

(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2005-330529

(P2005-330529A)

(43) 公開日 平成17年12月2日(2005.12.2)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	F I	テーマコード (参考)
B 2 2 F 1/00	B 2 2 F 1/00	4 K O 1 7
B 2 2 F 9/24	B 2 2 F 9/24	4 K O 1 8
// H O 1 B 5/00	H O 1 B 5/00	5 G 3 O 7
H O 1 B 13/00	H O 1 B 13/00	Z

審査請求 未請求 請求項の数 10 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号	特願2004-149068 (P2004-149068)	(71) 出願人	000224798
(22) 出願日	平成16年5月19日 (2004.5.19)		同和鋳業株式会社
			東京都千代田区丸の内1丁目8番2号
		(74) 代理人	100107548
			弁理士 大川 浩一
		(72) 発明者	尾木 孝造
			東京都千代田区丸の内一丁目8番2号
			同和鋳業株式会社内
		(72) 発明者	藤野 剛聡
			東京都千代田区丸の内一丁目8番2号
			同和鋳業株式会社内
		Fターム(参考)	4K017 AA03 BA02 CA07 DA01 EJ01
			FB07
			4K018 BA01 BB04 BB06 BD04 BD10
			5G307 AA08

(54) 【発明の名称】 球状銀粉およびその製造方法

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 良好な分散性を有するとともに、ペーストに使用して600 以下の低温で焼成することにより導体を形成する場合にも良好な焼結性を得ることができる、球状銀粉およびその製造方法を提供する。

【解決手段】 銀イオンを含有する水性反応系に還元剤含有水溶液を添加して銀粒子を還元析出させることにより、BET比表面積 ( $\text{m}^2/\text{g}$ ) に対する結晶子径  $D_x$  (nm) の比 ( $D_x/\text{BET}$ ) が5~200であり、結晶子径が40nm以下、平均粒径が5  $\mu\text{m}$ 以下、タップ密度が2  $\text{g}/\text{cm}^3$  以上、BET比表面積が5  $\text{m}^2/\text{g}$  以下の球状銀粉を製造する。

【選択図】 なし

## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

BET比表面積 ( $\text{m}^2 / \text{g}$ ) に対する結晶子径  $D_x$  ( $\text{nm}$ ) の比 ( $D_x / \text{BET}$ ) が 5 ~ 200 であることを特徴とする、球状銀粉。

## 【請求項 2】

前記結晶子径が 40 nm 以下であり、平均粒径が 5  $\mu\text{m}$  以下であることを特徴とする、請求項 1 に記載の球状銀粉。

## 【請求項 3】

タップ密度が 2  $\text{g} / \text{cm}^3$  以上であり、BET比表面積が 5  $\text{m}^2 / \text{g}$  以下であることを特徴とする、請求項 1 または 2 に記載の球状銀粉。

10

## 【請求項 4】

銀イオンを含有する水性反応系に還元剤含有水溶液を添加して銀粒子を還元析出させることにより、請求項 1 乃至 3 のいずれかに記載の球状銀粉を製造することを特徴とする、球状銀粉の製造方法。

## 【請求項 5】

前記銀粒子の還元析出前または還元析出後のスラリー状の反応系に分散剤を添加することを特徴とする、請求項 4 に記載の球状銀粉の製造方法。

## 【請求項 6】

前記分散剤が、脂肪酸、脂肪酸塩、界面活性剤、有機金属、キレート形成剤および保護コロイドからなる群から選ばれる 1 種以上の分散剤であることを特徴とする、請求項 5 に記載の球状銀粉の製造方法。

20

## 【請求項 7】

前記還元剤含有水溶液に含まれる還元剤が、アスコルビン酸、アルカノールアミン、ヒドロキノン、ヒドラジンおよびホルマリンからなる群から選ばれる 1 種以上の還元剤であることを特徴とする、請求項 4 乃至 6 のいずれかに記載の球状銀粉の製造方法。

## 【請求項 8】

前記還元剤含有水溶液を、前記銀イオンを含有する水性反応系中の銀の含有量に対して 1 当量 / 分以上の速度で添加することを特徴とする、請求項 4 乃至 7 のいずれかに記載の球状銀粉の製造方法。

## 【請求項 9】

前記球状銀粉に、粒子同士を機械的に衝突させる表面平滑化処理を施すことを特徴とする、請求項 4 乃至 8 のいずれかに記載の球状銀粉の製造方法。

30

## 【請求項 10】

前記表面平滑化処理を施した後、分級により銀の凝集体を除去することを特徴とする、請求項 9 に記載の球状銀粉の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、球状銀粉およびその製造方法に関し、特に、電子部品の端子電極や回路基板パターンなどを形成するために用いられる球状銀粉およびその製造方法に関する。

40

## 【背景技術】

## 【0002】

従来、電子部品などの電極や回路を形成するために、銀粉を有機成分中に分散させた導電性ペーストが使用されている。一般に、導電性ペーストは、熱処理温度により焼成型ペーストと樹脂型ペーストに分類され、それぞれ用途や構成要素などが異なっている。

## 【0003】

焼成型ペーストは、構成要素として、銀粉、エチルセルロースやアクリル樹脂を有機溶剤に溶解したビヒクル、ガラスフリット、無機酸化物、有機溶剤、分散剤などを含み、ディッピングや印刷などにより所定のパターンに形成された後、焼成されて導体を形成する

50

。このような焼成型ペーストは、ハイブリッドＩＣ、積層セラミックコンデンサ、チップ抵抗器などの電極に使用されている。

【０００４】

焼成型ペーストの焼成温度は用途によって異なるが、ハイブリッドＩＣに用いられるアルミナ基板やガラスセラミック基板のような耐熱性のセラミック基板上において焼成型ペーストを高温で焼成することにより導体を形成する場合と、耐熱性が低い基板上において焼成型ペーストを低温で焼成することにより導体を形成する場合がある。

【０００５】

銀の融点は９５０であり、その融点以下の可能な限り高温で焼成すれば、銀の焼結体の抵抗値が下がるが、焼成温度に適した銀粉を使用しなければ、様々な不具合が生じる。例えば、セラミック基板上において高温で焼成する場合には、銀の焼結体とセラミック基板との収縮差によってクラックやデラミネーション（積層剥離）などの不具合が生じることがあり、このような不具合を解決するために、高結晶の銀粉が提案されている（例えば、特許文献１、特許文献２参照）。

【０００６】

一方、樹脂型ペーストは、スルーホールやメンブレンなどの配線材や導電性接着剤などに使用されている。このような樹脂型ペーストは、構成要素として、銀粉、エポキシ樹脂やウレタン樹脂などの熱硬化性樹脂、硬化剤、有機溶剤、分散剤などを含み、ディスプレイや印刷などにより所定の導体パターンに形成され、室温から２５０程度の温度で硬化し、残存する樹脂の硬化収縮による銀粒子同士の接触により導電性が得られる。したがって、銀粒子同士の接触面積を増大するために、通常、銀粉を機械的に鱗辺状に加工したフレーク銀粉が使用されている。なお、３００以上の温度では、樹脂が劣化して導体の抵抗や接着強度が悪化する。

【０００７】

【特許文献１】特開２０００－１０７６号公報（段落番号０００８－０００９）

【特許文献２】特開２０００－１０７７号公報（段落番号００１２－００１３）

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【０００８】

しかし、例えば、プラズマディスプレイパネル（ＰＤＰ）基板の場合には、基板の材料であるガラスの耐熱性が低いため、セラミック基板の場合と異なり、７５０～９００程度の高温で焼成することができない。したがって、より低い温度で焼成することが必要になり、基板の耐熱性との関係で６００以下の温度、実際には５００～６００の低温で焼成することにより導体を形成する必要があるが、導体の抵抗値を低くするのが困難になる。

【０００９】

低温で焼成する場合、焼成温度より低い軟化点のガラスフリットを添加して焼結を促進させることにより導体の抵抗値を下げるができる。しかし、繰り返し焼成を行うＰＤＰ基板の場合には、必要以上に低い軟化点のガラスフリットを使用することは、導体の抵抗値の変動の原因になるので好ましくない。

【００１０】

また、銀粉を感光性ペーストに使用する場合には、銀粉の形状が不定形やフレーク状であると、紫外線の散乱や反射が起こり、パターン不良の原因になる。

【００１１】

さらに、その他の方法、例えば、印刷法や転写法により導体パターンを形成する場合にも、スクリーン版の抜け性や転写性の観点から、銀粉の形状が不定形やフレーク状であると、良好な導体パターンを形成することができない。

【００１２】

したがって、本発明は、このような従来の問題点に鑑み、ペーストに使用して６００以下の低温で焼成することにより導体を形成する場合にも良好な焼結性を得ることができ

10

20

30

40

50

る、球状銀粉およびその製造方法を提供することを目的とする。また、本発明は、良好な分散性を有する球状銀粉およびその製造方法を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0013】

本発明者らは、上記課題を解決するために鋭意研究した結果、BET比表面積 ( $\text{m}^2/\text{g}$ ) に対する結晶子径  $D_x$  (nm) の比 ( $D_x/\text{BET}$ ) が 5 ~ 200 の球状の銀粉、好ましくは結晶子径が 40 nm 以下で平均粒径が 5  $\mu\text{m}$  以下の球状の銀粉をペーストに使用して焼成することにより導体を形成すれば、焼成温度が 600 以下の低温でも良好な焼結性を得ることができ、また、タップ密度が 2  $\text{g}/\text{cm}^3$  以上、BET比表面積 5  $\text{m}^2/\text{g}$  以下の分散性が良好な球状銀粉を使用したペーストから、感光性ペースト法、印刷法または転写法により良好な導体パターンを得ることができることを見出し、本発明を完成するに至った。

10

【0014】

すなわち、本発明による球状銀粉は、BET比表面積 ( $\text{m}^2/\text{g}$ ) に対する結晶子径  $D_x$  (nm) の比 ( $D_x/\text{BET}$ ) が 5 ~ 200 であることを特徴とする。この球状銀粉は、結晶子径が 40 nm 以下、平均粒径が 5  $\mu\text{m}$  以下、タップ密度が 2  $\text{g}/\text{cm}^3$  以上、BET比表面積が 5  $\text{m}^2/\text{g}$  以下であるのが好ましい。

【0015】

また、本発明による球状銀粉の製造方法は、銀イオンを含有する水性反応系に還元剤含有水溶液を添加して銀粒子を還元析出させることにより、上記の球状銀粉を製造すること  
を特徴とする。この球状銀粉の製造方法において、銀粒子の還元析出前または還元析出後のスラリー状の反応系に分散剤を添加するのが好ましい。この分散剤は、脂肪酸、脂肪酸塩、界面活性剤、有機金属、キレート形成剤および保護コロイドからなる群から選ばれる1種以上の分散剤であるのが好ましい。還元剤含有水溶液に含まれる還元剤は、アスコルビン酸、アルカノールアミン、ヒドロキノン、ヒドラジンおよびホルマリンからなる群から選ばれる1種以上の還元剤であるのが好ましい。還元剤含有水溶液は、銀イオンを含有する水性反応系中の銀の含有量に対して1当量/分以上の速度で添加するのが好ましい。また、得られた球状銀粉に、粒子同士を機械的に衝突させる表面平滑化処理を施すのが好ましく、表面平滑化処理を施した後に、分級により銀の凝集体を除去するのが好ましい。

20

【発明の効果】

30

【0016】

本発明によれば、良好な分散性を有するとともに、ペーストに使用して600 以下の低温で焼成することにより導体を形成する場合にも良好な焼結性を得ることができる、球状銀粉を製造することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0017】

本発明による球状銀粉の実施の形態では、BET比表面積 ( $\text{m}^2/\text{g}$ ) に対する結晶子径  $D_x$  (nm) の比 ( $D_x/\text{BET}$ ) が 5 ~ 200 であり、好ましくは、結晶子径が 40 nm 以下、平均粒径が 5  $\mu\text{m}$  以下である。このような銀粉は、ペーストに使用して600 以下の低温で焼成しても良好な焼結性を得ることができるため、形成された導体の抵抗値を低くすることができる。

40

【0018】

また、銀粉の形状を球状にすることにより、感光性ペースト法に使用するのに適した銀粉になる。銀粉の形状が不定形やフレーク状の場合には、紫外線の乱反射や散乱が起こるために感光特性が劣り、不具合が生じるが、銀粉の形状が球状であれば、印刷法や転写法に使用するのにも適している。

【0019】

また、本発明による球状銀粉の実施の形態では、タップ密度が 2  $\text{g}/\text{cm}^3$  以上、BET比表面積 5  $\text{m}^2/\text{g}$  以下であるのが好ましい。タップ密度が 2  $\text{g}/\text{cm}^3$  より小さいと、銀粒子同士の凝集が激しく、上記のいずれの方法に使用した場合も、ファインライン化

50

への対応が難しく、また、BET比表面積が $5\text{ m}^2/\text{g}$ より大きいと、ペーストの粘度が高過ぎて作業性に劣るからである。

【0020】

本発明による球状銀粉の製造方法の実施の形態では、銀イオンを含有する水性反応系に還元剤含有水溶液を添加して銀粒子を還元析出させる。この銀粒子の還元析出前または還元析出後のスラリー状の反応系に分散剤を添加するのが好ましい。

【0021】

銀イオンを含有する水性反応系としては、硝酸銀、銀塩錯体または銀中間体を含有する水溶液またはスラリーを使用することができる。銀塩錯体は、アンモニア水、アンモニア塩、キレート化合物などの添加により生成することができる。また、銀中間体は、水酸化ナトリウム、塩化ナトリウム、炭酸ナトリウムなどの添加により生成することができる。これらの中で、銀粉が適当な粒径と球状の形状を有するようにするためには、硝酸銀水溶液にアンモニア水を添加して得られるアンミン錯体を使用するのが好ましい。アンミン錯体の配位数は2であるため、銀1モル当たりアンモニアを2モル以上添加する。

10

【0022】

還元剤としては、アスコルビン酸、亜硫酸塩、アルカノールアミン、過酸化水素水、ギ酸、ギ酸アンモニウム、ギ酸ナトリウム、グリオキサール、酒石酸、次亜りん酸ナトリウム、水素化ほう素ナトリウム、ヒドラジン、ヒドラジン化合物、ヒドロキノン、ピロガロール、ぶどう糖、没食子酸、ホルマリン、無水亜硫酸ナトリウム、ロンガリットなどを使用することができる。これらの中で、アスコルビン酸、アルカノールアミン、ヒドロキノン、ヒドラジンおよびホルマリンからなる群から選ばれる1種以上を使用するのが好ましい。これらの還元剤を使用すれば、適当な結晶性と適当な粒径の銀粒子を得ることができる。

20

【0023】

また、還元剤の添加方法については、銀粉の凝集を防ぐために、1当量/分以上の速さで添加するのが好ましい。この理由は明確ではないが、還元剤を短時間で投入することで、銀粒子の還元析出が一挙に生じて、短時間で還元反応が終了し、発生した核同士の凝集が生じ難いため、分散性が向上すると考えられる。また、還元の際には、より短時間で反応が終了するように反応液を攪拌するのが好ましい。

【0024】

分散剤としては、脂肪酸、脂肪酸塩、界面活性剤、有機金属、キレート形成剤および保護コロイドからなる群から選ばれる1種以上を使用するのが好ましい。脂肪酸の例として、プロピオン酸、カプリル酸、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、ベヘン酸、アクリル酸、オレイン酸、リノール酸、アラキドン酸などを挙げることができる。脂肪酸塩の例として、リチウム、ナトリウム、カリウム、バリウム、マグネシウム、カルシウム、アルミニウム、鉄、コバルト、マンガン、鉛、亜鉛、スズ、ストロンチウム、ジルコニウム、銀、銅などの金属と脂肪酸が塩を形成したものを挙げることができる。界面活性剤の例として、アルキルベンゼンスルホン酸塩、ポリオキシエチレンアルキルエーテルリン酸塩のような陰イオン界面活性剤、脂肪族4級アンモニウム塩のような陽イオン界面活性剤、イミダゾリニウムベタインのような両性界面活性剤、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレン脂肪酸エステルのような非イオン界面活性剤などを挙げることができる。有機金属の例として、アセチルアセトントリブトキシジルコニウム、クエン酸マグネシウム、ジエチル亜鉛、ジブチルスズオキサイド、ジメチル亜鉛、テトラ-n-ブトキシジルコニウム、トリエチルインジウム、トリエチルガリウム、トリメチルインジウム、トリメチルガリウム、モノブチルスズオキサイド、テトライソシアネートシラン、テトラメチルシラン、テトラメトキシシラン、ポリメトキシシロキサン、モノメチルトリイソシアネートシラン、シランカップリング剤、チタネート系カップリング剤、アルミニウム系カップリング剤などを挙げることができる。キレート形成剤の例として、イミダゾール、オキサゾール、チアゾール、セナゾール、ピラゾール、イソオキサゾール、イソチアゾール、1H-1,2,3-トリアゾール、2H-1,2,3-トリ

30

40

50

アゾール、1 H - 1, 2, 4 - トリアゾール、4 H - 1, 2, 4 - トリアゾール、1, 2, 3 - オキサジアゾール、1, 2, 4 - オキサジアゾール、1, 2, 5 - オキサジアゾール、1, 3, 4 - オキサジアゾール、1, 2, 3 - チアジアゾール、1, 2, 4 - チアジアゾール、1, 2, 5 - チアジアゾール、1, 3, 4 - チアジアゾール、1 H - 1, 2, 3, 4 - テトラゾール、1, 2, 3, 4 - オキサトリアゾール、1, 2, 3, 4 - チアトリアゾール、2 H - 1, 2, 3, 4 - テトラゾール、1, 2, 3, 5 - オキサトリアゾール、1, 2, 3, 5 - チアトリアゾール、インダゾール、ベンゾイミダゾールおよびベンゾトリアゾールとこれらの塩、あるいは、シュウ酸、コハク酸、マロン酸、グルタル酸、アジピン酸、ピメリン酸、スベリン酸、アゼライン酸、セバシン酸、ドデカン二酸、マレイン酸、フマル酸、フタル酸、イソフタル酸、テレフタル酸、グリコール酸、乳酸、オキシ酪酸、グリセリン酸、酒石酸、リンゴ酸、タルトロン酸、ヒドロアクリル酸、マンデル酸、クエン酸、アスコルビン酸などを挙げることができる。保護コロイドの例として、ゼラチン、アルブミン、アラビアゴム、プロタルピン酸、リサルピン酸などを挙げることができる。

10

#### 【0025】

このようにして得られた球状銀粉に、粒子同士を機械的に衝突させる表面平滑化処理を施した後に、分級により銀の凝集体を除去して感光性ペーストに使用すると、感度が良好になり、得られるパターンの直線性も極めて良好になり、ファインパターン化への対応が可能になる。また、このようにして得られた銀粉は、印刷法に用いた場合に版抜け性に優れ、転写法に用いた場合に転写性に優れ、各種の方法への使用に適している。

20

#### 【実施例】

#### 【0026】

以下、本発明による球状銀粉およびその製造方法の実施例について詳細に説明する。

#### 【0027】

#### [実施例1]

銀イオンとして12 g / Lの硝酸銀溶液3600 mLに、工業用のアンモニア300 mLを加えて、銀のアンミン錯体溶液を生成した。この銀のアンミン錯体溶液に水酸化ナトリウム60 gを加えてpHを調整した後、還元剤として工業用のホルマリン90 mLを10秒で加えた。その直後に、ステアリン酸エマルジョン0.5 gを加えて銀のスラリーを得た。この銀のスラリーをろ過、水洗した後、乾燥して銀粉を得た。この銀粉に高速攪拌機で表面平滑化処理を施した後、分級により8 μmより大きい銀の凝集体を除去した。

30

#### 【0028】

このようにして得られた銀粉について、結晶子径を算出し、BET比表面積、タップ密度および平均粒径 $D_{50}$ を測定し、導電性を評価した。なお、本実施例および以下の実施例、比較例において得られた銀粉が球状銀粉であることを走査型電子顕微鏡(SEM)により確認した。

#### 【0029】

また、銀粉の結晶子径は、以下のScherrerの式によって求めた。

$$D_{hkl} = K / \cos$$

ここで、 $D_{hkl}$ は結晶子径の大きさ( $hkl$ に垂直な方向の結晶子の大きさ)(オングストローム)、 $\lambda$ は測定X線の波長(オングストローム)(Cuターゲット使用時1.5405オングストローム)、 $\theta$ は結晶子の大きさによる回折線の広がり(rad)(半価幅を用いて表す)、 $2\theta$ は回折角のブラッグ角(rad)(入射角と反射角が等しいときの角度であり、ピークトップの角度を使用する)、 $K$ はScherrer定数( $D$ や $\lambda$ の定義により異なり、 $\theta$ に半価幅を用いる場合には $K = 0.94$ )である。なお、測定には粉末X線回折装置を使用し、計算には(200)面のピークデータを使用した。

40

#### 【0030】

また、導電性の評価については、65重量部の銀粉と、14重量部のアクリル樹脂(三菱レイヨン(株)製のBR-105)と、21重量部の有機溶剤(ジエチレングリコールモノエチルエーテルアセテート(試薬))と、1重量部のガラスフリット(日本電気硝子

50

(株)製のGA-8)とを計量し、3本ロールで混練してペーストを作製した後、このペーストを市販のソーダガラス基板上に印刷し、550℃で10分間焼成し、得られた焼結体の導電性を評価した。この抵抗値が $3 \times 10^{-6}$ 以下で安定している場合を良好とし、 $3 \times 10^{-6}$ 以上または安定しない場合を良好でないとして評価した。

#### 【0031】

その結果、結晶子径は32.4 nm、BET比表面積は $0.75 \text{ m}^2/\text{g}$ 、タップ密度は $5.0 \text{ g}/\text{cm}^3$ 、平均粒径 $D_{50}$ は $1.4 \mu\text{m}$ であり、導電性は良好であった。また、BET比表面積( $\text{m}^2/\text{g}$ )に対する結晶子径 $D_x(\text{nm})$ の比( $D_x/\text{BET}$ )は43であった。

#### 【0032】

##### [実施例2]

銀イオンとして12 g/Lの硝酸銀溶液3600 mLに、工業用のアンモニア180 mLを加えて、銀のアンミン錯体溶液を生成した。この銀のアンミン錯体溶液に水酸化ナトリウム7 gを加えてpHを調整した後、還元剤として工業用のホルマリン192 mLを10秒で加えた。その直後に、オレイン酸0.1 gを加えて銀のスラリーを得た。この銀のスラリーをろ過、水洗した後、乾燥して銀粉を得た。この銀粉をフードミキサーで解砕した。

#### 【0033】

このようにして得られた銀粉について、実施例1と同様の方法により、結晶子径を算出し、BET比表面積、タップ密度および平均粒径 $D_{50}$ を測定し、導電性を評価した。その結果、結晶子径は29.6 nm、BET比表面積は $0.46 \text{ m}^2/\text{g}$ 、タップ密度は $4.7 \text{ g}/\text{cm}^3$ 、平均粒径 $D_{50}$ は $2.1 \mu\text{m}$ であり、導電性は良好であった。また、BET比表面積( $\text{m}^2/\text{g}$ )に対する結晶子径 $D_x(\text{nm})$ の比( $D_x/\text{BET}$ )は64であった。

#### 【0034】

##### [実施例3]

銀イオンとして12 g/Lの硝酸銀溶液3600 mLに、工業用のアンモニア180 mLを加えて、銀のアンミン錯体溶液を生成した。この銀のアンミン錯体溶液に水酸化ナトリウム1 gを加えてpH調整した後、還元剤として工業用のホルマリン192 mLを15秒で加えた。その直後に、ステアリン酸0.1 gを加えて銀のスラリーを得た。この銀のスラリーをろ過、水洗した後、乾燥して銀粉を得た。この銀粉に高速攪拌機で表面平滑化処理を施した後、分級により $1.1 \mu\text{m}$ より大きい銀の凝集体を除去した。

#### 【0035】

このようにして得られた銀粉について、実施例1と同様の方法により、結晶子径を算出し、BET比表面積、タップ密度および平均粒径 $D_{50}$ を測定し、導電性を評価した。その結果、結晶子径は33.3 nm、BET比表面積は $0.28 \text{ m}^2/\text{g}$ 、タップ密度は $5.4 \text{ g}/\text{cm}^3$ 、平均粒径 $D_{50}$ は $3.1 \mu\text{m}$ であり、導電性は良好であった。また、BET比表面積( $\text{m}^2/\text{g}$ )に対する結晶子径 $D_x(\text{nm})$ の比( $D_x/\text{BET}$ )は119であった。

#### 【0036】

##### [実施例4]

銀イオンとして12 g/Lの硝酸銀溶液3600 mLに、工業用のアンモニア150 mLを加えて、銀のアンミン錯体溶液を生成した。この銀のアンミン錯体溶液に還元剤として工業用のヒドラジン13 mLを2秒で加えた。その直後に、オレイン酸0.2 gを加えて銀のスラリーを得た。この銀のスラリーをろ過、水洗した後、乾燥して銀粉を得た。この銀粉に高速攪拌機で表面平滑化処理を施した。

#### 【0037】

このようにして得られた銀粉について、実施例1と同様の方法により、結晶子径を算出し、BET比表面積、タップ密度および平均粒径 $D_{50}$ を測定し、導電性を評価した。その結果、結晶子径は34.0 nm、BET比表面積は $0.86 \text{ m}^2/\text{g}$ 、タップ密度は4

10

20

30

40

50

、 $0 \text{ g} / \text{cm}^3$ 、平均粒径  $D_{50}$  は  $1.7 \mu\text{m}$  であり、導電性は良好であった。また、BET比表面積 ( $\text{m}^2 / \text{g}$ ) に対する結晶子径  $D_x$  (nm) の比 ( $D_x / \text{BET}$ ) は 39 であった。

【0038】

[比較例1]

銀イオンとして  $6 \text{ g} / \text{L}$  の硝酸銀溶液  $3600 \text{ mL}$  に、工業用のアンモニア  $50 \text{ mL}$  を加えて、銀のアンミン錯体溶液を生成した。この銀のアンミン錯体溶液に還元剤として工業用の過酸化水素水  $60 \text{ mL}$  を  $15$  秒で加えた。その直後に、ステアリン酸ソーダ  $0.1 \text{ g}$  を加えて銀のスラリーを得た。この銀のスラリーをろ過、水洗した後、乾燥して銀粉を得た。

10

【0039】

このようにして得られた銀粉について、実施例1と同様の方法により、結晶子径を算出し、BET比表面積、タップ密度および平均粒径  $D_{50}$  を測定し、導電性を評価した。その結果、結晶子径は  $47.8 \text{ nm}$ 、BET比表面積は  $0.15 \text{ m}^2 / \text{g}$ 、タップ密度は  $5.0 \text{ g} / \text{cm}^3$ 、平均粒径  $D_{50}$  は  $6.5 \mu\text{m}$  であり、導電性は良好ではなかった。また、BET比表面積 ( $\text{m}^2 / \text{g}$ ) に対する結晶子径  $D_x$  (nm) の比 ( $D_x / \text{BET}$ ) は 318 であった。

【0040】

[比較例2]

市販のアトマイズ銀粉 ( $5 \mu\text{m}$ ) について、実施例1と同様の方法により、結晶子径を算出し、BET比表面積、タップ密度および平均粒径  $D_{50}$  を測定し、導電性を評価した。その結果、結晶子径は  $42.6 \text{ nm}$ 、BET比表面積は  $0.21 \text{ m}^2 / \text{g}$ 、タップ密度は  $5.2 \text{ g} / \text{cm}^3$ 、平均粒径  $D_{50}$  は  $5.3 \mu\text{m}$  であり、導電性は良好ではなかった。また、BET比表面積 ( $\text{m}^2 / \text{g}$ ) に対する結晶子径  $D_x$  (nm) の比 ( $D_x / \text{BET}$ ) は 203 であった。

20

【0041】

これらの結果を表1に示す。なお、表1では、導電性の評価が良好な場合を、良好でない場合を×で示している。

【0042】

【表1】

30

	結晶子径 $D_x$ (nm)	BET ( $\text{m}^2 / \text{g}$ )	タップ密度 ( $\text{g} / \text{cm}^3$ )	$D_{50}$ ( $\mu\text{m}$ )	$D_x$ / BET	導電性
実施例1	32.4	0.75	5.0	1.4	43	○
実施例2	29.6	0.46	4.7	2.1	64	○
実施例3	33.3	0.28	5.4	3.1	119	○
実施例4	34.0	0.86	4.0	1.7	39	○
比較例1	47.8	0.15	5.0	6.5	318	×
比較例2	42.6	0.21	5.2	5.3	203	×

40