



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 119300931 A

(43) 申请公布日 2025. 01. 10

(21) 申请号 202380029481.6

(22) 申请日 2023.03.23

(30) 优先权数据

2022-059713 2022.03.31 JP

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

2024.09.23

(86) PCT国际申请的申请数据

PCT/JP2023/011397 2023.03.23

(87) PCT国际申请的公布数据

W02023/189993 JA 2023.10.05

(71) 申请人 日清工程株式会社

地址 日本国东京都中央区日本桥小网町14
番1号

(72) 发明人 末安志织 渡边周

(74) 专利代理机构 北京北新智诚知识产权代理
有限公司 11100

专利代理师 刘秀青

(51) Int.Cl.

B22F 1/05 (2022.01)

B22F 1/102 (2022.01)

B22F 9/12 (2006.01)

B22F 9/14 (2006.01)

H01B 5/00 (2006.01)

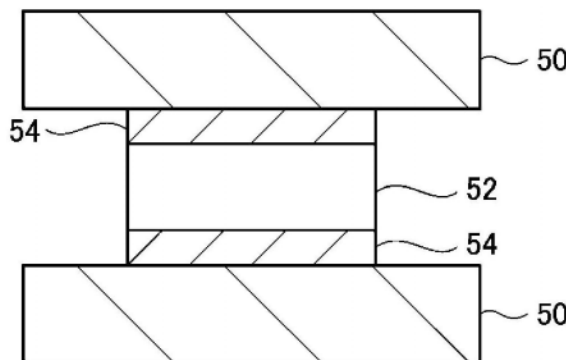
权利要求书1页 说明书16页 附图3页

(54) 发明名称

银微粒子

(57) 摘要

本发明提供一种体积收缩大且导电性高的银微粒子。银微粒子通过BET法测定的粒径为0.1 μm以上1 μm以下,以颗粒状态在氮气环境中于温度100°C烧成1小时后的体积电阻值为15 μΩ·cm以下,且体积收缩率为5%以上。



1. 一种银微粒子,其特征在于,其通过BET法测定的粒径为 $0.1\mu\text{m}$ 以上 $1\mu\text{m}$ 以下,以颗粒状态在氮气环境中于温度 100°C 烧成1小时后的体积电阻值为 $15\mu\Omega \cdot \text{cm}$ 以下,且体积收缩率为5%以上。

2. 一种银微粒子,其特征在于,其通过BET法测定的粒径为 $0.1\mu\text{m}$ 以上 $1\mu\text{m}$ 以下,以颗粒状态在氮气环境中于温度 150°C 烧成1小时后的体积电阻值为 $10\mu\Omega \cdot \text{cm}$ 以下,且体积收缩率为10%以上。

3. 一种银微粒子,其特征在于,其通过BET法测定的粒径为 $0.1\mu\text{m}$ 以上 $1\mu\text{m}$ 以下,以颗粒状态在大气中于温度 150°C 烧成1小时后的体积电阻值为 $10\mu\Omega \cdot \text{cm}$ 以下,且体积收缩率为5%以上。

4. 如权利要求1至3中任一项所述的银微粒子,其特征在于,其表面经脂肪族胺包覆。

5. 如权利要求4所述的银微粒子,其特征在于,所述脂肪族胺的碳数为10~18。

银微粒子

技术领域

[0001] 本发明涉及用于半导体元件、高频装置、发光二极管或半导体激光等与基板等的接合等的银微粒子。

背景技术

[0002] 现在,正在开发使用碳化硅(SiC)、氮化镓(GaN)、氧化镓或金刚石等的宽能带隙半导体的功率半导体元件。功率半导体元件相较于使用Si或GaAs的半导体元件,导通电阻较低,可高速切换,也可以小型化。而且功率半导体元件耐热性较高即使在250~300℃的高温仍可动作。

[0003] 半导体元件与基板等的接合中现有技术利用焊料。然而,功率半导体元件的动作温度相较于过去的使用Si或GaAs的半导体元件较高,使用焊料的接合下,必须在焊料不熔解的温度使用。在接合中使用焊料时,功率半导体元件在使用上受到制约。如此,针对接合材料也要求在较高温度可使用。

[0004] 作为焊料以外的接合材料,在专利文献1记载了一种热导性糊料,其包含低温烧结性银微粒子及热硬化型粘合剂,其中热硬化粘合剂由(B1)选自邻苯二甲酸二缩水甘油酯、四氢邻苯二甲酸二缩水甘油酯、六氢邻苯二甲酸二缩水甘油酯及该等的C1~C4烷取代体所成的群中的至少1种环氧树脂,及(B2)选自由阳离子聚合起始剂、胺类硬化剂及酸酐硬化剂所成的群中的至少1种硬化剂所构成,且相对于银微粒子100质量份,热硬化型粘合剂为2~7质量份。

[0005] 现有技术文献

[0006] 专利文献

[0007] 专利文献1:日本专利第6343041号公报

发明内容

[0008] 发明要解决的技术问题

[0009] 如专利文献1的含有热硬化型粘合剂的情况,体积收缩率较小。

[0010] 现在,不仅是将单一半导体元件接合于基板,也有将尺寸不同的复数半导体元件同时接合于1个基板。将尺寸不同的复数半导体元件接合的情况,厚度较低的半导体元件与厚度较高的半导体元件至基板的距离不同,在如上所述的专利文献1使用体积收缩率较小的接合材料的情况下,无法将基板对复数半导体元件均一接合,且无法维持充分的接合状态。在将至基板的距离不同的复数半导体元件接合的情况下,必须根据半导体元件至基板的距离调整接合材料的体积收缩,仅以体积收缩较小的接合材料无法维持基板与复数半导体元件的充分接合状态。作为该等接合材料,必须为体积收缩较大的材料。另外,作为接合材料优选为导电性也优异。

[0011] 本发明的目的在于提供体积收缩大且导电性高的银微粒子。

[0012] 用于解决技术问题的手段

[0013] 为了达成上述的目的,本发明的一种方式提供一种银微粒子,其通过BET法测定的粒径为 $0.1\mu\text{m}$ 以上 $1\mu\text{m}$ 以下,以颗粒(Pellet)状态在氮气环境中于温度 100°C 烧成1小时后的体积电阻值为 $15\mu\Omega \cdot \text{cm}$ 以下,且体积收缩率为5%以上。

[0014] 本发明提供一种银微粒子,其通过BET法测定的粒径为 $0.1\mu\text{m}$ 以上 $1\mu\text{m}$ 以下,以颗粒状态在氮气环境中于温度 150°C 烧成1小时后的体积电阻值为 $10\mu\Omega \cdot \text{cm}$ 以下,且体积收缩率为10%以上。

[0015] 本发明提供一种银微粒子,其通过BET法测定的粒径为 $0.1\mu\text{m}$ 以上 $1\mu\text{m}$ 以下,以颗粒状态在大气中于温度 150°C 烧成1小时后的体积电阻值为 $10\mu\Omega \cdot \text{cm}$ 以下,且体积收缩率为5%以上。

[0016] 优选地,表面经脂肪族胺包覆。

[0017] 优选地,脂肪族胺的碳数为10~18。

[0018] 发明的效果

[0019] 根据本发明,可提供体积收率大,且导电性较高的银微粒子。

附图说明

[0020] 图1为显示本发明的银微粒子的利用形态的一例的示意图。

[0021] 图2为显示本发明的银微粒子的利用形态的其他一例的示意图。

[0022] 图3为显示本发明的银微粒子的制造装置的一例的示意图。

[0023] 图4为显示本发明的实施例1的银微粒子的SEM像的示意图。

[0024] 图5为显示本发明的实施例2的银微粒子的SEM像的示意图。

[0025] 附图标记

[0026] 10银微粒子的制造装置(制造装置) 12等离子体炬 12a石英管

[0027] 12b高频振荡用线圈 12c等离子体气体供给口 14材料供给装置 14a供给管

[0028] 15 1次微粒子 16腔室 16a内侧壁 16b侧面 18 2次微粒子 19旋风器

[0029] 19a入口管 19b外筒 19c圆锥台部 19d粗大粒子回收腔室 19e内管

[0030] 20回收部 20a 回收室 20b过滤器 21a、21b连接管 22等离子体气体供给部

[0031] 22a配管 24 热等离子体焰 28 气体供给部 28a 阀 28b 第1气体供给管

[0032] 28c 第2气体供给管 29 真空泵 30 银微粒子 40 供给部 41 阀 41a第1供给管

41b 第2供给管 41c第3供给管 50基板 52功率半导体元件 53半导体元件

[0033] 54接合部 St表面处理剂

具体实施方式

[0034] 以下,基于附图所示的适宜实施形态详细说明本发明的银微粒子。

[0035] 另外,以下说明的图是为了说明本发明的例示,本发明并非限定于以下所示的图。

[0036] 以下,针对银微粒子进行说明。

[0037] [银微粒子的第1例]

[0038] 银微粒子通过BET法测定的粒径为 $0.1\mu\text{m}$ 以上 $1\mu\text{m}$ 以下,以颗粒状态在氮气环境中于温度 100°C 烧成1小时后的体积电阻值为 $15\mu\Omega \cdot \text{cm}$ 以下,且体积收缩率为5%以上。

[0039] 并且,本发明中,所谓氮气环境是指总是流通纯度99.99(氮气99.99体积%)的氮

气的状态的环境,且可谓氧浓度为100体积ppm以下的环境。因此,氮气环境中,可将氧浓度设为100体积ppm以下,也可以是在氮气中混合该气体或其分解物不与银反应的气体,例如稀有气体类等。氧浓度可使用例如饭岛电子工业株式会社制低浓度氧分析计PS-820-L测定。

[0040] 另外,由于分散时的操作性及以颗粒状态在氮气环境中于温度100℃烧成1小时后的体积收缩率变小,因此银微粒子的粒径优选为100~400nm,更优选为300nm~400nm。

[0041] 作为体积电阻值,为 $15\mu\Omega \cdot \text{cm}$ 以下,优选为 $10\mu\Omega \cdot \text{cm}$ 以下,更优选为 $8\mu\Omega \cdot \text{cm}$ 以下。另外,体积电阻值的下限值为 $1.47\mu\Omega \cdot \text{cm}$ 。

[0042] 另外,作为体积收缩率,为5%以上,优选为6%以上。

[0043] 另外,体积收缩率的上限值为40%。

[0044] 所谓银微粒子的通过BET法测定的粒径,是使用BET法测定的平均粒径。BET法为假定粒子为球形并根据比表面积算出。

[0045] 银微粒子并非分散于溶剂内等的状态,而是无溶剂等以银微粒子单独存在。因此,在利用银微粒子的情况下,仅以银微粒子即可获得烧成体。

[0046] 另外,在将银微粒子与溶剂组合使用的情况下,银微粒子与溶剂的组合也没有特别限定,溶剂的选择自由度高。

[0047] 针对烧成,将银微粒子成形为圆筒状的颗粒,并将颗粒设置于电炉内在氮气环境中以温度100℃烧成1小时。

[0048] 颗粒是将银微粒子使用压制机以压力127MPa保持10秒钟而制作。

[0049] 体积电阻值是使用颗粒以四端子法测定所得的值。例如,测定装置使用三菱化学株式会社制LorestaEP (MCP-T360)。通过于烧成前后测定颗粒的体积电阻值,可测定烧成后的体积电阻值变化。

[0050] 体积收缩率是将银微粒子使用如上所述的压制机,以压力127MPa保持10秒钟而制作圆筒状的颗粒,以测径器测定圆筒状的颗粒的厚度及直径,并由烧成前后的颗粒的体积算出的值。体积收缩率通过下述式获得。另外,颗粒的烧成使用电炉。

[0051] 体积收缩率(%) = $100 - ((\text{烧成后的体积} / \text{烧成前的体积}) \times 100)$

[0052] 银微粒子通过BET法测定的粒径为 $0.1\mu\text{m}$ 以上 $1\mu\text{m}$ 以下,以颗粒的状态在氮气环境中以温度100℃烧成1小时后的体积电阻值为 $15\mu\Omega \cdot \text{cm}$ 以下,且体积收缩率为5%以上,藉此体积收缩大,且导电性高。另外,银微粒子相较于焊料等熔点较高,耐热性也优异。因此,在接合材料使用银微粒子的情况下,可满足耐热性,同时导电性优异。

[0053] [银微粒子的第2例]

[0054] 银微粒子通过BET法测定的粒径为 $0.1\mu\text{m}$ 以上 $1\mu\text{m}$ 以下,以颗粒状态在氮气环境中于温度150℃烧成1小时后的体积电阻值为 $10\mu\Omega \cdot \text{cm}$ 以下,且体积收缩率为10%以上。

[0055] 另外,由于分散时的操作性及颗粒状态在氮气环境中于温度150℃烧成1小时后的体积收缩率变小,故银微粒子的粒径优选为100~600nm,更优选为300nm~600nm,进一步优选为300~500nm,最优选为300~400nm。

[0056] 作为体积电阻值,为 $10\mu\Omega \cdot \text{cm}$ 以下,优选为 $7\mu\Omega \cdot \text{cm}$ 以下,更优选为 $4\mu\Omega \cdot \text{cm}$ 以下。另外,体积电阻值的下限值为 $1.47\mu\Omega \cdot \text{cm}$ 。

[0057] 另外,作为体积收缩率,为10%以上,优选为13%以上,更优选为15%以上。另外,

体积收缩率的上限值为40%。

[0058] 针对银微粒子通过BET法所测得的粒径如上所述。

[0059] 关于烧成,将银微粒子成形为圆筒状的颗粒,并将颗粒设置于电炉内在氮气环境中以温度150℃烧成1小时。

[0060] 颗粒是将银微粒子使用压制机,以压力127MPa保持10秒钟而制作。

[0061] 体积电阻值是使用颗粒以四端子法测定所得的值。例如,测定装置使用三菱化学株式会社制Loresta EP (MCP-T360),通过在烧成前后测定颗粒的体积电阻值,可测定烧成后的体积电阻值的变化。

[0062] 体积收缩率是将银微粒子使用如上所述的压制机,以压力127MPa保持10秒钟而制作圆筒状的颗粒,以测径器测定圆筒状的颗粒的厚度及直径,并由烧成前后的颗粒的体积算出的值。体积收缩率通过下述式所得。另外,颗粒的烧成使用电炉。

[0063] 体积收缩率(%) = 100 - ((烧成后的体积/烧成前的体积) × 100)

[0064] 银微粒子通过BET法测定的粒径为0.1μm以上1μm以下,以颗粒的状态在氮气环境中以150℃烧成1小时后的体积电阻值为10μΩ·cm以下,且体积收缩率为10%以上,藉此体积收缩大,且导电性高。另外,银微粒子相较于焊料等熔点较高,耐热性也优异。因此,在接合

[0065] 在材料使用银微粒子的情况下,可满足耐热性,同时导电性优异。

[0066] [银微粒子的第3例]

[0067] 银微粒子通过BET法测定的粒径为0.1μm以上1μm以下,以颗粒状态在大气中于温度150℃烧成1小时后的体积电阻值为10μΩ·cm以下,且体积收缩率为5%以上。

[0068] 本发明中,所谓大气中一般是称为空气中的环境。大气中是指大气环境。空气的组成为氮78.08体积%、氧20.95体积%、氩0.93体积%、二氧化碳0.03体积%。且相对于空气的组成容许一般的测定误差。

[0069] 另外,由于分散时的操作性及颗粒状态于大气中(大气环境)以温度150℃烧成1小时后的体积收缩率变小,故银微粒子的粒径优选为100~600nm,更优选为300nm~600nm,进一步优选为300~500nm,最优选为300~400nm。

[0070] 作为体积电阻值,优选为8μΩ·cm以下,更优选为7μΩ·cm以下,最优选为5μΩ·cm以下。另外,体积电阻值的下限值为1.47μΩ·cm。

[0071] 另外,作为体积收缩率,为5%以上,优选为6%以上,更优选为7%以上。另外,体积收缩率的上限值为40%。

[0072] 针对银微粒子通过BET法所测得的粒径如上所述。

[0073] 关于烧成,将银微粒子成形为圆筒状的颗粒,并将颗粒设置于电炉内在大气中以温度150℃烧成1小时。

[0074] 颗粒是将银微粒子使用压制机并以压力127MPa保持10秒钟而制作。

[0075] 体积电阻值是使用颗粒以四端子法测定所得的值。例如,测定装置使用三菱化学株式会社制LorestaEP (MCP-T360),通过于烧成前后测定颗粒的体积电阻值,可测定烧成后的体积电阻值的变化。

[0076] 体积收缩率是将银微粒子使用如上述的压制机,以压力127MPa保持10秒钟而制作圆筒状的颗粒,以测径器测定圆筒状的颗粒的厚度及直径,并由烧成前后的颗粒的体积算

出的值。体积收缩率通过下述式所得。另外,颗粒的烧成使用电炉。

[0077] 体积收缩率(%) = 100 - ((烧成后的体积/烧成前的体积) × 100)

[0078] 银微粒子通过BET法测定的粒径为0.1 μm 以上1 μm 以下,以颗粒的状态在大气中以150 $^{\circ}\text{C}$ 烧成1小时后的体积电阻值为10 $\mu\Omega \cdot \text{cm}$ 以下,且体积收缩率为5%以上,藉此体积收缩大,且导电性高。另外,银微粒子相较于焊料等熔点较高,耐热性也优异。因此,在接合材料使用银微粒子的情况下,可满足耐热性,同时导电性优异。

[0079] 上述银微粒子均优选表面以脂肪族胺包覆。

[0080] 例如,脂肪族胺作为银微粒子的表面包覆物而存在。为了使体积收缩率大,且导电性变高,脂肪族胺优选碳数为10~18,更优选为12~16。

[0081] 作为脂肪族胺,可举例十二烷胺及十六烷胺。十二烷胺及十六烷胺具有直链结构。

[0082] 并且,银微粒子的表面包覆的有无及组成,可使用例如FT-IR(傅立叶变换红外光谱仪)调查。

[0083] [银微粒子的利用形态]

[0084] 图1为显示本发明的银微粒子的利用形态的一例的示意图,图2为显示本发明的银微粒子的利用形态的其他一例的示意图。

[0085] 银微粒子用于例如图1所示的基板50与功率半导体元件52的接合。银微粒子为用于晶粒黏着。

[0086] 银微粒子构成将基板50与功率半导体52接合的接合部54。接合部54通过将银微粒子以例如温度100 $^{\circ}\text{C}$,或150 $^{\circ}\text{C}$ 在氮气环境中或大气中烧成1小时而形成。通过接合部54将基板50与功率半导体52接合,将基板50与功率半导体52物理性固定。

[0087] 另外,也利用图2所示的1个基板50与复数半导体元件的接合。图2中例示3个半导体元件53。3个半导体元件53各自高度不同。3个半导体元件53经由接合部54接合于基板50。

[0088] 银微粒子熔点相较于焊料及树脂较高而耐热性较高。另外,银微粒子以如上所述的颗粒状态在氮气环境中以温度100 $^{\circ}\text{C}$ 烧成1小时后的体积电阻值为15 $\mu\Omega \cdot \text{cm}$ 以下,且体积收缩率为5%以上,例如40%以下。

[0089] 另外,银微粒子以颗粒状态在氮气环境中以温度150 $^{\circ}\text{C}$ 烧成1小时后的体积电阻值为10 $\mu\Omega \cdot \text{cm}$ 以下,且体积收缩率为10%以上,例如40%以下。

[0090] 另外,银微粒子以颗粒状态在大气中以温度150 $^{\circ}\text{C}$ 烧成1小时后的体积电阻值为10 $\mu\Omega \cdot \text{cm}$ 以下,且体积收缩率为5%以上,例如40%以下。

[0091] 基于这些,即使伴随着功率半导体元件52的动作而产生温度变化,接合部54的体积变化较小,破裂等的发生受抑制。藉此,可维持接合,也可以获得高的耐久性。另外,银微粒子由于烧成后的体积电阻值低,故热传导性也优异,通过接合部54,可将于功率半导体52发生的热效率良好地传导至基板50。

[0092] 另外,如图2所示,在将尺寸不同的复数半导体元件接合的情况下,厚度低的半导体元件与厚度高的半导体元件至基板50的距离不同,本发明的银微粒子因体积收缩率大,在为了将厚度低的半导体元件接合而加压基板50的情况下,也不会对厚度高的半导体元件施加过度压力。

[0093] 在将上述图2所示的高度不同的3个半导体元件53接合至1个基板50的情况下,在同时加压接合至1个基板时,通过对半导体元件53与基板50之间狭小处将体积收缩率大的

银微粒子使用于接合材料,在较宽广处使用体积收缩率较小的接合材料,可将复数半导体元件53均一加压,可维持充分的接合。

[0094] 基板50是例如在 Si_3N_4 等的陶瓷基板上设置铜电路。

[0095] 功率半导体元件52使用例如碳化硅(SiC)、氮化镓(GaN)、氧化镓、或金刚石等半导体的半导体元件。半导体元件53使用一般硅基板的半导体元件。并且,半导体元件53也可以为功率半导体元件。并且,银微粒子并非限定于与功率半导体元件52或半导体元件53的接合,也可以用于高频装置、发光二极管或半导体激光等的接合。银微粒子如上所述热传导性优异,适合与发热量较多者、动作温度较高者的接合。

[0096] 另外,银微粒子于接合以外,也可以用于信号配线及导电配线等的各种配线。

[0097] [银微粒子的制造方法]

[0098] 接着,针对银微粒子的制造方法的一例,基于图3进行说明,但本发明的银微粒子的制造方法并非限定于使用图3所示的银微粒子的制造装置10的制造方法。

[0099] 图3为显示本发明的银微粒子的制造装置的一例的示意图。

[0100] 通过图3所示的银微粒子的制造装置10(以下,仅称制造装置10),可获得上述银微粒子。

[0101] 制造装置10具有产生热等离子体焰的等离子体炬12、将银微粒子的原料粉末供给至等离子体炬12内的材料供给装置14、具有作为用以生成银的1次微粒子15的冷却槽发挥机能的腔室16、银的1次微粒子15去除具有任意规定的粒径以上的粒径的粗大粒子的旋风器19、及将具有通过经旋风器19分级的期望粒径的银的2次微粒子18回收的回收部20。另外,腔室16与旋风器19通过连接管21a连接。且旋风器19与回收部20通过连接至内管19e的连接管21b连接。

[0102] 制造装置10进一步具有对银的1次微粒子15或银的2次微粒子18供给表面处理剂的供给部40。

[0103] 银的1次微粒子15及银的2次微粒子18皆为本发明的微粒子的制造过程中的微粒子体。将银的1次微粒子15或银的2次微粒子18进行表面处理所得,即,经表面处理的银微粒子30为本发明的银微粒子。银微粒子30为表面以脂肪族胺包覆的构成。

[0104] 针对材料供给装置14、腔室16、旋风器19、回收部20可使用例如日本特开2007-138287号公报的各种装置。

[0105] 本实施形态中,微粒子的制造使用例如银的粉末作为原料。

[0106] 银的粉末以于热等离子体焰中容易蒸发的方式,适宜设定其平均粒径。银粉末的平均粒径使用激光衍射法测定,例如为 $100\mu\text{m}$ 以下,优选为 $50\mu\text{m}$ 以下,更优选为 $15\mu\text{m}$ 以下。

[0107] 等离子体炬12由石英管12a与环绕于其外侧的高频振荡用线圈12b构成。在等离子体炬12的上部在其中央部设置为了将微粒子的原料粉末供给至等离子体炬12内的后述供给管14a。等离子体气体供给口12c形成于供给管14a的外周部(同一圆周上),等离子体气体供给口12c为环状。在高频振荡用线圈12b连接有产生高频电压的电源(未图示),若对高频振荡用线圈12b施加高频率电压则产生热等离子体焰24。通过热等离子体焰24,使原料(未图示)蒸发,成为气相状态的混合物。等离子体炬12是使用气相法将原料变成气相状态的混合物的处理部。

[0108] 等离子体气体供给部22将等离子体气体供给至等离子体炬12内。等离子体气体供

给部22经由配管22a连接于等离子体气体供给口12c,等离子体气体供给部22设置有未图示而用以调整供给量的阀等的供给量调整部。等离子体气体自等离子体气体供给部22经由环状的等离子体气体供给口12c,自以箭头P显示的方向与以箭头S显示的方向供给至等离子体炬12内。

[0109] 等离子体气体可使用例如氢气与氩气的混合气体。该情况,在等离子体气体供给部22储存氢气与氩气。自等离子体气体供给部22,使氢气及氩气经由配管22a经过等离子体气体供给口12c,自以箭头P显示的方向与以箭头S显示的方向供给至等离子体炬12内。并且,以箭头P显示的方向也可以仅供给氩气。

[0110] 另外,等离子体气体中,为了使用与银微粒子对应,如上所述的等离子体气体未必需要使用混合气体,作为等离子体气体也可以为1种气体。

[0111] 若对高频振荡用线圈12b施加高频电压,则于等离子体炬12内产生热等离子体焰24。

[0112] 热等离子体焰24的温度必须高于原料粉末的沸点。另一方面,因热等离子体焰24的温度愈高,原料粉末愈容易成为气相状态而较佳,但温度未特别限定。例如,可将热等离子体焰24的温度设为6000℃,且认为理论上为达到约10000℃。

[0113] 另外,在等离子体炬12内的压力环境优选为大气压以下。此处,关于大气压以下的环境未特别限定,但例如为0.5~100kPa。

[0114] 并且,石英管12a的外侧以形成为同心圆状的管(未图示)包围,在该管与石英管12a之间使冷却水循环将石英管12a水冷,防止因于等离子体炬12内产生的热等离子体焰24使石英管12a过于高温。

[0115] 材料供给装置14经由供给管14a连接于等离子体炬12的上部。材料供给装置14将原料供给至等离子体炬12内的热等离子体焰24中。

[0116] 材料供给装置14只要可将原料供给至热等离子体焰24中则未特别限定,例如,以将原料分散成粒子状的状态供给至热等离子体焰24中。

[0117] 在原料为粉末的情况下,例如作为将银的粉末以粉末状态供给的材料供给装置14,如上所述,可使用例如日本特开2007-138287号公报中公开的。该情况下,材料供给装置14具有例如储存原料的储存槽(未图示)、将原料定量输送的螺旋给料机(未图示)、及在以螺旋给料机输送的原料最终散布前,将其分散成一次粒子状态的分散部(未图示)、及载气供给源(未图示)。

[0118] 原料与经施加有自载气供给源挤出压力的载气一起经由供给管14a供给至等离子体炬12内的热等离子体焰24中。

[0119] 材料供给装置14只要可防止原料凝集,维持分散状态下,可将原料散布至等离子体炬12内,则其构成未特别限定。载气可使用例如氩气等的惰性气体。载气的流量,可使用例如浮式流量计等的流量计控制。另外,所谓载气的流量值为流量计的刻度值。

[0120] 腔室16邻接于等离子体炬12的下方而设置,在腔室16内不使用冷却气体,而自上述的气相状态的混合物生成微粒子体的银的1次微粒子15。另外,腔室16作为冷却槽发挥功能。并且,冷却气体也称为急冷气体,可使用氩气等。

[0121] 气体供给部28例如对连接管21a内或连接管21b内供给包含惰性气体的温度调整气体。气体供给部28对银的1次微粒子15或银的2次微粒子18供给包含惰性气体的温度调整

气体。

[0122] 气体供给部28具有例如阀28及连接于阀28a的第1气体供给管28b与第2气体供给管28c。第1气体供给管28b连接于连接管21a,第2气体供给管28c连接于连接管21b。

[0123] 通过切换阀28a可对第1气体供给管28b或第2气体供给管28b的任一者供给温度调整气体,并对连接管21a内或连接管21b内供给温度调整气体。

[0124] 气体供给部28进而具有对于向第1气体供给管28b或第2气体管28c供给的温度调整气体施加挤出压力的压缩机,或送风机等的压力赋予装置(未图示),另外,气体供给部28具有储存温度调整气体的储存部(未图示)及控制气体供给量的压力控制阀。温度调整气体为例如氩气体。

[0125] 通过自气体供给部28供给至连接管21a内或连接管21b内的温度调整气体,可调整至期望的气体温度。

[0126] 如图3所示,在腔室16设置有为了将银的1次微粒子15以期望粒径分级的旋风器19。该旋风器19具备自腔室16供给1次微粒子15的入口管19a、与该入口管19a连接且位于旋风器19的上部的圆筒形状的外筒19b、自该外筒19b下部朝向下侧连续且直径渐减的圆锥台部19c、连接于该圆锥台19c下侧且将具有上述期望的粒径以上的粒径的粗大粒子回收的粗大粒子回收腔室19d、及连接于后文详述的回收部20且突设于外筒19b的内管19e,腔室16与入口管19a通过连接管21a连接,且1次微粒子15通过连接管21a移动至旋风器19。连接管21a为1次微粒子15的输送路径。

[0127] 自旋风器19的入口管19a沿着外筒19b的内周壁吹入包含1次微粒子15的气流,藉此,该气流如图3中以箭头T所示通过自外筒19b的内周壁朝圆锥台部19c方向流动形成下降的回旋流。

[0128] 接着,上述下降的回旋流反转成为上升流时,通过离心力及阻力的平衡,粗大粒子无法乘上上升流,而沿着圆锥台部19c侧面下降,由粗大粒子回收腔室19d回收。另外,相较于离心力更受到阻力影响的微粒子,与圆锥台部19c内壁的上升流一起经由内管19e及连接管21b排出至旋风器19外。

[0129] 另外,通过内管19e及连接管21b,自于后文详述的回收部20产生负压(吸引力)。接着,通过该负压(吸引力),自上述回旋的气流分离的微粒子,以符号U表示的方式被吸引,通过内管19e及连接管21b送至回收部20。

[0130] 在旋风器19内的气流出口的内管19e的延长上设置将具有期望的纳米等级粒径的银微粒子30回收的回收部20。回收部20具备:回收室20a、设置于回收室20a内的过滤器20b、及经由设置于回收室20a内下方的管连接的真空泵29。自旋风器19输送的银微粒子30通过以真空泵29吸引,被引入至回收室20a内,以驻留于过滤器20b表面的状态回收。

[0131] 并且,在上述的制造装置10中,使用的旋风器的个数未限定于1个,可以为2个以上,也可以不使用旋风器。

[0132] 供给部40是在腔体16内,在连接管21a的第1气体供给管28b的下游,或连接管21b的第2气体供给管28c的下游,对银的微粒子供给表面处理剂St的部件。通过表面处理剂St,形成表面经脂肪族胺包覆的银微粒子。此处,相对于连接管21a将腔室16侧称为上游侧,将旋风器19侧称为下游侧。

[0133] 供给部40具有例如阀41及连接于阀41的第1供给管41a、第2供给管41b及第3供给

管41c。第1供给管41a连接于腔室16的侧面16b。第2供给管41b在第1气体供给管28b的下游连接于连接管21a,第3供给管41c在第2气体供给管28c的下游连接于连接管21b。第1供给管41a在例如腔室16中,连接于与连接管21a所连接的位置相同程度,或连接于其以下的高度。表面处理剂St经由第1供给管41a自腔室16的内侧壁16a供给至腔室16内。

[0134] 将第2供给管41b的连接管21a中的连接位置设为 P_1 ,将第3供给管41c的连接管21b中的连接位置设为 P_2 。第3供给管41c的连接位置 P_2 较第2供给管41b的连接位置 P_1 处于更下游。

[0135] 供给部40对腔室16内的银的1次微粒子15、通过连接管21a的银的1次微粒子15或通过连接管21b的银的2次微粒子18供给表面处理剂St。

[0136] 供给部40以适于表面处理剂St的温度区域供给表面处理剂St。表面处理剂St附着于银的1次微粒子15或银的2次微粒子18,使银的1次微粒子15或银的2次微粒子18经表面处理,形成表面经脂肪族胺包覆的银微粒子。藉此,防止银微粒子的熔着,获得银微粒子30。

[0137] 通过供给部40的表面处理剂St的供给方法未特别限定,可例示例如将表面处理剂St液滴化并喷雾至银的2次微粒子18的方法。

[0138] 如上所述,以适宜温度区域供给表面处理剂St。所谓适宜温度区域,为表面处理剂St可发挥防止银微粒子熔着的作用的温度区域。然而,只要可防止银微粒子的熔着,则可自使表面处理剂St变性的温度区域导入,也可以自不使表面处理剂St变性的温度区域导入。

[0139] 并且,经表面处理的微粒子的表面状态,可使用例如FT-IR(傅立叶变换红外光谱仪)调查。

[0140] 所谓可发挥防止上述银微粒子熔着的作用的温度区域为将1次微粒子15可经表面处理剂St的变性产生的有机物或经表面处理剂包覆的温度区域。所谓上述不使表面处理剂St变性的温度区域是基于通过示差热-热重量同步测定(TG-DTA)所测定的温度决定的温度区域。

[0141] 上述不使表面处理剂St变性的温度区域是表面温度处理剂St的示差热-热重量同步测定中,重量减少比例为50质量%以下的温度区域。重量减少比例更优选为30质量%以下,进一步优选为10质量%以下。

[0142] 并且,示差热-热重量同步测定为使用Hitachi High-Tech Science株式会社的STA7200(商品名)。

[0143] 表面处理剂St使用例如脂肪族胺。脂肪族胺若于使用状态为液态则未必需要如水溶液般溶解于溶剂,也可以单体使用。

[0144] 脂肪族胺优选碳原子数为10~18,更优选为12~16。作为脂肪族胺,可举例例如十二烷胺及十六烷胺。十二烷胺及十六烷胺具有直链结构。

[0145] 十二烷胺可使用例如富士胶片和光纯药株式会社制(制品编号123-00246)。

[0146] 十六烷胺可使用例如富士胶片和光纯药株式会社制(制品编号038-07162)。

[0147] 另外,表面处理剂St也可以含有有机溶剂。

[0148] (有机溶剂)

[0149] 有机溶剂未特别限制,可根据目的适宜选择。作为有机溶剂,可举例例如甲醇、乙醇等的醇类、丙酮等的酮类、烷基卤化物类、甲酰胺等的酰胺类、二甲基亚砷等的亚砷类、杂环类、烃类、乙酸乙酯等的酯类、及醚类等。该等可单独使用1种,也可以组合2种以上。

[0150] 可具有测量银的1次微粒子15或银的2次微粒子18的搬送路径温度的传感器(未图示),该传感器的温度测量结果可用于判定是否为适于表面处理剂St的温度区域。在该情况下,温度测量结果输出至例如供给部40。供给部40可基于利用传感器测量银的1次微粒子15或银的2次微粒子18的搬送路径温度的结果,判定是否为适于表面处理剂St的温度区域。在银的1次微粒子15或银的2次微粒子18的搬送路径温度不适于表面处理剂St的温度区域的情况下,例如,改变自气体供给部28供给的温度调整气体的流量。

[0151] 如上所述,由于传感器的温度测量结果用于判定是否为适于表面处理剂St的温度区域,故传感器优选设于较第2供给管41b的连接管21a的连接位置 P_1 更上游。因此,传感器设于例如连接管21a。

[0152] 传感器只要可测量温度,其构成未特别限定,但测量时间愈短愈好。因此,传感器可使用例如电阻温度计、辐射温度计、红外线温度传感器及热阻器等。

[0153] 接着,针对使用上述的制造装置10的银微粒子的制造方法的一例进行说明。

[0154] 首先,作为银微粒子的原料粉末,将例如平均粒径 $15\mu\text{m}$ 以下的银的粉末投入材料供给装置14。

[0155] 等离子体气体使用例如氩气及氢气,并对高频振荡用线圈12b施加高频电压,在等离子体炬12内产生热等离子体焰24。

[0156] 接着,作为载气使用例如氩气将银的粉末进行气体搬送,并经由供给管14a供给至等离子体炬12内的热等离子体焰24中。供给的银的粉末在热等离子体焰24中蒸发成为气相状态的混合物,在腔室16内,不使用冷却气体,而自气相状态的混合物生成银的1次微粒子15。

[0157] 接着,将腔室16内所得的银的1次微粒子15,通过连接管21a自旋风器19的入口管19a,与气流一起沿着外筒19b的内周壁吹入,藉此,该气流如图3的箭头所示沿着外筒19b的内周壁流动,而形成回旋流并下降。接着,上述的下降回旋流反转,成为上升流时,通过离心力及阻力的平衡,粗大粒子无法乘上上升流,而是沿着圆锥台部19c侧面下降,并由粗大粒子回收腔室19d回收。另外,相较于离心力更受到阻力影响的微粒子,于圆锥台部19c的内壁与上升流一起自内壁排出至旋风器19外。

[0158] 排出的银的2次微粒子18通过利用真空泵29自回收部20产生的负压(吸引力),吸引至如图3中符号U所示的方向并通过内管19e及连接管21b。

[0159] 银的1次微粒子15或银的2次微粒子18通过连接管21a内或连接管21b内时,来自气体供给部28的温度调整气体通过第1气体供给管28b或第2气体供给管28c供给至连接管21a内或连接管21b内,将银的1次微粒子15或银的2次微粒子18冷却。通过温度调整气体,将银的1次微粒子15或银的2次微粒子18设为适于表面处理剂的温度区域后,进而自供给部40于腔室16内、连接管21a内或连接管21b内,将表面处理剂St以例如喷雾等的形态供给至银的1次微粒子15或银的2次微粒子18,将银的1次微粒子15或银的2次微粒子18进行表面处理。

[0160] 经表面处理的银的1次微粒子15或银的2次微粒子18,即银微粒子30被送至回收部20,以回收部20的过滤器20b回收银微粒子30。如此,获得银微粒子。

[0161] 将银微粒子30回收至回收部20时,旋风器19内的内压优选为大气压以下。另外,银微粒子30的粒径,根据目的,可规定纳米等级的任意粒径。

[0162] 并且,本发明中,在热源使用热等离子体焰形成银的1次微粒子,但也可以使用其

他气相法形成银的1次微粒子。因此,只要为气相法,则未限定于使用热等离子体焰,也可以通过例如火焰法形成银的1次微粒子的制造方法。并且,使用热等离子体焰的1次微粒子的制造方法称为热等离子体法。

[0163] 此处,所谓火焰法使用火焰作为热源,通过将包含银的原料通过火焰而合成微粒子的方法。火焰法中,将包含银的原料供给至火焰,在火焰中生成银粒子而获得银的1次微粒子15。进而,将表面处理剂St供给至银的1次微粒子15或银的2次微粒子18而制造银微粒子。

[0164] 并且,火焰法中,表面处理剂也可以使用与上述热等离子体法相同的表面处理剂。

[0165] 本发明基本上如以上构成。以上针对本发的银微粒子详细说明,但本发明不限定于上述的实施形态,在不脱离本发明主旨的范围内,可进行各种改良或变更,

[0166] [实施例1]

[0167] 以下,针对本发明的银微粒子,更具体说明。

[0168] 第1实施例中,制造实施例1及2的银微粒子及比较例1的银微粒子。实施例1及2的银微粒子及比较例1的银微粒子的制造使用图3所示的制造装置10。以下表示制造条件。

[0169] (实施例1)

[0170] 实施例1中,原料粉末使用平均粒径 $15\mu\text{m}$ 的银的粉末。银的粉体的平均粒径是以粒度分布计测定的值。粒度分布计使用Microtrac・BEL株式会社制MT3300。

[0171] 并且,银微粒子的制造条件将对等离子体的输出固定为18kW,等离子体炬内压力固定为60kPa。

[0172] 载气使用氩气。氩气的流量设为5升/分(标准状态换算)。

[0173] 等离子体气体使用氩气及氢气。氩气的流量设为200升/分(标准状态换算),氢气的流量设为5升/分(标准状态换算)。

[0174] 温度调整气体使用氩气。氩气的流量设为380升/分(标准状态换算)。

[0175] 实施例1中,表面处理剂使用十二烷胺。溶剂使用乙醇,将包含十二烷胺的溶液(十二烷胺的浓度10.0W/W%)使用喷雾气体自第3供给管41c(参照图3)喷雾至银的1次微粒子。喷雾气体使用氩气。

[0176] 并且,十二烷胺使用富士胶片和光纯药株式会社制(制品编号123-00246)。乙醇使用纯正化学株式会社制(制品编号17065-1283)。

[0177] (实施例2)

[0178] 实施例2中,相较于实施例1,不同处在于表面处理剂使用十六烷胺。实施例2中,溶剂使用乙醇,将包含十六烷胺的溶液(十六烷胺浓度10.0W/W%)使用喷雾气体,自第3供给管41c(参照图3)对银的1次粒子喷雾。喷雾气体使用氩气。

[0179] 实施例2中,温度调整气体所用的氩气的流量设为500升/分(标准状态换算)。

[0180] 并且,十六烷胺使用富士胶片和光纯药株式会社制(制品编号038-07162)。乙醇使用纯正化学株式会社(制品编号17065-1283)。

[0181] (比较例1)

[0182] 比较例1中,相较于实施例1,除了表面处理剂不同、将表面处理剂自第2供给管41b(参照图3)供给、温度调整气体的流量不同的方面以外,与实施例1相同。

[0183] 比较例1使用柠檬酸。溶剂使用纯水,将包含柠檬酸的水溶液(柠檬酸浓度3.76W/

W%)使用喷雾气体,自第2供给管41b(参照图3)对银的1次微粒子喷雾。喷雾气体使用氩气。

[0184] 温度调整气体的氩气的流量设为500升/分(标准状态换算)。

[0185] 针对实施例1及2的银微粒子获得SEM像。SEM像使用Hitachi High-Technologies株式会社制Regulus 8220取得。实施例1的银微粒子的SEM像示于图4,实施例2的银微粒子的SEM像示于图5。

[0186] 实施例1及2的银微粒子以及比较例1的银微粒子通过BET法的粒径测定使用Mountech株式会社制Macsorb HM-1208。

[0187] 针对实施例1及2的银微粒子以及比较例1的银微粒子,测定成形为圆筒状的颗粒于烧成前的体积电阻值,及在氮气环境中以温度100℃烧成1小时后的体积电阻值与体积收缩率。其结果示于下述表1。

[0188] 并且,氮气环境为总是流通纯度99.99(氮99.99体积%)的氮气的状态,且氧浓度为100体积ppm以下的环境。氧浓度使用饭岛电子工业株式会社制低浓度氧分析计PS-820-L测定。

[0189] 在体积电阻值的测定中,首先,将银粒子使用压制机,以压力127MPa保持10秒钟制作圆筒状的颗粒。测定装置使用三菱化学株式会社制LorestaEP (MCP-T360),以四端子法测定烧成前后的颗粒的体积电阻值。

[0190] 并且,将颗粒设置于电炉内,在氮气环境中以温度100℃烧成1小时。

[0191] 在体积收缩率的测定中,首先将银微粒子使用压制机,以压力127MPa保持10秒钟制作筒状的颗粒。以测径器测定圆筒状的颗粒厚度及直径,自烧成前后的颗粒体积算出体积收缩率。体积收缩率的算出使用下述式。另外,将颗粒设置于电炉内,在氮气环境中以温度100℃烧成1小时。

[0192] 体积收缩率(%) = 100 - ((烧成后的体积/烧成前的体积) × 100)

[0193] 另外,密度如以下测定。以测径器测定烧成前的圆筒状颗粒厚度及直径,以电子天秤测定颗粒质量,由圆筒状颗粒的体积及质量算出烧成前的圆筒状颗粒的密度。另外,以测径器测定烧成后的圆筒状的颗粒厚度及直径,以电子天秤测定颗粒质量,由烧成后的圆筒状的颗粒体积及质量,算出烧成后的圆筒状颗粒的密度。

[0194] [表1]

	表面处理剂	粒径 (nm)	烧成前		烧成后				
			密度 (g/cm ³)	体积电 阻值 (μΩ·cm)	烧成条件	密度 (g/cm ³)	体积电 阻值 (μΩ·cm)	体积收 缩率 (%)	
[0195]	比较例 1	柠檬酸	255	6.87	47.9	氮气环境 100℃、 1 小时	6.99	35.0	2.0
	实施例 1	十二烷胺	344	7.23	31.5		7.73	7.1	6.5
	实施例 2	十六烷胺	374	6.59	43.3		6.94	14.3	5.4

[0196] 如表1所示,实施例1及2的银微粒子的粒径大于比较例1的银微粒子。实施例1及2的银微粒子成形为圆筒状的颗粒并在氮气环境中以温度100℃烧成1小时后,相较于比较例1的银微粒子,体积电阻质较小,且体积收缩率较大。

[0197] [实施例2]

[0198] 第2实施例中,制造实施例10~13的银微粒子及比较例10的银微粒子。实施例10~13的银微粒子及比较例10的银微粒子的制造使用如图3所示的制造装置10。以下显示制造条件。

[0199] (实施例10)

[0200] 实施例10与第1实施例的实施例1相同。

[0201] (实施例11)

[0202] 实施例11相较于第1实施例的实施例1,除了等离子体炬内压力为85kPa、十二烷胺的浓度为1.5W/W%、温度调整气体的氩气的流量为150升/分(标准状态换算)的方面以外,与实施例1相同。

[0203] (实施例12)

[0204] 实施例12与第1实施例的实施例2相同。

[0205] (实施例13)

[0206] 实施例13相较于第1实施例的实施例2,除了等离子体炬内压力为85kPa、十六烷胺的浓度为1.5W/W%的方面以外,与实施例2相同。

[0207] (比较例10)

[0208] 比较例10与第1实施例的比较例1相同。

[0209] 第2实施例中,针对实施例10~13的银微粒子获得SEM像(未图示),SEM像使用Hitachi High-Technologies株式会社制Regulus 8220取得。实施例10~13的银微粒子确认与上述图4所示的SEM像及图5所示的实施例2的银微粒子相同。

[0210] 实施例10~13的银微粒子及比较例10的银微粒子通过BET法的粒径测定使用Mountech株式会社制Macrosorb HM-1208。

[0211] 第2实施例中,与上述第1实施例相同,针对实施例10~13的银微粒子及比较例10的银微粒子,测定成形为圆筒状的颗粒于烧成前的体积电阻值及在氮气环境中以温度150℃烧成1小时后的体积电阻值与体积收缩率。其结果示于下述表2。另外,氮气环境与上述第1实施例相同。

[0212] 体积电阻值的测定与上述第1实施例同样实施。针对密度也与上述第1实施例同样测定。

[0213] 另外,将颗粒设于电炉内,在氮气环境中以温度150℃烧成1小时。

[0214] 体积收缩率的测定与上述第1实施例同样实施。并且,将颗粒设于电炉内,在氮气环境中以温度150℃烧成1小时。

[0215] [表2]

	表面处理剂	粒径 (nm)	烧成前		烧成后			
			密度 (g/cm ³)	体积电阻值 (μΩ·cm)	烧成条件	密度 (g/cm ³)	体积电阻值 (μΩ·cm)	体积收缩率 (%)
[0216] 比较例 10	柠檬酸	255	6.87	47.9	氮气环境 150 °C、 1 小时	7.70	5.6	8.1
实施例 10	十二烷胺	344	7.23	31.5		8.42	3.1	13.3
实施例 11	十二烷胺	484	7.55	16.2		8.45	9.1	10.8
实施例 12	十六烷胺	374	6.59	43.3		7.76	5.7	15.2
实施例 13	十六烷胺	583	7.59	36.5		8.43	6.2	10.1

[0217] 如表2所示,实施例10~13的银微粒子,粒径大于比较例10的银微粒子。实施例10~13的银微粒子成形为圆筒状颗粒并在氮气环境中以温度150℃烧成1小时后,与比较例10的银微粒子相比,可兼具低的体积电阻值与大的体积收缩率。

[0218] [实施例3]

[0219] 第3实施例中,制造实施例20~25的银微粒子及比较例20~22的银微粒子。实施例20~25的银微粒子及比较例20~22的银微粒子的制造使用图3所示的制造装置10。以下显示制造条件。

[0220] (实施例20)

[0221] 实施例20与第1实施例的实施例1相同。

[0222] (实施例21)

[0223] 实施例21相较于第1实施例的实施例1,除了等离子体炬内压力为85kPa、十二烷胺浓度为0.5W/W%、温度调整气体的氩气的流量为150升/分(标准状态换算)的方面以外,与实施例1相同。

[0224] (实施例22)

[0225] 实施例22与第2实施例的实施例11相同。

[0226] (实施例23)

[0227] 实施例23与第1实施例的实施例2相同。

[0228] (实施例24)

[0229] 实施例24相较于第1实施例的实施例2,除了等离子体炬内压力为85kPa、十六烷胺的浓度为0.5W/W%、温度调整气体的氩气的流量为150升/分(标准状态换算)的方面以外,与实施例2相同。

[0230] (实施例25)

[0231] 实施例25与第2实施例的实施例13相同。

[0232] (比较例20)

[0233] 比较例20相较于第1实施例的实施例1,除了使用冷却气体、表面处理剂不同、将表面处理剂自第1供给管41a(参照图3)供给、未使用温度调整气体的方面以外,与实施例1相同。

[0234] 冷却气体使用氩气与甲烷气体。氩气流量为800升/分(标准状态换算),甲烷气体流量为1升/分(标准状态换算),比较例20中有机酸使用柠檬酸。溶剂使用纯水,将包含柠檬酸的水溶液(柠檬酸浓度18.8W/W%)使用喷雾气体,自第1供给管41a(参照图3)对银的1次微粒子喷雾。喷雾气体使用氩气。

[0235] (比较例21)

[0236] 比较例21相较于比较例20,除了未使用冷却气体、柠檬酸浓度为3.76W/W%、将表面处理剂自第2供给管41a(参照图3)供给、使用温度调整气体的方面以外,与比较例20相同,

[0237] 温度调整气体的氩气流量为240升/分(标准状态换算)。

[0238] (比较例22)

[0239] 比较例22相较于比较例21,除了等离子体炬内压力为85kPa、温度调整气体的流量不同的方面以外,与比较例21相同。

[0240] 温度调整气体的氩气流量为15升/分(标准状态换算)。

[0241] 第3实施例中,针对实施例20~25的银微粒子获得SEM像(未图示),SEM像使用Hitachi High-Technologies株式会社制Regulus 8220取得。实施例20~25的银微粒子确认与上述图4所示的SEM像及图5所示的实施例2的银微粒子相同。

[0242] 实施例20~25的银微粒子及比较例20~22的银微粒子通过BET法的粒径测定,使用Mountech株式会社制Macsorb HM-1208。

[0243] 第3实施例中,与上述第1实施例相同,针对实施例20~25的银微粒子及比较例20~22的银微粒子,测定成形为圆筒状的颗粒于烧成前的体积电阻值及于大气中(即空气中)以温度150℃烧成1小时后的体积电阻值与体积收缩率。其结果示于下述表3。并且,大气(空气)的组成如上所述。

[0244] 体积电阻值的测定与上述第1实施例同样实施。针对密度也与上述第1实施例同样测定。

[0245] 并且,将颗粒设于电炉内,于大气中以温度150℃烧成1小时。

[0246] 体积收缩率的测定与上述第1实施例同样实施。并且,将颗粒设于电炉内,于大气中以温度150℃烧成1小时。

[0247] [表3]

	表面处理剂	粒径 (nm)	烧成前		烧成后				
			密度 (g/cm ³)	体积电 阻值 (μΩ·cm)	烧成 条件	密度 (g/cm ³)	体积电 阻值 (μΩ·cm)	体积收 缩率(%)	
[0248]	比较例 20	115	6.74	36.0	大气 中 150℃ 、 1 小时	6.99	7.0	4.3	
	比较例 21	192	7.19	68.1		7.38	8.3	2.9	
	比较例 22	356	7.23	31.0		7.21	6.8	0	
	实施例 20	十二烷胺	344	7.23		31.5	7.90	7.1	7.8
	实施例 21	十二烷胺	477	7.37		13.5	7.79	5.7	5.5
	实施例 22	十二烷胺	484	7.55		16.2	6.21	5.5	6.2
	实施例 23	十六烷胺	374	6.59		43.3	7.21	4.9	6.3
	实施例 24	十六烷胺	524	7.39		10.8	7.80	6.6	5.2
	实施例 25	十六烷胺	583	7.59		36.5	8.33	6.1	7.0

[0249] 如表3所示,实施例20~25的银微粒子的粒径略大于比较例20~22的银微粒子。实施例20~25的银微粒子成形为筒状颗粒并于大气环境中以温度150℃烧成1小时后,与比较例20~22的银微粒子比较,可兼具低的体积电阻值与大的体积收缩率。

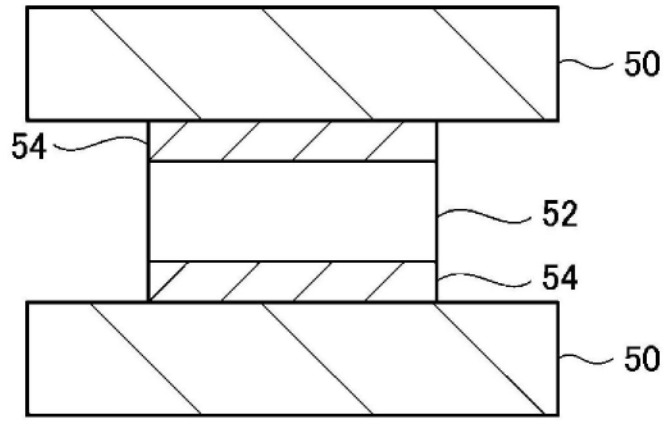


图1

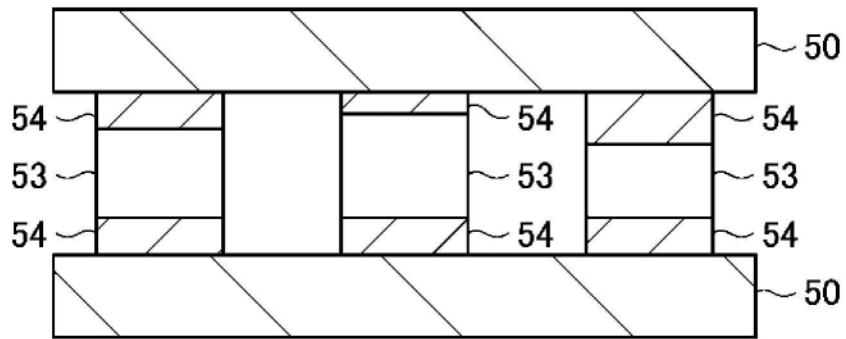


图2

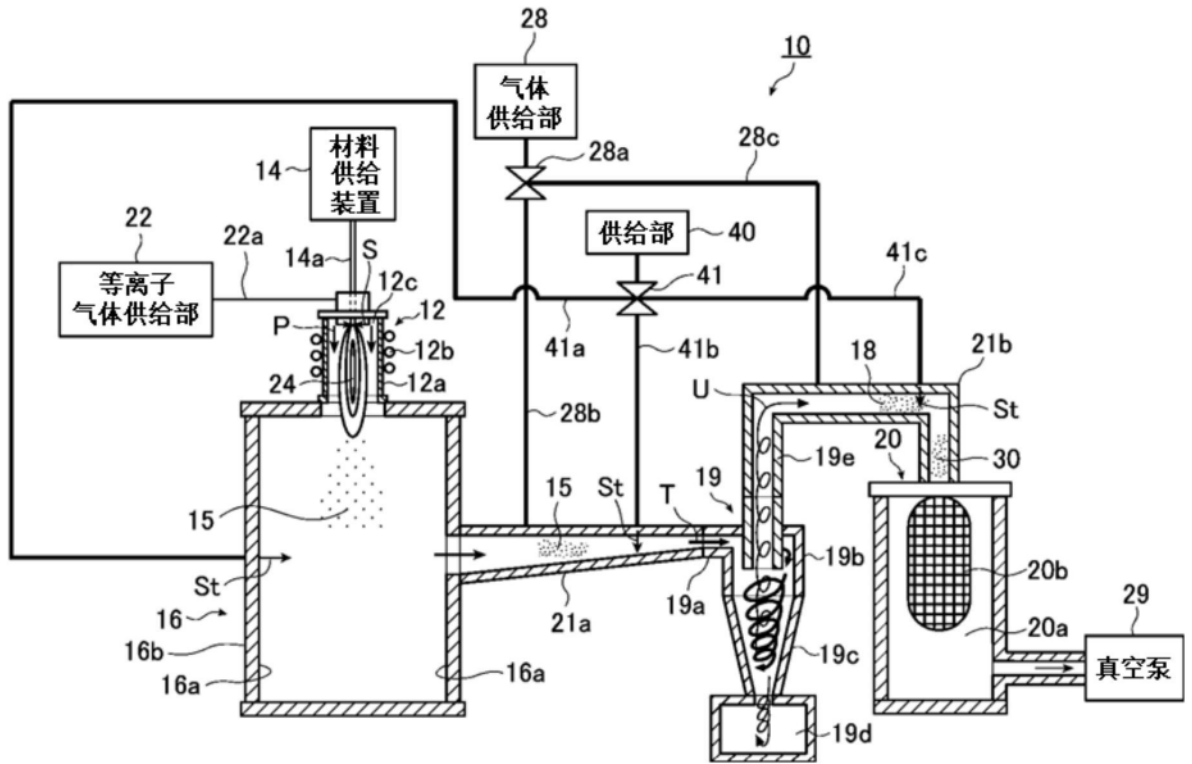


图3

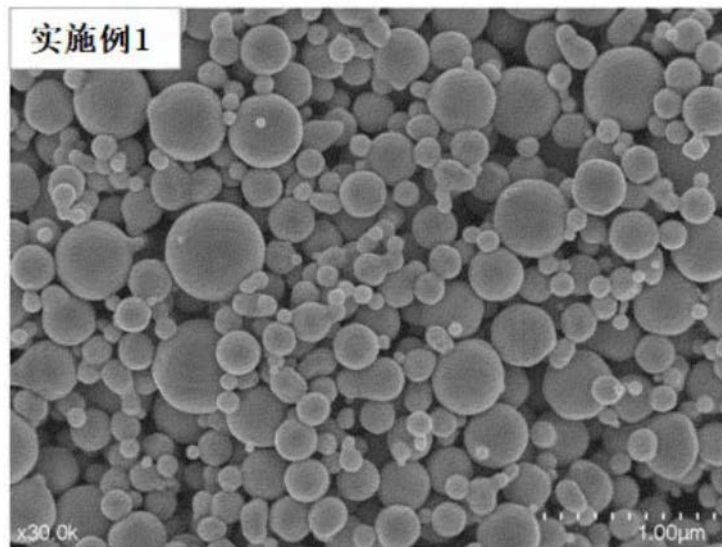


图4

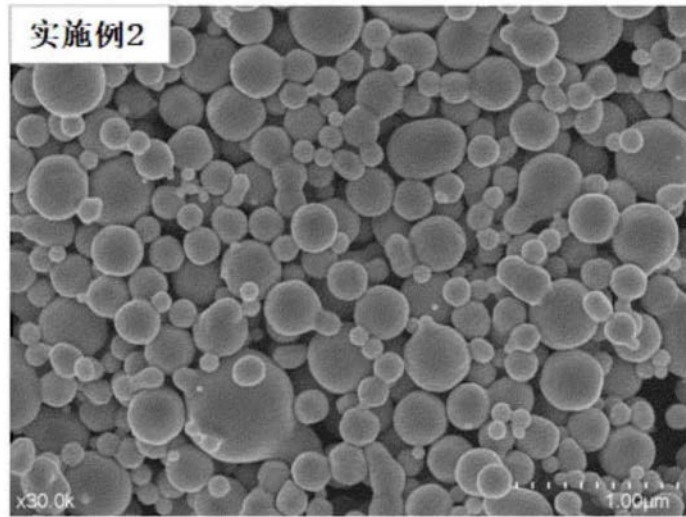


图5