度相關之情事受到默示。此外，倘若在硫之總體濃度為相同的情況下，於硫分布廣泛（在表層直至深處存在有硫）與改善燒結起始溫度的觀點上為有利。若利用此事，則能夠藉由量測硫在表層之分布或總體濃度，來推定或估計金屬粉體的燒結起始溫度。舉例而言，藉由 STEM-EDS 分析任意選自金屬粉體的金屬粒子，於滿足金屬粒子在自表面起算 4 nm 之位置的硫之局部濃度為 2 原子%以上之條件的情況下，能夠推定包含此金屬粒子的金屬粉體之燒結溫度為 600℃以上。換言之，藉由本實施型態，即使不進行金屬粉體之燒結，仍可透過量測表面層

之硫濃度來推定金屬粉體之燒結行為，而可提供用以管理金屬粉體之品質的有效方法。

【0023】 如上所述，在例如使用金屬粉體作為 MLCC 之內部電極用之原始材料的情況下，將包含介電質之分散液與包含金屬粉體之分散液交互塗布之後進行燒製。於包含介電質之分散液，包含有 Ba 或 Ti 系之氧化物粉末或作為黏結劑發揮功能的高分子材料、溶媒、分散劑等，於包含金屬粉體之分散液，亦不僅金屬粉體還包含有黏結劑或溶媒、分散劑等。燒製時，此等黏結劑或溶媒、分散劑會蒸發或分解，同時氧化物粉末或金屬粉體會燒結而分別給予介電質膜與內部電極。通常介電質之燒結起始溫度較金屬粉體之燒結起始溫度還高，故燒製時金屬粉體之燒結會先開始。其結果，燒製時於介電質與內部電極間會產生間隙，有時會由於此間隙而在內部電極與介電質膜間發生剝離，此事招致 MLCC 之特性或良率的下降。

【0024】 相對於此，本實施型態相關的金屬粉體顯現高燒結起始溫度，故燒結會在更為接近氧化物粉末等之燒結起始溫度的溫度下開始。其結果，在燒製時於內部電極與介電質之間可確保高密合性，可抑制剝離。是故，金屬粉體能夠利用作為具有優異特性之用以提供各種電子部件的原料。

【0025】 如以上所述，藉由本實施型態，即使不進行燒結仍可推定金屬粉體之燒結行為，故能夠提供用以製造具有高可靠性之金屬粉體作為 MLCC 之電極用材料的品質管理方法。

【0026】 〈第 2 實施型態〉

【0027】 在本實施型態，說明金屬粉體之製造方法之一例。

【0028】 金屬粉體係利用氣相法來製造。亦即，藉由在含硫氣體的存在下將「將金屬氯化而獲得之金屬氯化物（以下亦簡記為氯化物）的蒸氣」或「將金屬氯化物加熱而獲得的蒸氣」還原來製造。惟因可獲得高純度之氯化物蒸氣且可將氯化物蒸氣的供給量穩定化，故以藉由金屬之氯化來生成氯化物之蒸氣為較佳。用以將金屬氯化之裝置（氯化爐）利用眾所周知者即可，故勉予省略說明。

【0029】 係為用以將氯化物還原之裝置的還原裝置 110 之剖面示意圖繪示於圖 1。還原裝置 110 具有在將氯化物還原而生成金屬粉體的同時將硫導進金屬粒子的功能。還原裝置 110 具備還原爐 112、用以將還原爐 112 加熱的加熱器 114，作為基本的構造。於還原爐 112 連結有第 1 輸送管 116，可中介之而對還原爐 112 導入金屬氯化物的氣體。於還原爐 112 更設置有用以供給係為還原性氣體之氫氣或肼、氨、甲烷等的第 1 氣體導入管 118。於第 1 氣體導入管 118 接續有未圖示的還原氣體供給源。閥 120 裝設於第 1 氣體導入管 118，藉此可控制還原氣體的供給量。

【0030】 於第 1 輸送管 116 設置有用以供給含硫氣體的第 2 氣體導入管 122。於第 2 氣體導入管 122 中介閥 124 而接續有未圖示的含硫氣體供給源，可藉由閥 124 調整其供給量。藉由此構造，可使還原性氣體接觸於氯化物之氣體與含硫氣體的混合氣體。

第 1 氣體導入管 118、第 2 氣體導入管 122 亦可更與惰性氣體（inert gas）供給源接續，藉此可將作為載體氣體之惰性氣體混合而將還原性氣體或含硫氣體供給至還原爐 112。藉由此構造，氯化物之氣體與含硫氣體的混合氣體可供給至還原爐 112。雖未圖示，但亦可使第 2 氣體導入管 122 接續於還原爐 112，將氯化物之氣體與含硫氣體個別供給至還原爐 112，而非與第 1 輸送管 116 接續。

【0031】 在利用加熱器 114 加熱之還原爐 112 內，氯化物會透過還原性氣體還原，藉此生成金屬粒子，同時對金屬粒子導入源自含硫氣體的硫。此外，氯化物氣體以將在圖示省略之氯化爐生成者導入而非經單獨分離者為佳。藉由建構此種型態，可連續進行氯化與還原，而能有效率製造金屬粉體。

【0032】 於還原爐 112 更具備有用以對還原爐 112 供給冷卻氣體的第 3 氣體導入管 126。第 3 氣體導入管 126 以設置於遠離第 1 輸送管 116 的位置為佳。舉例而言，在將第 1 輸送管 116 設置於還原爐 112 之上部的情況下，第 3 氣體導入管 126 設置於還原爐 112 之下部。作為冷卻氣體，可使用氮氣或氬氣等惰性氣體，此等氣體之供給源（未圖示）接續於第 3 氣體導入管 126。冷卻氣體的流量可藉由閥 128 控制。藉由供給冷卻氣體，可控制在還原爐 112 形成之金屬粒子的成長。金屬粉體係藉由冷卻氣體通過第 2 輸送管 130 往分離裝置或回收裝置輸送，並單獨分離、純化。

【0033】 進行還原時，藉由加熱器 114 將還原爐 112 加熱，

中介第 1 輸送管 116 與第 2 氣體導入管 122 將金屬氯化物之氣體與含硫氣體導進還原爐 112，同時通過第 1 氣體導入管 118 將還原性氣體供給至還原爐 112 內。還原爐 112 之加熱溫度以較金屬之熔點還低為佳，例如選自 800℃至 1100℃的範圍。藉此，可將在還原爐 112 生成之金屬做成固體狀的金屬粒子並取出。供給至還原爐 112 之還原性氣體的量，係使用閥 120 調整成在化學計量上與所供給之金屬氯化物等量或略為過剩。

【0034】 作為含硫氣體，係包含選自硫化氫、二氧化硫或鹵化硫之成分的氣體。作為鹵化硫，可列舉：S_nCl_2（n 為 2 以上之整數）、SF_6、SF_5Cl、SF_5Br 等。其中，以處理容易的二氧化硫為佳。含硫氣體的流量，係使用閥 124 調整成相對於供給至還原爐 112 之每單位時間自氯化物生成之金屬粉體為 0.01 重量%以上且 1.0 重量%以下。

【0035】 藉由採用於上已述之方法，可將硫之總體濃度與局部濃度控制於在第 1 實施型態已述的範圍內，可製造不僅於表面附近，於遠離表面之內部亦以高濃度含有硫的金屬粒子，以及包含金屬粒子的金屬粉體。

【0036】 『實施例』

【0037】 1. 實施例 1

【0038】 在本實施例，揭示應用於第 2 實施型態已述的製造方法製造金屬粉體之例。

【0039】 在氯化爐中，使鎳與氯氣反應以使氯化鎳氣體生成，

將還原爐 112 加熱至 1100℃，自接續於氯化爐的第 1 輸送管 116 將氯化鎳氣體、係為含硫氣體的二氧化硫氣體及氮氣的混合氣體以 2.8 m／秒鐘（1100℃換算）的流速導進還原爐 112。同時自第 1 氣體導入管 118 將氫氣以 2.2 m／秒鐘（1100℃換算）的流速導進還原爐 112。作為冷卻氣體，使用氮氣並自第 3 氣體導入管 126 供給。所獲得之鎳粉體（數量平均粒徑 190 nm）係使用未圖示之生成裝置等來純化。所獲得之鎳粉體的硫之總體濃度為 0.15 重量%。

【0040】 作為相對於此實施例 1 的比較例 1，使用對於在不存在含硫氣體的情況下進行氯化鎳之還原而獲得之鎳粉體進行硫處理而製作的鎳粉體，量測其硫濃度。比較例 1 之鎳粉體，係藉由在上述實施例中未將含硫氣體導進還原爐 112 即製作鎳粉體並於之後進行以下之後處理來製作。

【0041】 亦即，對於將在不存在含硫氣體的情況下製作之鎳粉體（數量平均粒徑 190 nm）純化的過程中獲得之漿液，以硫含有率相對於鎳粉體成為 0.15 重量%的方式加入硫脲水溶液，攪拌 30 分鐘。之後，利用氣流乾燥機將漿液乾燥，藉此獲得比較例 1 的鎳粉體。

【0042】 對於實施例 1 與比較例 1 的鎳粉體，使用 STEM-EDS 自表面沿深度方向量測硫之局部濃度。量測係使用具備能量色散型 X 射線分光分析器（日本電子股份有限公司製之 JED-2300T）的掃描穿透式電子顯微鏡（日本電子股份有限公司製之 JEM-

2100F）來進行。所獲得之結果揭示於表 1 與圖 2。

【0043】 『表 1』

表 1　鎳粉體的硫之局部濃度

	硫之局部濃度（原子%）		
	2 nm	4 nm	6 nm
實施例 1	3.9	2.5	0.9
比較例 1	3.1	0.9	0.1

【0044】 如表 1 與圖 2 所示，可知於比較例 1 的鎳粉體，其在表面的硫之局部濃度雖較實施例 1 的鎳粉體還高，但會隨著自表面起算的深度增大——亦即隨著更接近內部——而急劇減少。相對於此，實施例 1 的鎳粉體可確認到，其在表面的硫之局部濃度雖低，但沿深度方向之減少率小，硫亦分布於鎳粉體內部。在此實施例 1，其減半深度為 3.2 nm。

【0045】 由此等結果，可知藉由使用本發明之實施型態相關的製造方法，可獲得硫分布至更深之位置的金屬粉體。

【0046】 2. 實施例 2

【0047】 在本實施例 2，針對硫之總體濃度對於燒結起始溫度造成的影響進行研究。應用與實施例 1 相同的方法，使含硫氣體的流量自 1.7 m／秒鐘變化至 2.2 m／秒鐘（1100℃換算），製作具有各種的硫之總體濃度的鎳粉體。同樣地，使用與於實施例 1 已述之比較例 1 相同的方法，使硫脲水溶液的濃度或添加量變化，

製作具有各種的硫之總體濃度的鎳粉體作為比較例 2。硫之總體濃度的量測，係以與實施例 1 相同的方法進行。

【0048】 燒結起始溫度的量測，係藉由具備加熱台（Gatan 公司製，Murano 525 heating stage）的掃描式電子顯微鏡（Hitachi High-Technologies Corporation 製之 SU-5000）來進行。若要示例具體的方法，首先將金屬粉體成形為 ø5 mm×1 mm 的顆粒，接合於加熱台，導進掃描式電子顯微鏡。將加熱台自室溫階段性升溫至 800℃，同時以掃描式電子顯微鏡進行觀察。伴隨著升溫，金屬粒子開始燒結，但將視野內之鎳粉體之半數以上燒結時的溫度定為燒結起始溫度。結果揭示於圖 3。

【0049】 在比較例 2，可知隨著硫之總體濃度增大，燒結起始溫度上升。然而，亦如於實施例 1 所述，在比較例 2 之金屬粉體，因硫未以高濃度分布至金屬粒子之內部，故硫之總體濃度存有上限。恐由於此事，而硫之總體濃度為最大約 0.2 重量%，燒結起始溫度停留在 500℃至 600℃左右。

【0050】 相對於此，可知實施例 2 的鎳粉體比起比較例 2，燒結起始溫度較高。並且，在實施例 2，硫分布至鎳粒子之內部，故若與比較例 2 的鎳粉體相比，則較可實現高的硫之總體濃度。例如在本實施例 2，可獲得硫之總體濃度超過 0.2 重量%的，甚或具有 0.3 重量%以上的硫之總體濃度的金屬粉體。由於此事，實施例 2 的鎳粉體之燒結起始溫度可達成超過 600℃，亦達到約 700℃。並且，可知在硫之總體濃度為相同的情況下，藉由應用本實施型

態之製造方法，可製作更高燒結起始溫度的鎳粉體。

【0051】 此處應注意之點，係在實施例 2 中若硫之總體濃度成為 0.15 重量%以上則燒結起始溫度為 600℃以上，甚或可以高概率實現超過 600℃這點。是故，藉由將金屬粉體中的硫之總體濃度做成 0.15 重量%以上，即使硫之總體濃度顯著變化，對於燒結起始溫度亦不會表現出影響，可有效抑制燒結起始溫度的變動。換言之，藉由本實施型態之製造方法，能夠提供燒結起始溫度之偏差小的金屬粉體。

【0052】 依據本發明之實施型態，本發明所屬技術領域中具有通常知識者進行適當構成要件的追加、刪除或設計變更者，或者進行工序的追加、省略或條件變更者，只要具備本發明之要旨，亦即為本發明之範圍所包含。

【0053】 即使係與藉由於上已述之各實施型態之態樣所帶來之作用效果相異的其他作用效果，對於由本說明書之記載可明瞭者，或在本發明所屬技術領域中具有通常知識者中得輕易預測者，自當理解為藉由本發明所促成者。

【符號說明】

【0054】

110　還原裝置

112　還原爐

114　加熱器

116　第 1 輸送管

118 第 1 氣體導入管

120 閥

122 第 2 氣體導入管

124 閥

126 第 3 氣體導入管

128 閥

130 第 2 輸送管

【發明摘要】

【中文發明名稱】　金屬粉體與其製造方法，以及燒結溫度之預測方法

【中文】

問題之一在於要提供包含硫之濃度或其分布受到控制之金屬粒子的金屬粉體及其製造方法。提供一種製造金屬粉體的方法。此方法包含：藉由透過氯的金屬之氯化來生成金屬氯化物的氣體，以及藉由在包含硫之氣體的存在下將係為氣體的前述金屬氯化物還原來生成金屬粒子。還原係以金屬粒子的硫之總體濃度成為0.01重量%以上且1.0重量%以下，金屬粒子在自表面起算4 nm之位置的硫之局部濃度成為2原子%以上的方式來進行。總體濃度與局部濃度係分別藉由感應耦合電漿發光分光分析裝置及掃描穿透式電子顯微鏡所具備的能量色散型X射線分光分析器來估計。

【指定代表圖】　圖2。

【代表圖之符號簡單說明】

無。

【特徵化學式】

無。

【發明申請專利範圍】

【第1項】 一種金屬粉體，其包含：

含有金屬及總體濃度為 0.01 重量%以上且 1.0 重量%以下之硫的金屬粒子；其中

前述金屬粒子在自表面起算 4 nm 之位置的硫之局部濃度為 2 原子%以上；

前述總體濃度與前述局部濃度係分別藉由感應耦合電漿發光分光分析裝置及掃描穿透式電子顯微鏡所具備的能量色散型X射線分光分析器來估計。

【第2項】 如請求項 1 所述之金屬粉體，其數量平均粒徑為 50 nm 以上且 400 nm 以下。

【第3項】 如請求項 1 所述之金屬粉體，其中前述金屬粉體之燒結起始溫度為 600℃ 以上。

【第4項】 如請求項 1 所述之金屬粉體，其中前述金屬係鎳、銅或銀。

【第5項】 一種製造金屬粉體的方法，其包含：

藉由透過氯的金屬之氯化來生成金屬氯化物的氣體；以及

藉由在包含硫之氣體的存在下將係為氣體的前述金屬氯化物還原來生成金屬粒子；其中

前述還原係以前述金屬粒子的硫之總體濃度成為 0.01 重量%以上且 1.0 重量%以下，前述金屬粒子在自表面起算 4 nm 之位置的硫之局部濃度成為 2 原子%以上的方式來進行；

前述總體濃度與前述局部濃度係分別藉由感應耦合電漿發光分光分析裝置及掃描穿透式電子顯微鏡所具備的能量色散型X射線分光分析器來估計。

【第6項】如請求項5所述之方法，其中前述還原係在不單獨分離前述金屬氯化物的情況下進行。

【第7項】如請求項5所述之方法，其中前述包含硫之氣體係包含二氧化硫之氣體。

【第8項】一種金屬粉體之燒結溫度之預測方法，其包含：

量測選自金屬粉體之金屬粒子在自表面起算4 nm之位置的硫之局部濃度，其中

前述硫之局部濃度係使用具備有能量色散型X射線分光分析器的掃描穿透式電子顯微鏡來量測。

【第9項】如請求項8所述之預測方法，其更包含：

量測前述金屬粉體的硫之總體濃度，其中

前述硫之總體濃度係使用具備有前述能量色散型X射線分光分析器的前述掃描穿透式電子顯微鏡來量測。

【發明圖式】

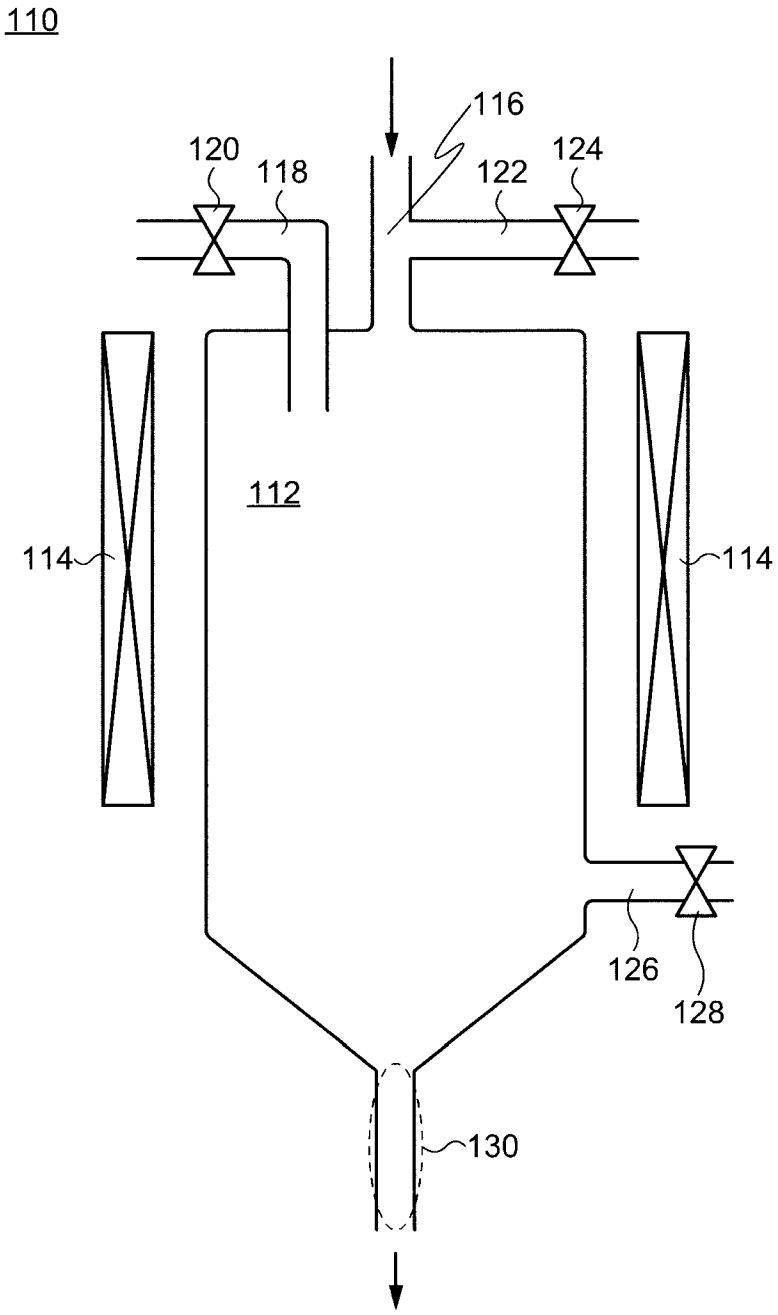


圖 1

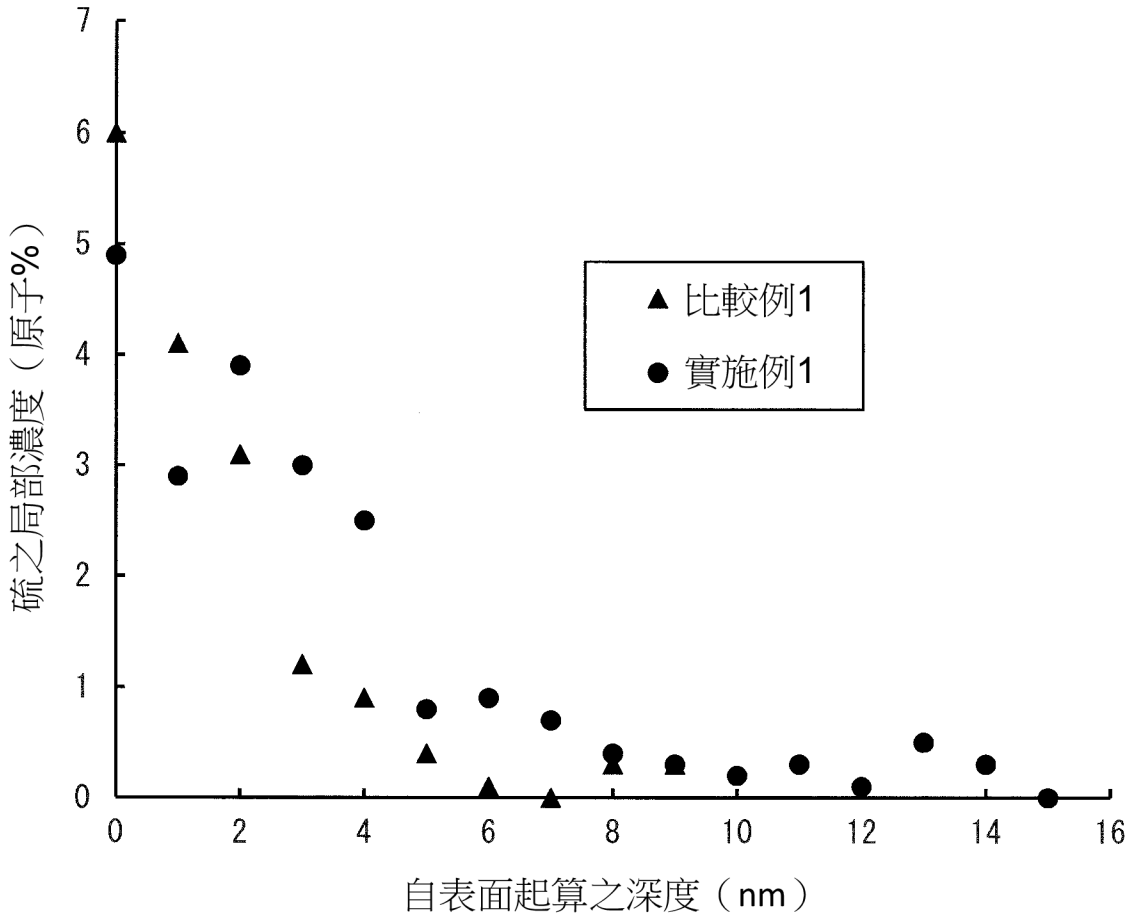


圖 2

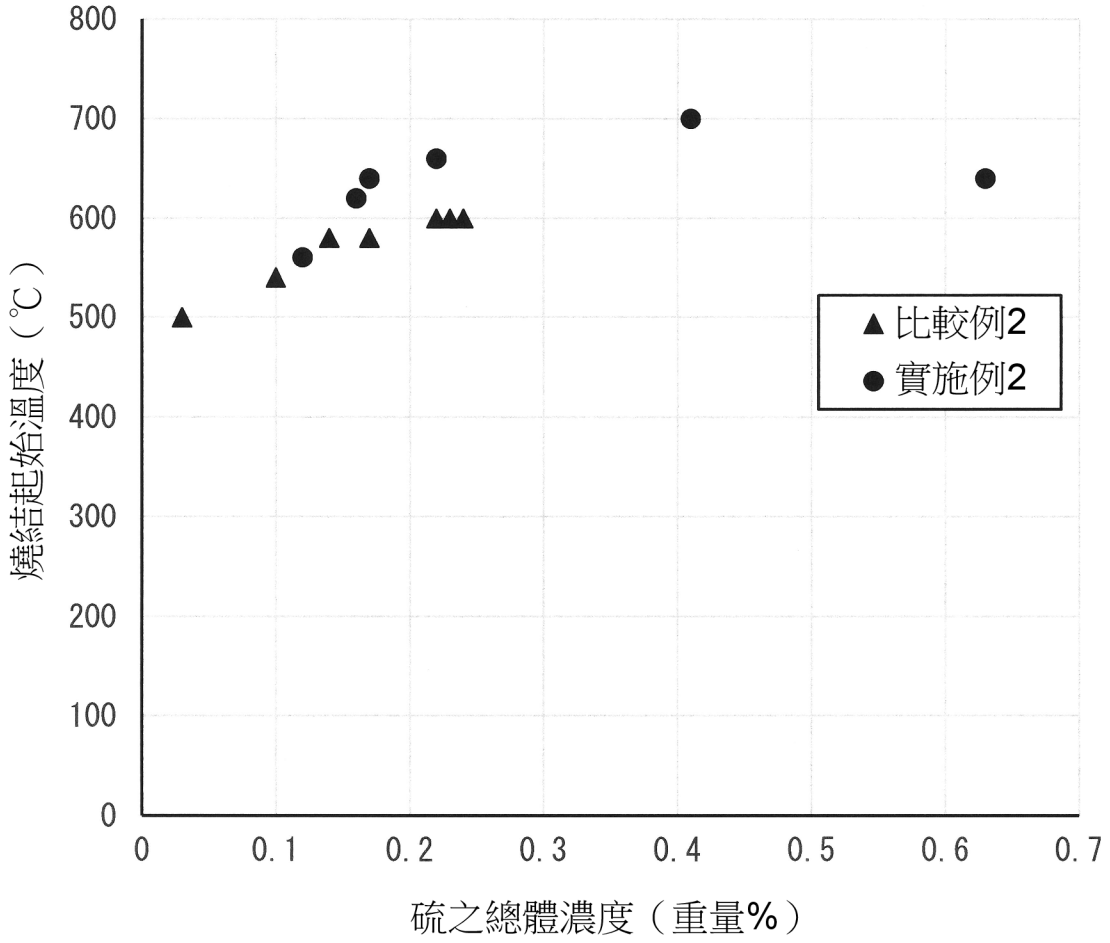

800
700
600
500
400
300
200
100
0
燒結起始溫度（℃）
0
0.1
0.2
0.3
0.4
0.5
0.6
0.7
硫之總體濃度（重量%）
▲比較例2
●實施例2

圖 3