



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 111432965 A

(43)申请公布日 2020.07.17

(21)申请号 201880078558.8

(22)申请日 2018.12.13

(30)优先权数据

2017-240248 2017.12.15 JP

2018-232210 2018.12.12 JP

(85)PCT国际申请进入国家阶段日

2020.06.04

(86)PCT国际申请的申请数据

PCT/JP2018/045812 2018.12.13

(87)PCT国际申请的公布数据

W02019/117235 JA 2019.06.20

(71)申请人 同和电子科技有限公司

地址 日本东京

(72)发明人 大迫将也

(74)专利代理机构 上海专利商标事务所有限公司 31100

代理人 董庆 胡烨

(51)Int.Cl.

B22F 9/24(2006.01)

B22F 1/00(2006.01)

H01B 1/00(2006.01)

H01B 1/02(2006.01)

H01B 1/22(2006.01)

H01B 5/00(2006.01)

H01B 13/00(2006.01)

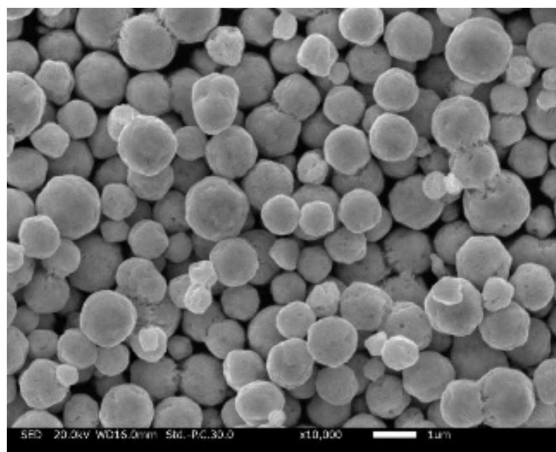
权利要求书1页 说明书19页 附图7页

(54)发明名称

球状银粉及其制造方法

(57)摘要

本发明提供具有与通过以往的湿式还原法制造的球状银粉同等程度的粒径、并且在用于烧成型的导电性糊料的情况下在较低的温度下使银粒子之间充分烧结而能够形成体积电阻率低的导电膜的球状银粉及其制造方法。在向含有银离子的水性反应体系中添加(脯氨酸、酪氨酸、色氨酸、苯丙氨酸、精氨酸、组氨酸等)碳数为5以上的中性或碱性的氨基酸后,混合还原剂,使银粒子还原析出,从而制造在粒子内部含有碳数为5以上的中性或碱性的氨基酸、且基于激光衍射法的平均粒径 D_{50} 为 $0.2\sim 5\mu\text{m}$ 的球状银粉。



1. 球状银粉的制造方法,其特征在于,在向含有银离子的水性反应体系中添加碳数为5以上的中性或碱性的氨基酸后,混合还原剂,使银粒子还原析出。
2. 如权利要求1所述的球状银粉的制造方法,其特征不在于,所述氨基酸为 α -氨基酸。
3. 如权利要求1所述的球状银粉的制造方法,其特征不在于,所述氨基酸是选自脯氨酸、酪氨酸、色氨酸、苯丙氨酸、精氨酸、组氨酸和邻氨基苯甲酸的1种以上。
4. 如权利要求1所述的球状银粉的制造方法,其特征不在于,在使所述银粒子还原析出后,添加表面处理剂。
5. 如权利要求1所述的球状银粉的制造方法,其特征不在于,所述氨基酸的添加量相对于所述水性反应体系中的银为0.05~6质量%。
6. 球状银粉,其特征不在于,在粒子内部含有碳数为5以上的中性或碱性的氨基酸,基于激光衍射法的平均粒径 D_{50} 为0.2~5 μm 。
7. 如权利要求6所述的球状银粉,其特征不在于,所述氨基酸为 α -氨基酸。
8. 如权利要求6所述的球状银粉,其特征不在于,所述氨基酸是选自脯氨酸、酪氨酸、色氨酸、苯丙氨酸、精氨酸、组氨酸和邻氨基苯甲酸的1种以上。
9. 如权利要求6所述的球状银粉,其特征不在于,所述粒子内部所含的氨基酸的量为0.00001~1质量%。
10. 如权利要求6所述的球状银粉,其特征不在于,所述球状银粉的BET比表面积为0.1~3 m^2/g 。
11. 导电性糊料,其特征不在于,包含权利要求6所述的球状银粉和有机载体。

球状银粉及其制造方法

技术领域

[0001] 本发明涉及球状银粉及其制造方法,特别涉及适用于形成太阳能电池或触摸屏的基板等电子部件的电极或电路等的导电性糊料的(导电性糊料用)球状银粉及其制造方法。

背景技术

[0002] 以往,作为形成电极部件的电极或电路等的方法,广泛使用以下方法:通过将银粉和玻璃料一起添加到有机载体中进行混炼来制造烧成型的导电性糊料,将该烧成型的导电性糊料在基板上形成规定的图案后,通过在500℃以上的温度下进行加热,除去有机成分,使银粒子之间烧结以形成导电膜。

[0003] 这样的方法中所使用的导电性糊料用的银粉需要粒径适度地小、且粒度一致,以应对由电子部件的小型化引起的导体图案的高密度化及细线化,或者应对为了增大太阳能电池的聚光面积来提高发电效率而造成的指状电极的细线化。此外,期望一种适用于导电性糊料的银粉,该导电性糊料在即使由于细线化而导电图案或电极的截面积减少时,也能形成高效地导电的导电图案及电极等。因此,期望一种能够在较低温度下加热使银粒子之间烧结的银粉。

[0004] 作为制造这样的导电糊料用的银粉的方法,已知通过向含有银离子的水性反应体系中添加还原剂而使球状银粉还原析出的湿式还原法(例如,参照专利文献1)。

[0005] 现有技术文献

[0006] 专利文献

[0007] 专利文献1:日本专利特开平8-176620号公报(段落编号0008-0013)

发明内容

[0008] 本发明所要解决的技术问题

[0009] 但是,在将与通过以往的湿式还原法制造的球状银粉同等程度的粒径的球状银粉用于烧成型的导电性糊料的情况下,有时较低的温度下不能使银离子之间充分烧结,不能形成体积电阻率低的导电膜。

[0010] 因此,本发明鉴于上述的现有问题,目的是提供一种球状银粉及其制造方法,上述球状银粉具有与通过以往的湿式还原法制造的球状银粉同等程度的粒径并且在用于烧成型的导电性糊料时可以在较低的温度下使银粒子之间充分烧结,并能形成体积电阻率低的导电膜。

[0011] 解决技术问题所采用的技术方案

[0012] 本发明人为了解决上述技术问题而进行了认真研究,结果发现通过在向含有银离子的水性反应体系中添加碳数为5以上的中性或碱性的氨基酸后,混合还原剂,使银粒子还原析出,可以制造具有与通过以往的湿式还原法制造的球状银粉同等程度的粒径、且在用于烧成型的导电性糊料时可以在较低的温度下使银粒子之间充分烧结,且能形成体积电阻率低的导电膜的球状银粉,从而完成了本发明。

[0013] 即、本发明的球状银粉的制造方法的特征是,在向含有银离子的水性反应体系中添加碳数为5以上的中性或碱性的氨基酸后,混合还原剂,使银粒子还原析出。

[0014] 在该球状银粉的制造方法中,氨基酸优选为 α -氨基酸,优选是选自脯氨酸、酪氨酸、色氨酸、苯丙氨酸、精氨酸、组氨酸和邻氨基苯甲酸的1种以上。此外,在使银粒子还原析出后,优选添加表面处理剂。此外,氨基酸的添加量优选相对于水性反应体系中的银为0.05~6质量%。

[0015] 此外,本发明的球状银粉的特征是,在粒子内部含有碳数为5以上的中性或碱性的氨基酸,基于激光衍射法的平均粒径 D_{50} 为0.2~5 μm 。

[0016] 在该球状银粉中,氨基酸优选为 α -氨基酸,优选是选自脯氨酸、酪氨酸、色氨酸、苯丙氨酸、精氨酸、组氨酸和邻氨基苯甲酸的1种以上。此外,粒子内部所含的氨基酸的量优选为0.00001~1质量%。此外,球状银粉的BET比表面积优选为0.1~3 m^2/g 。

[0017] 另外,在本说明书中,“基于激光衍射法的平均粒径 D_{50} ”是指利用激光衍射式粒度分布装置测定的体积基准的累积50%粒径(D_{50})。

[0018] 发明效果

[0019] 根据本发明,可以制造具有与通过以往的湿式还原法制造的球状银粉同等程度的粒径,并且在用于烧成型的导电性糊料的情况下,在较低的温度下使银粒子之间充分烧结而能够形成体积电阻率低的导电膜的球状银粉。

[0020] 附图的简要说明

[0021] 图1是显示实施例2中得到的球状银粉的扫描型电子显微镜(SEM)照片的图。

[0022] 图2是显示实施例4中得到的球状银粉的SEM照片的图。

[0023] 图3是显示实施例6中得到的球状银粉的SEM照片的图。

[0024] 图4是显示实施例8中得到的球状银粉的SEM照片的图。

[0025] 图5是显示实施例10中得到的球状银粉的SEM照片的图。

[0026] 图6是显示实施例12中得到的球状银粉的SEM照片的图。

[0027] 图7是显示比较例2中得到的球状银粉的SEM照片的图。

[0028] 图8是显示比较例4中得到的球状银粉的SEM照片的图。

[0029] 图9是显示比较例5中得到的球状银粉的SEM照片的图。

[0030] 图10是显示实施例13中得到的球状银粉的SEM照片的图。

[0031] 图11是显示实施例14中得到的球状银粉的SEM照片的图。

[0032] 图12是显示实施例15中得到的球状银粉的SEM照片的图。

[0033] 图13是显示实施例16中得到的球状银粉的SEM照片的图。

具体实施方式

[0034] 在本发明的球状银粉的制造方法的实施方式中,在向含有银离子的水性反应体系中添加碳数为5以上(优选6以上)的中性或碱性的氨基酸后,混合还原剂,使银粒子还原析出。

[0035] 作为含有银离子的水性反应体系,可使用含有硝酸银、银络合物或银中间体的水溶液或浆料。含有银络合物的水溶液可通过向硝酸银水溶液或氧化银悬浮液中添加氨水或铵盐来生成。在它们之中,为了使银粉具有适当的粒径和球状的形状,优选向硝酸银水溶液

中添加氨水而得的银氨络合物水溶液。银氨络合物中的氨的配位数为2,因此相对于每1摩尔银添加2摩尔以上的氨。此外,如果氨的添加量过多,则络合物过于稳定而不易进行还原,所以氨的添加量优选相对于每1摩尔银为8摩尔以下的氨。另外,如果进行增加还原剂的添加量等的调整,则即使氨的添加量超过8摩尔也能得到适当粒径的银粉。另外,含有银离子的水性反应体系优选为碱性,作为pH调节剂,优选添加氢氧化钠等碱以调整为碱性。

[0036] 作为氨基酸,存在(呈现酸性的)羧基的数量比(呈现碱性的)氨基的数量多的酸性氨基酸、氨基的数量比羧基的数量多的碱性氨基酸、和其他的中性氨基酸,但添加的氨基酸是碳数为5以上(优选6以上)的中性或碱性的氨基酸(优选 α -氨基酸),在混合还原剂之前添加。即使添加如碳数为3的丙氨酸等碳数为4以下的氨基酸、或天冬氨酸和谷氨酸等酸性的氨基酸,在用于烧成型的导电性糊料的情况下,也无法制造在较低的温度下使银粒子之间充分烧结而能形成体积电阻率低的导电膜的球状银粉。添加的氨基酸优选是选自脯氨酸、酪氨酸、色氨酸、苯丙氨酸、精氨酸、组氨酸和邻氨基苯甲酸的1种以上。此外,氨基酸的添加量相对于水性反应体系中的银优选为0.05~6质量%,更优选0.1~5质量%,进一步优选0.2~4质量%,最优选0.2~2质量%。另外,如果氨基酸的添加量在2质量%以下,则在将球状银粉用于烧成型的导电性糊料的情况下,为了防止导电性糊料的粘度变高并容易形成导电膜而能够使用的有机载体的种类多。

[0037] 作为还原剂,只要是能使银粒子还原析出的还原剂即可,例如可使用抗坏血酸、过氧化氢水溶液、甲酸、酒石酸、对苯二酚、邻苯三酚、葡萄糖、没食子酸、福尔马林、胍、胍化合物、链烷醇胺等的1种以上,优选使用福尔马林、胍或胍化合物。通过使用这样的还原剂,可得到如上所述的粒径的球状银粉。为了提高银的收率,还原剂的添加量优选相对于银为1当量以上,在使用还原能力弱的还原剂的情况下,相对于银可以在2当量以上,例如10~20当量。

[0038] 对于还原剂的添加方法,为了防止球状银粉的凝聚,优选以1当量/分钟以上的速度添加。虽然其理由不是很明确,但认为通过在短时间内投入还原剂,一下子发生银粒子的还原析出,还原反应在短时间内结束,产生的核之间不易发生凝聚,分散性提高。因此,还原剂的添加时间越短越理想,而且在还原时,优选搅拌反应液以使得在更短的时间内结束反应。此外,还原反应时的温度优选为5~80℃,进一步优选5~40℃。此外,在利用还原剂使银粒子还原析出后,优选添加表面处理剂,使表面处理剂附着在银粒子的表面上。作为该表面处理剂,可使用脂肪酸、脂肪酸盐、表面活性剂、有机金属化合物、螯合剂、高分子分散剂等。作为脂肪酸和脂肪酸盐,可使用丙酸、辛酸、月桂酸、肉豆蔻酸、棕榈酸、硬脂酸、二十二酸、丙烯酸、油酸、亚油酸、花生四烯酸、蓖麻油酸及它们的盐或乳液。此外,作为螯合剂,可使用苯并三唑等唑类或其盐、或琥珀酸、丙二酸、戊二酸、己二酸等。

[0039] 优选对通过使银粒子还原析出而得的含银浆料进行固液分离,用纯水清洗所得的固体物,除去固体物中的杂质。该清洗的终点可通过清洗后的水的电导率进行判断,优选进行清洗直到其电导率达到0.5mS/m以下。

[0040] 该清洗后所得的块状的饼因为含有大量的水分,所以优选用真空干燥机等干燥机得到干燥的球状银粉。为了防止在干燥时球状银粉之间烧结,上述干燥的温度优选在100℃以下。

[0041] 此外,还可以对所得的球状银粉实施干式破碎处理及分级处理。也可以进行表面

平滑化处理来代替上述破碎,即,通过将球状银粉投入能够使粒子机械流态化的装置中,使球状银粉的粒子之间机械碰撞,从而使球状银粉的粒子表面的凹凸及棱角部分变得平滑。此外,还可以在破碎及平滑化处理后进行分级处理。另外,也可以使用能够进行干燥、粉碎和分级的一体型装置来实施干燥、粉碎和分级。

[0042] 通过上述的球状银粉的制造方法,可以制造本发明的球状银粉的实施形态。本发明的球状银粉的实施形态是在粒子内部含有碳数为5以上的中性或碱性的氨基酸,基于激光衍射法的平均粒径 D_{50} 为 $0.2\sim 5\mu\text{m}$ 。

[0043] 该球状银粉具有大致球状(优选长径/短径(长宽比)在1.5以下)的外形,基于激光衍射法的平均粒径 D_{50} 为 $0.2\sim 5\mu\text{m}$,优选 $0.5\sim 4\mu\text{m}$,更优选 $1.1\sim 3.5\mu\text{m}$ 。如果基于激光衍射法的平均粒径 D_{50} 过大,则在用于导电性糊料并用于布线等的描绘中时,难以描绘微细布线,另一方面,如果过小,则不易提高导电性糊料中的银浓度,布线等可能会断线。另外,在球状银粉的体积基准的粒径分布中,优选峰宽度窄、粒度偏差小、粒径一致的球状银粉。

[0044] 球状银粉的粒子的内部所含的氨基酸优选是选自脯氨酸、酪氨酸、色氨酸、苯丙氨酸、精氨酸、组氨酸和邻氨基苯甲酸的1种以上。此外,球状银粉的粒子的内部所含的氨基酸的量优选在(可检测的) 0.00001 质量%以上且 1 质量%以下,在球状银粉的粒子的表面上存在的氨基酸的量优选在 0.0001 质量%以上且 1 质量%以下,在球状银粉的粒子的内部和表面存在的氨基酸的合计量优选在 0.001 质量%以上且 2 质量%以下。

[0045] 球状银粉的BET比表面积优选为 $0.1\sim 3\text{m}^2/\text{g}$,更优选 $0.2\sim 2\text{m}^2/\text{g}$ 。如果BET比表面积小于 $0.1\text{m}^2/\text{g}$,则球状银粉的粒子变大,若将这样的大球状银粉用于导电性糊料并用于布线等的描绘,则不易描绘微细布线,另一方面,如果大于 $3\text{m}^2/\text{g}$,则由于导电性糊料的粘度变得过高而需要将导电性糊料稀释后使用,导电性糊料的银浓度降低,布线等可能会发生断线。

[0046] 此外,加热球状银粉时的球状银粉的收缩率达到50%的温度优选在 460°C 以下,更优选在 458°C 以下。另外,在本说明书中,“加热球状银粉时的球状银粉的收缩率”是指对球状银粉施加1分钟的 50kgf 荷重而制作(直径 5mm 的)大致圆柱形的颗粒,将该颗粒以升温速度 $10^\circ\text{C}/\text{分钟}$ 从常温升至 900°C 时的颗粒收缩率(颗粒长度的减少量相对于常温时的颗粒长度与最大收缩时的颗粒长度之差的比例)。

[0047] 此外,球状银粉的微晶直径(D_x)优选为500埃以下,更优选在300埃以下。另外,如果如上使球状银粉的微晶直径较小,则可以降低加热球状银粉时球状银粉的收缩率达到50%的温度,在用于烧成型的导电性糊料的情况下,可形成体积电阻率低的导电膜。

[0048] 实施例

[0049] 以下,对本发明的球状银粉及其制造方法的实施例进行详细说明。

[0050] [实施例1]

[0051] 向 3.5L 的以银离子计为 0.12 摩尔/ L 的硝酸银水溶液中添加 155g 浓度为28质量%的工业用氨水,得到银氨络合物溶液。向该银氨络合物溶液中添加 5.5g 的浓度20质量%的氢氧化钠水溶液以调整 pH 后,添加在纯水中溶解有 L -苯丙氨酸(和光纯药工业株式会社制的特级、分子量165.19、中性、碳数9)的2.4质量%的 L -苯丙氨酸水溶液 13.99g (相对于银为0.68质量%的 L -苯丙氨酸),将液温维持在 20°C ,添加将作为还原剂的37质量%福尔马林水溶液 240g 用纯水 144g 稀释而得的水溶液,充分搅拌,得到包含银粒子的浆料。然后,停止搅拌,使银粒子沉降,将该银粒子沉淀后的液体过滤,进行水洗直到电导率达到 $0.5\text{mS}/\text{m}$ 以下,

使其干燥后,进行碎解,得到银粉。

[0052] 用扫描型电子显微镜(SEM)以倍率10000倍观察由此得到的银粉,结果确认到银粉的形状为球状。

[0053] 此外,使用BET比表面积测定器(蒙泰科株式会社(株式会社マウンテック)制的Macsorb HM-model 1210),在测定器内在60℃下流通10分钟的Ne-N₂混合气体(氮30%)进行脱气后,通过BET一点法测定了所得的球状银粉的BET比表面积,结果是BET比表面积为0.55m²/g。

[0054] 此外,使用激光衍射式粒度分布装置(MicrotracBEL株式会社制的MICROTRAC粒度分布测定装置MT-3300EXII)测定所得的球状银粉的粒度分布,求出体积基准的累积10%粒径(D₁₀)、累积50%粒径(D₅₀)和累积90%粒径(D₉₀),结果分别为1.2μm、2.1μm和3.9μm。

[0055] 此外,向5g所得的球状银粉中添加将盐酸(关东化学株式会社制的精密分析用(浓度35~37质量%))和纯水以体积比1:1混合而得的盐酸水溶液30mL,在150℃下加热15分钟,放冷后,用与上述相同的盐酸水溶液将过滤后的滤液定容至50mL,再用超纯水稀释5万倍,利用液相色谱质谱仪(LC/MS)(安捷伦科技有限公司制的Agilent6470三重四级杆LC/MS)进行分析,结果是每1g银中检测出2.2mg的L-苯丙氨酸,因为银在盐酸中不溶解,所以确认在球状银粉的表面上存在0.22质量%的L-苯丙氨酸。

[0056] 此外,向5g所得的球状银粉中添加30mL的盐酸(关东化学株式会社制的精密分析用(浓度35~37质量%)),在照射10分钟超声波后,在150℃下加热15分钟,放冷后,用纯水清洗过滤得到的银粉,除去球状银粉的表面的L-苯丙氨酸,利用真空干燥机在73℃下加热1小时进行干燥后,向该干燥后的球状银粉1.0g中添加将硝酸(关东化学株式会社制的精密分析用(浓度60~61质量%))和纯水以体积比1:1混合而得的硝酸水溶液4mL,利用超声波进行溶解,向所得的溶液中添加纯水6mL、进行混合以制成10mL,从该溶液中取出5mL,向该取出的溶液中添加纯水并稀释至50mL,取100μL该稀释后的溶液,添加800μL的乙腈(关东化学株式会社制的LC/MS用)、和100μL包含0.1质量%的乙酸(关东化学株式会社制的高效液相色谱用)和10mM的乙酸铵(关东化学株式会社制的特级)的水溶液,定容至1.0mL,利用上述的液相色谱质谱仪(LC/MS)进行分析,结果确认到在球状银粉的粒子的内部包含0.0008质量%的L-苯丙氨酸。

[0057] 此外,向1.0g所得的球状银粉中添加将硝酸(关东化学株式会社制的精密分析用(60~61%))和纯水以体积比1:1混合而得的硝酸水溶液10mL,通过超声波使其完全溶解,将所得的溶液用超纯水稀释1万倍,利用上述的液相色谱质谱仪(LC/MS)进行分析,结果从粒子整体中检测出0.19质量%的L-苯丙氨酸。

[0058] 此外,利用颗粒成形机对所得的球状银粉施加1分钟的50kgf荷重,制作(直径5mm的)大致圆柱形的颗粒,将该颗粒设置在热机械分析(TMA)装置(理学株式会社制的TMA8311)上,以10℃/分钟的升温速度在大气气氛中从常温升至900℃,测定颗粒的收缩率(颗粒长度的减少量c相对于常温时的颗粒长度a与最大收缩时的颗粒长度b之差(a-b)的比例)(=c×100/(a-b)),结果是收缩率达到50%时的温度为439℃。

[0059] 此外,称量3g(w1)所得的球状银粉并加入磁性坩锅中,利用电炉(Advantec株式会社(アドバンテック社)制的KM-1302)在800℃下灼烧30分钟后,进行冷却,再次进行称量(w2),由此根据灼烧减量值(%)=(w1-w2)×100/w1求出灼烧减量值(Ig-loss),结果是

1.18%。

[0060] 此外,对于所得的球状银粉,利用X射线衍射装置(理学株式会社制的Smart Lab)并使用CuK α 射线源(45kV/200mA)测定30~50°/2 θ 的范围,进行X射线衍射(XRD)的评价,使用由该X射线衍射图案得到的球状银粉的(111)面的半值宽度 β ,根据谢乐(Scherrer)公式 $D = (K \cdot \lambda) / (\beta \cdot \cos\theta)$ 算出微晶直径(Dx),结果是微晶直径(Dx)为225埃。另外,在谢乐公式中,D是微晶直径(埃), λ 是测定X射线波长(埃), β 是微晶的衍射宽度的展宽, θ 是衍射角的布拉格角,K表示谢乐常数,该公式中的测定X射线波长 λ 为1.54埃,谢乐常数K为0.94。

[0061] [实施例2]

[0062] 向通过与实施例1同样的方法得到的包含银粒子的浆料中添加0.635g的15.5重量%硬脂酸溶液作为表面处理剂,在充分搅拌后,停止搅拌,使银粒子沉降,对该银粒子沉淀后的液体进行过滤、水洗,使其干燥后,进行破碎,得到银粉。

[0063] 用扫描型电子显微镜(SEM)以倍率10000倍观察由此得到的银粉,结果确认到银粉的形状为球状。此外,对于所得的球状银粉,通过与实施例1同样的方法测定BET比表面积和粒度分布,进行表面和内部的分析,测定基于热机械分析(TMA)的收缩率,算出灼烧减量值(Ig-loss),求出微晶直径(Dx)。其结果是,BET比表面积为0.72m²/g,累积10%粒径(D₁₀)、累积50%粒径(D₅₀)和累积90%粒径(D₉₀)分别为0.9 μ m、1.4 μ m和2.1 μ m,在每1g银中检测出2.3mg的L-苯丙氨酸,在表面存在0.23质量%的L-苯丙氨酸,在粒子的内部包含0.0018质量%的L-苯丙氨酸,从粒子整体中检测出L-苯丙氨酸。此外,基于TMA的收缩率达到50%的温度为402℃,灼烧减量值(Ig-loss)为1.14%,微晶直径(Dx)为270埃。

[0064] 此外,在将18.0g所得的球状银粉、和2.0g作为有机载体的(将乙基纤维素和2,2,4-三甲基-1,3-戊二醇单异丁酸酯以重量比92:8混合而得的)溶液用自转公转式真空搅拌脱泡装置(株式会社新基(株式会社シンキー社)制的あわとり練太郎)进行混合(预混炼)后,利用三辊机(EXAKT公司制的M-80S)进行混炼,再用丝网印刷机(微科技株式会社(マイクロテック株式会社)制的MT-320T)将所得的导电性糊料在硅基板的表面上印刷成宽250 μ m×长度55mm的线状,在利用热风式干燥机在200℃加热10分钟进行预烧成后,作为高速烧成IR炉(日本碍子株式会社制的高速烧成试验4室炉)的进出22.9秒,在峰温度770℃下进行了烧成。对于由此所得的导电膜,利用表面粗糙度和轮廓形状测定机(东京精密株式会社制的Surfcom 480B-12)测定平均厚度,结果是平均厚度为15.4 μ m,利用数字万用表(爱得万测试株式会社(株式会社アドバンテスト)制的R6551)测定电阻值,结果是电阻值为0.288 Ω 。此外,(根据该电阻值、以及由膜厚、线宽和长度求得的体积)计算导电膜的体积电阻率,结果是2.01 $\mu\Omega \cdot \text{cm}$ 。

[0065] 此外,对于除了将烧成时的峰温度设为720℃以外,通过与上述同样的方法得到的导电膜,通过与上述同样的方法来测定平均厚度和电阻值,算出体积电阻率,结果是平均厚度为15.5 μ m,电阻值为0.301 Ω ,体积电阻率为2.12 $\mu\Omega \cdot \text{cm}$ 。

[0066] [实施例3]

[0067] 向3.5L的以银离子计为0.12摩尔/L的硝酸银水溶液中添加155g浓度为28质量%的工业用氨水,得到银氨络合物溶液。向该银氨络合物溶液中添加4.9g的浓度20质量%的氢氧化钠水溶液以调整pH后,添加在3.757g的浓度3.0质量%的氢氧化钠水溶液中溶解有L-色氨酸(和光纯药工业株式会社制,分子量204.23、中性、碳数11)的10质量%的L-色氨酸

水溶液4.17g (相对于银为0.84质量%的L-色氨酸),将液温维持在20℃,添加将作为还原剂的37质量%福尔马林水溶液240g用纯水144g稀释而得的水溶液,充分搅拌,得到包含银粒子的浆料。然后,停止搅拌,使银粒子沉降,将该银粒子沉淀后的液体过滤、水洗,使其干燥后,进行碎解,得到银粉。

[0068] 用扫描型电子显微镜(SEM)以倍率10000倍观察由此得到的银粉,结果确认到银粉的形状为球状。此外,对于所得的球状银粉,通过与实施例1同样的方法测定BET比表面积和粒度分布,进行表面和内部的分析,测定基于热机械分析(TMA)的收缩率,算出灼烧减量值(Ig-loss),求出微晶直径(Dx)。其结果是,BET比表面积为 $1.22\text{m}^2/\text{g}$,累积10%粒径(D_{10})、累积50%粒径(D_{50})和累积90%粒径(D_{90})分别为 $0.7\mu\text{m}$ 、 $1.4\mu\text{m}$ 和 $2.5\mu\text{m}$,确认到在表面存在0.003质量%的L-色氨酸,在粒子的内部包含0.54质量%的(被硝酸硝化的)L-色氨酸,从粒子整体中检测出(被硝酸硝化的)L-色氨酸。此外,基于TMA的收缩率达到50%的温度为380℃,灼烧减量值(Ig-loss)为1.46%,微晶直径(Dx)为175埃。

[0069] [实施例4]

[0070] 向通过与实施例3同样的方法得到的包含银粒子的浆料中添加0.635g的15.5重量%硬脂酸溶液作为表面处理剂,在充分搅拌后,停止搅拌,使银粒子沉降,对该银粒子沉淀后的液体进行过滤、水洗,使其干燥后,进行碎解,得到银粉。

[0071] 用扫描型电子显微镜(SEM)以倍率10000倍观察由此得到的银粉,结果确认到银粉的形状为球状。此外,对于所得的球状银粉,通过与实施例1同样的方法测定BET比表面积和粒度分布,进行表面和内部的分析,测定基于热机械分析(TMA)的收缩率,算出灼烧减量值(Ig-loss),求出微晶直径(Dx)。其结果是,BET比表面积为 $0.70\text{m}^2/\text{g}$,累积10%粒径(D_{10})、累积50%粒径(D_{50})和累积90%粒径(D_{90})分别为 $1.0\mu\text{m}$ 、 $1.7\mu\text{m}$ 和 $2.7\mu\text{m}$,确认到在表面存在0.0098质量%的L-色氨酸,在粒子的内部包含0.12质量%的L-色氨酸和0.012质量%的(被硝酸硝化的)L-色氨酸,从粒子整体中检测出(被硝酸硝化的)L-色氨酸。此外,基于TMA的收缩率达到50%的温度为388℃,灼烧减量值(Ig-loss)为1.53%,微晶直径(Dx)为190埃。

[0072] 此外,使用所得的球状银粉,通过与实施例2同样的方法制作导电性糊料和导电膜,测定平均厚度和电阻值,算出体积电阻率,结果是烧成时的峰温度为770℃时的导电膜的平均厚度为 $15.2\mu\text{m}$ 、电阻值为 0.306Ω 、体积电阻率为 $2.11\mu\Omega\cdot\text{cm}$,烧成时的峰温度为720℃时的导电膜的平均厚度为 $14.7\mu\text{m}$ 、电阻值为 0.304Ω 、体积电阻率为 $2.03\mu\Omega\cdot\text{cm}$ 。

[0073] [实施例5]

[0074] 向3.2L的以银离子计为0.12摩尔/L的硝酸银水溶液中添加1.55g浓度为28质量%的工业用氨水,得到银氨络合物溶液。向该银氨络合物溶液中添加5.5g的浓度20质量%的氢氧化钠水溶液以调整pH后,添加在纯水中溶解有L-酪氨酸(和光纯药工业株式会社制,分子量181.19、中性、碳数9)的0.12质量%的L-酪氨酸水溶液300g(相对于银为0.75质量%的L-酪氨酸),将液温维持在20℃,添加将作为还原剂的37质量%福尔马林水溶液210g用纯水144g稀释而得的水溶液,充分搅拌,得到包含银粒子的浆料。然后,停止搅拌,使银粒子沉降,将该银粒子沉淀后的液体过滤、水洗,使其干燥后,进行碎解,得到银粉。

[0075] 用扫描型电子显微镜(SEM)以倍率10000倍观察由此得到的银粉,结果确认到银粉的形状为球状。此外,对于所得的球状银粉,通过与实施例1同样的方法测定BET比表面积和粒度分布,进行表面和内部的分析,测定基于热机械分析(TMA)的收缩率,算出灼烧减量值

(Ig-loss), 求出微晶直径(Dx)。其结果是, BET比表面积为 $0.99\text{m}^2/\text{g}$, 累积10%粒径(D_{10})、累积50%粒径(D_{50})和累积90%粒径(D_{90})分别为 $0.8\mu\text{m}$ 、 $1.6\mu\text{m}$ 和 $2.9\mu\text{m}$, 确认到在表面存在0.098质量%的L-酪氨酸, 在粒子的内部包含0.0008质量%的L-酪氨酸和0.0012质量%的(被硝酸硝化的)L-酪氨酸, 从粒子整体中检测出(被硝酸硝化的)L-酪氨酸。此外, 基于TMA的收缩率达到50%的温度为 417°C , 灼烧减量值(Ig-loss)为1.35%, 微晶直径(Dx)为190埃。

[0076] [实施例6]

[0077] 向通过与实施例5同样的方法得到的包含银粒子的浆料中添加0.635g的15.5重量%硬脂酸溶液作为表面处理剂, 在充分搅拌后, 停止搅拌, 使银粒子沉降, 对该银粒子沉淀后的液体进行过滤、水洗, 使其干燥后, 进行碎解, 得到银粉。

[0078] 用扫描型电子显微镜(SEM)以倍率10000倍观察由此得到的银粉, 结果确认到银粉的形状为球状。此外, 对于所得的球状银粉, 通过与实施例1同样的方法测定BET比表面积和粒度分布, 进行表面和内部的分析, 测定基于热机械分析(TMA)的收缩率, 算出灼烧减量值(Ig-loss), 求出微晶直径(Dx)。其结果是, BET比表面积为 $0.60\text{m}^2/\text{g}$, 累积10%粒径(D_{10})、累积50%粒径(D_{50})和累积90%粒径(D_{90})分别为 $1.0\mu\text{m}$ 、 $1.7\mu\text{m}$ 和 $2.8\mu\text{m}$, 确认到在表面存在L-酪氨酸, 在粒子的内部包含0.0002质量%的(被硝酸硝化的)L-酪氨酸, 从粒子整体中检测出(被硝酸硝化的)L-酪氨酸。此外, 基于TMA的收缩率达到50%的温度为 381°C , 灼烧减量值(Ig-loss)为1.29%, 微晶直径(Dx)为210埃。

[0079] 此外, 使用所得的球状银粉, 通过与实施例2同样的方法制作导电性糊料和导电膜, 测定平均厚度和电阻值, 算出体积电阻率, 结果是烧成时的峰温度为 770°C 时的导电膜的平均厚度为 $15.6\mu\text{m}$ 、电阻值为 0.306Ω 、体积电阻率为 $2.17\mu\Omega\cdot\text{cm}$, 烧成时的峰温度为 720°C 时的导电膜的平均厚度为 $15.8\mu\text{m}$ 、电阻值为 0.319Ω 、体积电阻率为 $2.29\mu\Omega\cdot\text{cm}$ 。

[0080] [实施例7]

[0081] 向3.5L的以银离子计为0.12摩尔/L的硝酸银水溶液中添加155g浓度为28质量%的工业用氨水, 得到银氨络合物溶液。向该银氨络合物溶液中添加5.5g的浓度20质量%的氢氧化钠水溶液以调整pH后, 添加在纯水中溶解有L-脯氨酸(和光纯药工业株式会社制, 分子量115.13、中性、碳数5)的10质量%的L-脯氨酸水溶液2.35g(相对于银为0.47质量%的L-脯氨酸), 将液温维持在 20°C , 添加将作为还原剂的37质量%福尔马林水溶液240g用纯水144g稀释而得的水溶液, 充分搅拌, 得到包含银粒子的浆料。然后, 停止搅拌, 使银粒子沉降, 将该银粒子沉淀后的液体过滤、水洗, 使其干燥后, 进行碎解, 得到银粉。

[0082] 用扫描型电子显微镜(SEM)以倍率10000倍观察由此得到的银粉, 结果确认到银粉的形状为球状。此外, 对于所得的球状银粉, 通过与实施例1同样的方法测定BET比表面积和粒度分布, 进行表面和内部的分析, 测定基于热机械分析(TMA)的收缩率, 算出灼烧减量值(Ig-loss), 求出微晶直径(Dx)。其结果是, BET比表面积为 $0.81\text{m}^2/\text{g}$, 累积10%粒径(D_{10})、累积50%粒径(D_{50})和累积90%粒径(D_{90})分别为 $0.8\mu\text{m}$ 、 $1.7\mu\text{m}$ 和 $3.0\mu\text{m}$, 确认到在表面存在0.013质量%的L-脯氨酸, 在粒子的内部包含0.00003质量%的L-脯氨酸, 从粒子整体中检测出L-脯氨酸。此外, 基于TMA的收缩率达到50%的温度为 457°C , 灼烧减量值(Ig-loss)为0.85%, 微晶直径(Dx)为250埃。

[0083] [实施例8]

[0084] 向通过与实施例7同样的方法得到的包含银粒子的浆料中添加0.635g的15.5重量%硬脂酸溶液作为表面处理剂,在充分搅拌后,停止搅拌,使银粒子沉降,对该银粒子沉淀后的液体进行过滤、水洗,使其干燥后,进行碎解,得到银粉。

[0085] 用扫描型电子显微镜(SEM)以倍率10000倍观察由此得到的银粉,结果确认到银粉的形状为球状。此外,对于所得的球状银粉,通过与实施例1同样的方法测定BET比表面积和粒度分布,进行表面和内部的分析,测定基于热机械分析(TMA)的收缩率,算出灼烧减量值(Ig-loss),求出微晶直径(Dx)。其结果是,BET比表面积为 $0.53\text{m}^2/\text{g}$,累积10%粒径(D_{10})、累积50%粒径(D_{50})和累积90%粒径(D_{90})分别为 $1.0\mu\text{m}$ 、 $1.6\mu\text{m}$ 和 $2.5\mu\text{m}$,确认到在表面存在L-脯氨酸,在粒子的内部包含0.0009质量%的L-脯氨酸,从粒子整体中检测出L-脯氨酸。此外,基于TMA的收缩率达到50%的温度为 446°C ,灼烧减量值(Ig-loss)为0.88%,微晶直径(Dx)为270埃。

[0086] 此外,使用所得的球状银粉,通过与实施例2同样的方法制作导电性糊料和导电膜,测定平均厚度和电阻值,算出体积电阻率,结果是烧成时的峰温度为 770°C 时的导电膜的平均厚度为 $14.9\mu\text{m}$ 、电阻值为 0.320Ω 、体积电阻率为 $2.17\mu\Omega\cdot\text{cm}$,烧成时的峰温度为 720°C 时的导电膜的平均厚度为 $15.1\mu\text{m}$ 、电阻值为 0.329Ω 、体积电阻率为 $2.26\mu\Omega\cdot\text{cm}$ 。

[0087] [实施例9]

[0088] 向3.5L的以银离子计为0.12摩尔/L的硝酸银水溶液中添加155g浓度为28质量%的工业用氨水,得到银氨络合物溶液。向该银氨络合物溶液中添加0.16g的浓度20质量%的氢氧化钠水溶液以调整pH后,添加在6.7988g的浓度1.1质量%的氢氧化钠水溶液中溶解有L-精氨酸(和光纯药工业株式会社制,分子量174.20、碱性、碳数6)的5.0质量%的L-精氨酸水溶液7.16g(相对于银为0.72质量%的L-精氨酸),将液温维持在 20°C ,添加将作为还原剂的37质量%福尔马林水溶液240g用纯水144g稀释而得的水溶液,充分搅拌,得到包含银粒子的浆料。然后,停止搅拌,使银粒子沉降,将该银粒子沉淀后的液体过滤、水洗,使其干燥后,进行碎解,得到银粉。

[0089] 用扫描型电子显微镜(SEM)以倍率10000倍观察由此得到的银粉,结果确认到银粉的形状为球状。此外,对于所得的球状银粉,通过与实施例1同样的方法测定BET比表面积和粒度分布,进行表面和内部的分析,测定基于热机械分析(TMA)的收缩率,算出灼烧减量值(Ig-loss),求出微晶直径(Dx)。其结果是,BET比表面积为 $1.05\text{m}^2/\text{g}$,累积10%粒径(D_{10})、累积50%粒径(D_{50})和累积90%粒径(D_{90})分别为 $0.8\mu\text{m}$ 、 $1.6\mu\text{m}$ 和 $2.8\mu\text{m}$,确认到在表面存在0.42质量%的L-精氨酸,在粒子的内部包含0.00004质量%的L-精氨酸,从粒子整体中检测出L-精氨酸。此外,基于TMA的收缩率达到50%的温度为 436°C ,灼烧减量值(Ig-loss)为1.20%,微晶直径(Dx)为220埃。

[0090] [实施例10]

[0091] 向通过与实施例9同样的方法得到的包含银粒子的浆料中添加0.635g的15.5重量%硬脂酸溶液作为表面处理剂,在充分搅拌后,停止搅拌,使银粒子沉降,对该银粒子沉淀后的液体进行过滤、水洗,使其干燥后,进行碎解,得到银粉。

[0092] 用扫描型电子显微镜(SEM)以倍率10000倍观察由此得到的银粉,结果确认到银粉的形状为球状。此外,对于所得的球状银粉,通过与实施例1同样的方法测定BET比表面积和粒度分布,进行表面和内部的分析,测定基于热机械分析(TMA)的收缩率,算出灼烧减量值

(Ig-loss), 求出微晶直径(Dx)。其结果是, BET比表面积为 $0.62\text{m}^2/\text{g}$, 累积10%粒径(D_{10})、累积50%粒径(D_{50})和累积90%粒径(D_{90})分别为 $0.9\mu\text{m}$ 、 $1.7\mu\text{m}$ 和 $2.7\mu\text{m}$, 确认到在表面存在0.26质量%的L-精氨酸, 在粒子的内部包含0.0001质量%的L-精氨酸, 从粒子整体中检测出L-精氨酸。此外, 基于TMA的收缩率达到50%的温度为 415°C , 灼烧减量值(Ig-loss)为1.63%, 微晶直径(Dx)为220埃。

[0093] 此外, 使用所得的球状银粉, 通过与实施例2同样的方法制作导电性糊料和导电膜, 测定平均厚度和电阻值, 算出体积电阻率, 结果是烧成时的峰温度为 770°C 时的导电膜的平均厚度为 $13.9\mu\text{m}$ 、电阻值为 0.331Ω 、体积电阻率为 $2.09\mu\Omega\cdot\text{cm}$, 烧成时的峰温度为 720°C 时的导电膜的平均厚度为 $14.1\mu\text{m}$ 、电阻值为 0.327Ω 、体积电阻率为 $2.09\mu\Omega\cdot\text{cm}$ 。

[0094] [实施例11]

[0095] 向3.5L的以银离子计为0.12摩尔/L的硝酸银水溶液中添加155g浓度为28质量%的工业用氨水, 得到银氨络合物溶液。向该银氨络合物溶液中添加0.16g的浓度20质量%的氢氧化钠水溶液以调整pH后, 添加在6.04g的浓度5.56质量%的氢氧化钠水溶液中溶解有L-组氨酸(和光纯药工业株式会社制, 分子量155.16、碱性、碳数6)的5.0质量%的L-组氨酸水溶液6.36g(相对于银为0.64质量%的L-组氨酸), 将液温维持在 20°C , 添加将作为还原剂的37质量%福尔马林水溶液240g用纯水144g稀释而得的水溶液, 充分搅拌, 得到包含银粒子的浆料。然后, 停止搅拌, 使银粒子沉降, 将该银粒子沉淀后的液体过滤、水洗, 使其干燥后, 进行碎解, 得到银粉。

[0096] 用扫描型电子显微镜(SEM)以倍率10000倍观察由此得到的银粉, 结果确认到银粉的形状为球状。此外, 对于所得的球状银粉, 通过与实施例1同样的方法测定BET比表面积和粒度分布, 进行表面和内部的分析, 测定基于热机械分析(TMA)的收缩率, 算出灼烧减量值(Ig-loss), 求出微晶直径(Dx)。其结果是, BET比表面积为 $1.47\text{m}^2/\text{g}$, 累积10%粒径(D_{10})、累积50%粒径(D_{50})和累积90%粒径(D_{90})分别为 $0.8\mu\text{m}$ 、 $1.5\mu\text{m}$ 和 $2.6\mu\text{m}$, 确认到在表面存在0.22质量%的L-组氨酸, 在粒子的内部包含0.00035质量%的L-组氨酸, 从粒子整体中检测出L-组氨酸。此外, 基于TMA的收缩率达到50%的温度为 420°C , 灼烧减量值(Ig-loss)为1.12%, 微晶直径(Dx)为195埃。

[0097] [实施例12]

[0098] 向通过与实施例11同样的方法得到的包含银粒子的浆料中添加0.635g的15.5重量%硬脂酸溶液作为表面处理剂, 在充分搅拌后, 停止搅拌, 使银粒子沉降, 对该银粒子沉淀后的液体进行过滤、水洗, 使其干燥后, 进行碎解, 得到银粉。

[0099] 用扫描型电子显微镜(SEM)以倍率10000倍观察由此得到的银粉, 结果确认到银粉的形状为球状。此外, 对于所得的球状银粉, 通过与实施例1同样的方法测定BET比表面积和粒度分布, 进行表面和内部的分析, 测定基于热机械分析(TMA)的收缩率, 算出灼烧减量值(Ig-loss), 求出微晶直径(Dx)。其结果是, BET比表面积为 $1.55\text{m}^2/\text{g}$, 累积10%粒径(D_{10})、累积50%粒径(D_{50})和累积90%粒径(D_{90})分别为 $0.9\mu\text{m}$ 、 $1.7\mu\text{m}$ 和 $2.7\mu\text{m}$, 确认到在表面存在0.31质量%的L-组氨酸, 在粒子的内部包含0.00023质量%的L-组氨酸, 从粒子整体中检测出L-组氨酸。此外, 基于TMA的收缩率达到50%的温度为 390°C , 灼烧减量值(Ig-loss)为1.25%, 微晶直径(Dx)为205埃。

[0100] 此外, 使用所得的球状银粉, 在预混炼时还混合将2,2,4-三甲基-1,3-戊二醇单异

丁酸酯和乙酸2-(2-丁氧基乙氧基)乙酯以重量比1:1混合而得的溶液0.6g,除此以外,通过与实施例2同样的方法,制作导电性糊料和导电膜,测定平均厚度和电阻值,算出体积电阻率,结果是烧成时的峰温度为770℃时的导电膜的平均厚度为13.7 μm 、电阻值为0.350 Ω 、体积电阻率为2.17 $\mu\Omega \cdot \text{cm}$,烧成时的峰温度为720℃时的导电膜的平均厚度为14.2 μm 、电阻值为0.360 Ω 、体积电阻率为2.32 $\mu\Omega \cdot \text{cm}$ 。

[0101] [比较例1]

[0102] 向3.5L的以银离子计为0.12摩尔/L的硝酸银水溶液中添加155g浓度为28质量%的工业用氨水,得到银氨络合物溶液。向该银氨络合物溶液中添加5.5g的浓度20质量%的氢氧化钠水溶液以调整pH后,将液温维持在20℃,添加将作为还原剂的37质量%的福尔马林水溶液240g用纯水144g稀释而得的水溶液,充分搅拌,得到包含银粒子的浆料。然后,停止搅拌,使银粒子沉降,将该银粒子沉淀后的液体过滤、水洗,使其干燥后,进行碎解,得到银粉。

[0103] 用扫描型电子显微镜(SEM)以倍率10000倍观察由此得到的银粉,结果确认到银粉的形状为球状。此外,对于所得的球状银粉,通过与实施例1同样的方法测定BET比表面积和粒度分布,测定基于热机械分析(TMA)的收缩率,算出灼烧减量值(Ig-loss),求出微晶直径(Dx)。其结果是,BET比表面积为0.77 m^2/g ,累积10%粒径(D₁₀)、累积50%粒径(D₅₀)和累积90%粒径(D₉₀)分别为0.8 μm 、1.5 μm 和2.3 μm 。此外,基于TMA的收缩率达到50%的温度为462℃,灼烧减量值(Ig-loss)为0.65%,微晶直径(Dx)为305埃。

[0104] [比较例2]

[0105] 向通过与比较例1同样的方法得到的包含银粒子的浆料中添加0.635g的15.5重量%硬脂酸溶液作为表面处理剂,在充分搅拌后,停止搅拌,使银粒子沉降,对该银粒子沉淀后的液体进行过滤、水洗,使其干燥后,进行碎解,得到银粉。

[0106] 用扫描型电子显微镜(SEM)以倍率10000倍观察由此得到的银粉,结果确认到银粉的形状为球状。此外,对于所得的球状银粉,通过与实施例1同样的方法测定BET比表面积和粒度分布,测定基于热机械分析(TMA)的收缩率,算出灼烧减量值(Ig-loss),求出微晶直径(Dx)。其结果是,BET比表面积为0.55 m^2/g ,累积10%粒径(D₁₀)、累积50%粒径(D₅₀)和累积90%粒径(D₉₀)分别为0.9 μm 、1.4 μm 和2.1 μm 。此外,基于TMA的收缩率达到50%的温度为461℃,灼烧减量值(Ig-loss)为0.88%,微晶直径(Dx)为290埃。

[0107] 此外,使用所得的球状银粉,通过与实施例2同样的方法制作导电性糊料和导电膜,测定平均厚度和电阻值,算出体积电阻率,结果是烧成时的峰温度为770℃时的导电膜的平均厚度为15.5 μm 、电阻值为0.362 Ω 、体积电阻率为2.55 $\mu\Omega \cdot \text{cm}$,烧成时的峰温度为720℃时的导电膜的平均厚度为15.2 μm 、电阻值为0.383 Ω 、体积电阻率为2.65 $\mu\Omega \cdot \text{cm}$ 。

[0108] [比较例3]

[0109] 向3.5L的以银离子计为0.12摩尔/L的硝酸银水溶液中添加155g浓度为28质量%的工业用氨水,得到银氨络合物溶液。向该银氨络合物溶液中添加5.5g的浓度20质量%的氢氧化钠水溶液以调整pH后,添加在3.47g的浓度5.56质量%的氢氧化钠水溶液中溶解有L-丙氨酸(和光纯药工业株式会社制,分子量89.09、中性、碳数3)的5.0质量%的L-丙氨酸水溶液3.65g(相对于银为0.37质量%的L-丙氨酸),将液温维持在20℃,添加将作为还原剂的37质量%福尔马林水溶液240g用纯水144g稀释而得的水溶液,充分搅拌,得到包含银粒

子的浆料。然后,停止搅拌,使银粒子沉降,将该银粒子沉淀后的液体过滤、水洗,使其干燥后,进行破碎,得到银粉。

[0110] 用扫描型电子显微镜(SEM)以倍率10000倍观察由此得到的银粉,结果确认到银粉的形状为球状。此外,对于所得的球状银粉,通过与实施例1同样的方法测定BET比表面积和粒度分布,进行表面和内部的分析,测定基于热机械分析(TMA)的收缩率,算出灼烧减量值(Ig-loss),求出微晶直径(Dx)。其结果是,BET比表面积为 $0.66\text{m}^2/\text{g}$,累积10%粒径(D_{10})、累积50%粒径(D_{50})和累积90%粒径(D_{90})分别为 $1.1\mu\text{m}$ 、 $2.0\mu\text{m}$ 和 $3.7\mu\text{m}$,确认到在表面存在0.017质量%的L-丙氨酸,在粒子的内部包含0.00002质量%的L-丙氨酸,从粒子整体中检测出L-丙氨酸。此外,基于TMA的收缩率达到50%的温度为 477°C ,灼烧减量值(Ig-loss)为0.78%,微晶直径(Dx)为265埃。

[0111] [比较例4]

[0112] 向通过与比较例3同样的方法得到的包含银粒子的浆料中添加0.635g的15.5重量%硬脂酸溶液作为表面处理剂,在充分搅拌后,停止搅拌,使银粒子沉降,对该银粒子沉淀后的液体进行过滤、水洗,使其干燥后,进行破碎,得到银粉。

[0113] 用扫描型电子显微镜(SEM)以倍率10000倍观察由此得到的银粉,结果确认到银粉的形状为球状。此外,对于所得的球状银粉,通过与实施例1同样的方法测定BET比表面积和粒度分布,测定基于热机械分析(TMA)的收缩率,算出灼烧减量值(Ig-loss),求出微晶直径(Dx)。其结果是,BET比表面积为 $0.60\text{m}^2/\text{g}$,累积10%粒径(D_{10})、累积50%粒径(D_{50})和累积90%粒径(D_{90})分别为 $0.9\mu\text{m}$ 、 $1.5\mu\text{m}$ 和 $2.3\mu\text{m}$ 。此外,基于TMA的收缩率达到50%的温度为 441°C ,灼烧减量值(Ig-loss)为0.95%,微晶直径(Dx)为255埃。

[0114] 此外,使用所得的球状银粉,通过与实施例2同样的方法制作导电性糊料和导电膜,测定平均厚度和电阻值,算出体积电阻率,结果是烧成时的峰温度为 770°C 时的导电膜的平均厚度为 $15.2\mu\text{m}$ 、电阻值为 0.358Ω 、体积电阻率为 $2.47\mu\Omega\cdot\text{cm}$,烧成时的峰温度为 720°C 时的导电膜的平均厚度为 $15.6\mu\text{m}$ 、电阻值为 0.370Ω 、体积电阻率为 $2.62\mu\Omega\cdot\text{cm}$ 。

[0115] [比较例5]

[0116] 向3.5L的以银离子计为0.12摩尔/L的硝酸银水溶液中添加155g浓度为28质量%的工业用氨水,得到银氨络合物溶液。向该银氨络合物溶液中添加5.5g的浓度20质量%的氢氧化钠水溶液以调整pH后,将液温维持在 20°C ,添加将作为还原剂的37质量%的福尔马林水溶液240g用纯水144g稀释而得的水溶液,充分搅拌,得到包含银粒子的浆料。向该浆料中添加将L-苯丙氨酸(和光纯药工业株式会社制的特级,分子量165.19、中性、碳数9)溶解于纯水而得的2.4质量%的L-苯丙氨酸水溶液13.99g(相对于银为0.68质量%的L-苯丙氨酸)后,添加作为表面处理剂的15.5质量%的硬脂酸溶液0.635g,充分搅拌后,停止搅拌,使银粒子沉降,对该银粒子沉淀后的液体进行过滤、水洗,使其干燥后,进行破碎,得到银粉。

[0117] 用扫描型电子显微镜(SEM)以倍率10000倍观察由此得到的银粉,结果确认到银粉的形状为球状。此外,对于所得的球状银粉,通过与实施例1同样的方法测定BET比表面积和粒度分布,进行表面和内部的分析,测定基于热机械分析(TMA)的收缩率,算出灼烧减量值(Ig-loss),求出微晶直径(Dx)。其结果是,BET比表面积为 $0.55\text{m}^2/\text{g}$,累积10%粒径(D_{10})、累积50%粒径(D_{50})和累积90%粒径(D_{90})分别为 $1.0\mu\text{m}$ 、 $1.4\mu\text{m}$ 和 $2.1\mu\text{m}$,虽然确认到在表面存在0.005质量%的L-苯丙氨酸,但是没有确认到在粒子的内部含有L-苯丙氨酸。此外,基于

TMA的收缩率达到50%的温度为461℃,灼烧减量值(Ig-loss)为0.87%,微晶直径(Dx)为285埃。

[0118] 此外,使用所得的球状银粉,通过与实施例2同样的方法制作导电性糊料和导电膜,测定平均厚度和电阻值,算出体积电阻率,结果是烧成时的峰温度为770℃时的导电膜的平均厚度为14.5μm、电阻值为0.356 Ω、体积电阻率为2.35μΩ·cm,烧成时的峰温度为720℃时的导电膜的平均厚度为14.2μm、电阻值为0.373 Ω、体积电阻率为2.41μΩ·cm。

[0119] [实施例13]

[0120] 向3.3L的以银离子计为0.13摩尔/L的硝酸银水溶液中添加162g浓度为28质量%的工业用氨水,得到银氨络合物溶液。向该银氨络合物溶液中添加5.86g的浓度20质量%的氢氧化钠水溶液以调整pH后,添加在3.76g的浓度2.0质量%的氢氧化钠水溶液中溶解有L-色氨酸(和光纯药工业株式会社制,分子量204.23、中性、碳数11)的7质量%的L-色氨酸水溶液6.54g(相对于银为0.84质量%的L-色氨酸),将液温维持在28℃,添加将作为还原剂的37质量%福尔马林水溶液240g用纯水144g稀释而得的水溶液,充分搅拌,得到包含银粒子的浆料。向该浆料中添加0.614g的15.5质量%硬脂酸水溶液作为表面处理剂,在充分搅拌后,停止搅拌,使银粒子沉降,对该银粒子沉淀后的液体进行过滤、水洗,使其干燥后,进行破碎,得到银粉。

[0121] 用扫描型电子显微镜(SEM)以倍率10000倍观察由此得到的银粉,结果确认到银粉的形状为球状。此外,对于所得的球状银粉,通过与实施例1同样的方法测定BET比表面积和粒度分布,测定基于热机械分析(TMA)的收缩率,算出灼烧减量值(Ig-loss),求出微晶直径(Dx)。其结果是,BET比表面积为0.62m²/g,累积10%粒径(D₁₀)、累积50%粒径(D₅₀)和累积90%粒径(D₉₀)分别为1.1μm、1.9μm和3.1μm。此外,基于TMA的收缩率达到50%的温度为401℃,灼烧减量值(Ig-loss)为1.51%,微晶直径(Dx)为190埃。

[0122] 此外,使用所得的球状银粉,通过与实施例2同样的方法制作导电性糊料和导电膜,测定平均厚度和电阻值,算出体积电阻率,结果是烧成时的峰温度为770℃时的导电膜的平均厚度为13.7μm、电阻值为0.330 Ω、体积电阻率为2.05μΩ·cm,烧成时的峰温度为720℃时的导电膜的平均厚度为14.0μm、电阻值为0.337 Ω、体积电阻率为2.14μΩ·cm。

[0123] [实施例14]

[0124] 向3.3L的以银离子计为0.13摩尔/L的硝酸银水溶液中添加162g浓度为28质量%的工业用氨水,得到银氨络合物溶液。向该银氨络合物溶液中添加6.79g的浓度20质量%的氢氧化钠水溶液以调整pH后,添加在2.03g的浓度2.0质量%的氢氧化钠水溶液中溶解有L-色氨酸(和光纯药工业株式会社制,分子量204.23、中性、碳数11)的7质量%的L-色氨酸水溶液2.18g(相对于银为0.28质量%的L-色氨酸),将液温维持在28℃,添加将作为还原剂的37质量%福尔马林水溶液250g用纯水125g稀释而得的水溶液,充分搅拌,得到包含银粒子的浆料。向该浆料中添加0.614g的15.5质量%硬脂酸水溶液作为表面处理剂,在充分搅拌后,停止搅拌,使银粒子沉降,对该银粒子沉淀后的液体进行过滤、水洗,使其干燥后,进行破碎,得到银粉。

[0125] 用扫描型电子显微镜(SEM)以倍率10000倍观察由此得到的银粉,结果确认到银粉的形状为球状。此外,对于所得的球状银粉,通过与实施例1同样的方法测定BET比表面积和粒度分布,测定基于热机械分析(TMA)的收缩率,算出灼烧减量值(Ig-loss),求出微晶直径

(D_x)。其结果是,BET比表面积为0.58m²/g,累积10%粒径(D₁₀)、累积50%粒径(D₅₀)和累积90%粒径(D₉₀)分别为1.0μm、1.7μm和2.6μm。此外,基于TMA的收缩率达到50%的温度为425℃,灼烧减量值(Ig-loss)为1.21%,微晶直径(D_x)为235埃。

[0126] 此外,使用所得的球状银粉,通过与实施例2同样的方法制作导电性糊料和导电膜,测定平均厚度和电阻值,算出体积电阻率,结果是烧成时的峰温度为770℃时的导电膜的平均厚度为13.6μm、电阻值为0.329Ω、体积电阻率为2.03μΩ·cm,烧成时的峰温度为720℃时的导电膜的平均厚度为14.1μm、电阻值为0.330Ω、体积电阻率为2.12μΩ·cm。

[0127] [比较例6]

[0128] 向3.3L的以银离子计为0.13摩尔/L的硝酸银水溶液中添加162g浓度为28质量%的工业用氨水,得到银氨络合物溶液。向该银氨络合物溶液中添加7.5g的浓度20质量%的氢氧化钠水溶液以调整pH后,将液温维持在28℃,添加将作为还原剂的37质量%的福尔马林水溶液250g用纯水125g稀释而得的水溶液,充分搅拌,得到包含银粒子的浆料。向该浆料中添加0.614g的15.5质量%硬脂酸水溶液作为表面处理剂,在充分搅拌后,停止搅拌,使银粒子沉降,对该银粒子沉淀后的液体进行过滤、水洗,使其干燥后,进行碎解,得到银粉。

[0129] 用扫描型电子显微镜(SEM)以倍率10000倍观察由此得到的银粉,结果确认到银粉的形状为球状。此外,对于所得的球状银粉,通过与实施例1同样的方法测定BET比表面积和粒度分布,测定基于热机械分析(TMA)的收缩率,算出灼烧减量值(Ig-loss),求出微晶直径(D_x)。其结果是,BET比表面积为0.51m²/g,累积10%粒径(D₁₀)、累积50%粒径(D₅₀)和累积90%粒径(D₉₀)分别为1.1μm、1.7μm和2.6μm。此外,基于TMA的收缩率达到50%的温度为463℃,灼烧减量值(Ig-loss)为0.73%,微晶直径(D_x)为305埃。

[0130] 此外,使用所得的球状银粉,通过与实施例2同样的方法制作导电性糊料和导电膜,测定平均厚度和电阻值,算出体积电阻率,结果是烧成时的峰温度为770℃时的导电膜的平均厚度为13.6μm、电阻值为0.352Ω、体积电阻率为2.18μΩ·cm,烧成时的峰温度为720℃时的导电膜的平均厚度为14.0μm、电阻值为0.367Ω、体积电阻率为2.33μΩ·cm。

[0131] [实施例15]

[0132] 向3.3L的以银离子计为0.12摩尔/L的硝酸银水溶液中添加172g浓度为28质量%的工业用氨水,得到银氨络合物溶液。向该银氨络合物溶液中添加5.3g的浓度20质量%的氢氧化钠水溶液以调整pH后,添加在5.56g的浓度2.0质量%的氢氧化钠水溶液中溶解有L-色氨酸(和光纯药工业株式会社制,分子量204.23、中性、碳数11)的7质量%的L-色氨酸水溶液5.98g(相对于银为0.84质量%的L-色氨酸),将液温维持在40℃,添加将作为还原剂的37质量%福尔马林水溶液241g用纯水193g稀释而得的水溶液,充分搅拌,得到包含银粒子的浆料。向该浆料中添加0.785g的13.1质量%油酸水溶液作为表面处理剂,在充分搅拌后,停止搅拌,使银粒子沉降,对该银粒子沉淀后的液体进行过滤、水洗,使其干燥后,进行碎解,得到银粉。

[0133] 用扫描型电子显微镜(SEM)以倍率10000倍观察由此得到的银粉,结果确认到银粉的形状为球状。此外,对于所得的球状银粉,通过与实施例1同样的方法测定BET比表面积和粒度分布,测定基于热机械分析(TMA)的收缩率,算出灼烧减量值(Ig-loss),求出微晶直径(D_x)。其结果是,BET比表面积为0.51m²/g,累积10%粒径(D₁₀)、累积50%粒径(D₅₀)和累积90%粒径(D₉₀)分别为1.3μm、2.4μm和3.8μm。此外,基于TMA的收缩率达到50%的温度为421

℃,灼烧减量值(Ig-loss)为1.57%,微晶直径(Dx)为205埃。

[0134] 此外,除了使用所得的球状银粉、将高速烧成IR炉的进出时间设为35秒以外,通过与实施例2同样的方法制作导电性糊料和导电膜,测定平均厚度和电阻值,算出体积电阻率,结果是烧成时的峰温度为770℃时的导电膜的平均厚度为13.3μm、电阻值为0.329Ω、体积电阻率为1.99μΩ·cm,烧成时的峰温度为720℃时的导电膜的平均厚度为14.4μm、电阻值为0.338Ω、体积电阻率为2.22μΩ·cm。

[0135] [比较例7]

[0136] 向3.3L的以银离子计为0.12摩尔/L的硝酸银水溶液中添加172g浓度为28质量%的工业用氨水,得到银氨络合物溶液。向该银氨络合物溶液中添加6.8g的浓度20质量%的氢氧化钠水溶液以调整pH后,将液温维持在40℃,添加将作为还原剂的37质量%的福尔马林水溶液241g用纯水193g稀释而得的水溶液,充分搅拌,得到包含银粒子的浆料。向该浆料中添加0.785g的13.1质量%油酸水溶液作为表面处理剂,在充分搅拌后,停止搅拌,使银粒子沉降,对该银粒子沉淀后的液体进行过滤、水洗,使其干燥后,进行破碎,得到银粉。

[0137] 用扫描型电子显微镜(SEM)以倍率10000倍观察由此得到的银粉,结果确认到银粉的形状为球状。此外,对于所得的球状银粉,通过与实施例1同样的方法测定BET比表面积和粒度分布,测定基于热机械分析(TMA)的收缩率,算出灼烧减量值(Ig-loss),求出微晶直径(Dx)。其结果是,BET比表面积为0.39m²/g,累积10%粒径(D₁₀)、累积50%粒径(D₅₀)和累积90%粒径(D₉₀)分别为1.5μm、2.4μm和4.0μm。此外,基于TMA的收缩率达到50%的温度为476℃,灼烧减量值(Ig-loss)为0.53%,微晶直径(Dx)为335埃。

[0138] 此外,使用所得的球状银粉,通过与实施例15同样的方法制作导电性糊料和导电膜,测定平均厚度和电阻值,算出体积电阻率,结果是烧成时的峰温度为770℃时的导电膜的平均厚度为13.2μm、电阻值为0.370Ω、体积电阻率为2.22μΩ·cm,烧成时的峰温度为720℃时的导电膜的平均厚度为14.4μm、电阻值为0.375Ω、体积电阻率为2.46μΩ·cm。

[0139] [实施例16]

[0140] 向3.3L的以银离子计为0.12摩尔/L的硝酸银水溶液中添加150g浓度为28质量%的工业用氨水,得到银氨络合物溶液。向该银氨络合物溶液中添加6.2g的浓度20质量%的氢氧化钠水溶液以调整pH后,添加在5.56g的浓度2.0质量%的氢氧化钠水溶液中溶解有L-色氨酸(和光纯药工业株式会社制,分子量204.23、中性、碳数11)的7质量%的L-色氨酸水溶液5.98g(相对于银为0.84质量%的L-色氨酸),将液温维持在20℃,添加将作为还原剂的37质量%福尔马林水溶液230g用纯水207g稀释而得的水溶液,充分搅拌,得到包含银粒子的浆料。向该浆料中添加0.396g的2.0质量%苯并三唑水溶液作为表面处理剂,在充分搅拌后,停止搅拌,使银粒子沉降,对该银粒子沉淀后的液体进行过滤、水洗,使其干燥后,进行破碎,得到银粉。

[0141] 用扫描型电子显微镜(SEM)以倍率10000倍观察由此得到的银粉,结果确认到银粉的形状为球状。此外,对于所得的球状银粉,通过与实施例1同样的方法测定BET比表面积和粒度分布,测定基于热机械分析(TMA)的收缩率,算出灼烧减量值(Ig-loss),求出微晶直径(Dx)。其结果是,BET比表面积为1.05m²/g,累积10%粒径(D₁₀)、累积50%粒径(D₅₀)和累积90%粒径(D₉₀)分别为0.6μm、1.3μm和2.0μm。此外,基于TMA的收缩率达到50%的温度为396℃,灼烧减量值(Ig-loss)为1.67%,微晶直径(Dx)为170埃。

[0142] 此外,除了使用所得的球状银粉、在预混炼时还混合0.39g的2,2,4-三甲基-1,3-戊二醇单异丁酸酯以外,通过与实施例15同样的方法,制作导电性糊料和导电膜,测定平均厚度和电阻值,算出体积电阻率,结果是烧成时的峰温度为770℃时的导电膜的平均厚度为11.1μm、电阻值为0.391Ω、体积电阻率为1.98μΩ·cm,烧成时的峰温度为720℃时的导电膜的平均厚度为11.4μm、电阻值为0.405Ω、体积电阻率为2.11μΩ·cm。

[0143] [比较例8]

[0144] 向3.3L的以银离子计为0.12摩尔/L的硝酸银水溶液中添加150g浓度为28质量%的工业用氨水,得到银氨络合物溶液。向该银氨络合物溶液中添加6.8g的浓度20质量%的氢氧化钠水溶液以调整pH后,将液温维持在20℃,添加将作为还原剂的37质量%的福尔马林水溶液230g用纯水207g稀释而得的水溶液,充分搅拌,得到包含银粒子的浆料。向该浆料中添加0.396g的2.0质量%苯并三唑水溶液作为表面处理剂,在充分搅拌后,停止搅拌,使银粒子沉降,对该银粒子沉淀后的液体进行过滤、水洗,使其干燥后,进行破碎,得到银粉。

[0145] 用扫描型电子显微镜(SEM)以倍率10000倍观察由此得到的银粉,结果确认到银粉的形状为球状。此外,对于所得的球状银粉,通过与实施例1同样的方法测定BET比表面积和粒度分布,测定基于热机械分析(TMA)的收缩率,算出灼烧减量值(Ig-loss),求出微晶直径(Dx)。其结果是,BET比表面积为0.84m²/g,累积10%粒径(D₁₀)、累积50%粒径(D₅₀)和累积90%粒径(D₉₀)分别为0.8μm、1.3μm和2.0μm。此外,基于TMA的收缩率达到50%的温度为453℃,灼烧减量值(Ig-loss)为0.83%,微晶直径(Dx)为260埃。

[0146] 此外,除了使用所得的球状银粉、在预混炼时还混合0.39g的2,2,4-三甲基-1,3-戊二醇单异丁酸酯以外,通过与实施例15同样的方法,制作导电性糊料和导电膜,测定平均厚度和电阻值,算出体积电阻率,结果是烧成时的峰温度为770℃时的导电膜的平均厚度为11.1μm、电阻值为0.400Ω、体积电阻率为2.02μΩ·cm,烧成时的峰温度为720℃时的导电膜的平均厚度为11.5μm、电阻值为0.419Ω、体积电阻率为2.19μΩ·cm。

[0147] 这些实施例和比较例中得到的球状银粉的特性示于表1~表3中。此外,将利用扫描型电子显微镜(SEM)(日本电子株式会社制的JSM-IT300LV)以1万倍观察实施例2、4、6、8、10、12和比较例2、4、5中所得的球状银粉而得的SEM照片分别示于图1~图9中,将利用扫描型电子显微镜(SEM)以1万倍观察实施例13~16中所得的球状银粉而得的SEM照片分别示于图10~图13中。

[0148] [表1]

[0149]

	氨基酸			表面处理剂
	种类	碳数	添加量 (质量%)	
实施例 1	L-苯丙氨酸(中性)	9	0.68	—
实施例 2	L-苯丙氨酸(中性)	9	0.68	硬脂酸
实施例 3	L-色氨酸 (中性)	11	0.84	—
实施例 4	L-色氨酸 (中性)	11	0.84	硬脂酸
实施例 5	L-酪氨酸 (中性)	9	0.75	—
实施例 6	L-酪氨酸 (中性)	9	0.75	硬脂酸
实施例 7	L-脯氨酸 (中性)	5	0.47	—
实施例 8	L-脯氨酸 (中性)	5	0.47	硬脂酸
实施例 9	L-精氨酸 (碱性)	6	0.72	—
实施例 10	L-精氨酸 (碱性)	6	0.72	硬脂酸
实施例 11	L-组氨酸 (碱性)	6	0.64	—
实施例 12	L-组氨酸 (碱性)	6	0.64	硬脂酸
实施例 13	L-色氨酸 (中性)	11	0.84	硬脂酸
实施例 14	L-色氨酸 (中性)	11	0.28	硬脂酸
实施例 15	L-色氨酸 (中性)	11	0.84	油酸
实施例 16	L-色氨酸 (中性)	11	0.84	苯并三唑
比较例 1	—	—	—	—
比较例 2	—	—	—	硬脂酸
比较例 3	L-丙氨酸 (中性)	3	0.37	—
比较例 4	L-丙氨酸 (中性)	3	0.37	硬脂酸
比较例 5	后添加 L-苯丙氨酸(中性)	9	0.68	硬脂酸
比较例 6	—	—	—	硬脂酸
比较例 7	—	—	—	油酸
比较例 8	—	—	—	苯并三唑

[0150] [表2]

[0151]

	BET (m ² /g)	粒度分布(μm)			粒子内部的 氨基酸 (质量%)	TMA (°C)	Ig-loss (%)	D _x (Å)
		D ₁₀	D ₅₀	D ₉₀				
实施例 1	0.55	1.2	2.1	3.9	0.0008	439	1.18	225
实施例 2	0.72	0.9	1.4	2.1	0.0018	402	1.14	270
实施例 3	1.22	0.7	1.4	2.5	0.54	380	1.46	175
实施例 4	0.70	1.0	1.7	2.7	0.132	388	1.53	190
实施例 5	0.99	0.8	1.6	2.9	0.0020	417	1.35	190
实施例 6	0.60	1.0	1.7	2.8	0.0002	381	1.29	210
实施例 7	0.81	0.8	1.7	3.0	0.00003	457	0.85	250
实施例 8	0.53	1.0	1.6	2.5	0.0009	446	0.88	270
实施例 9	1.05	0.8	1.6	2.8	0.00004	436	1.20	220
实施例 10	0.62	0.9	1.7	2.7	0.0001	415	1.63	220
实施例 11	1.47	0.8	1.5	2.6	0.00035	420	1.12	195
实施例 12	1.55	0.9	1.7	2.7	0.00023	390	1.25	205
实施例 13	0.62	1.1	1.9	3.1	—	401	1.51	190
实施例 14	0.58	1.0	1.7	2.6	—	425	1.21	235
实施例 15	0.51	1.3	2.4	3.8	—	421	1.57	205
实施例 16	1.05	0.6	1.3	2.0	—	396	1.67	170
比较例 1	0.77	0.8	1.5	2.3	—	462	0.65	305
比较例 2	0.55	0.9	1.4	2.1	—	461	0.88	290
比较例 3	0.66	1.1	2.0	3.7	0.00002	477	0.78	265
比较例 4	0.60	0.9	1.5	2.3	—	441	0.95	255
比较例 5	0.55	1.0	1.4	2.1	0	461	0.87	285
比较例 6	0.51	1.1	1.7	2.6	—	463	0.73	305
比较例 7	0.39	1.5	2.4	4.0	—	476	0.53	335
比较例 8	0.84	0.8	1.3	2.0	—	453	0.83	260

[0152] [表3]

	峰温度 770℃		峰温度 720℃		
	膜厚 (μ m)	体积电阻率 (μ Ω · cm)	膜厚 (μ m)	体积电阻率 (μ Ω · cm)	
[0153]	实施例 2	15.4	2.01	15.5	2.12
	实施例 4	15.2	2.11	14.7	2.03
	实施例 6	15.6	2.17	15.8	2.29
	实施例 8	14.9	2.17	15.1	2.26
	实施例 10	13.9	2.09	14.1	2.09
	实施例 12	13.7	2.17	14.2	2.32
	实施例 13	13.7	2.05	14.0	2.14
	实施例 14	13.6	2.03	14.1	2.12
	实施例 15	13.3	1.99	14.4	2.22
	实施例 16	11.1	1.98	11.4	2.11
	比较例 2	15.5	2.55	15.2	2.65
	比较例 4	15.2	2.47	15.6	2.62
	比较例 5	14.5	2.35	14.2	2.41
	比较例 6	13.6	2.18	14.0	2.33
	比较例 7	13.2	2.22	14.4	2.46
	比较例 8	11.7	2.02	11.5	2.19

[0154] 产业上利用的可能性

[0155] 本发明的球状银粉可作为能够在较低温度下烧成的球状银粉用于制作导电性糊料,通过丝网印刷等将包含该球状银粉的导电性糊料印刷在基板上,可用于太阳能电池、芯片部件、触摸屏等电子部件的电极及电路,以及电磁波屏蔽材料等。

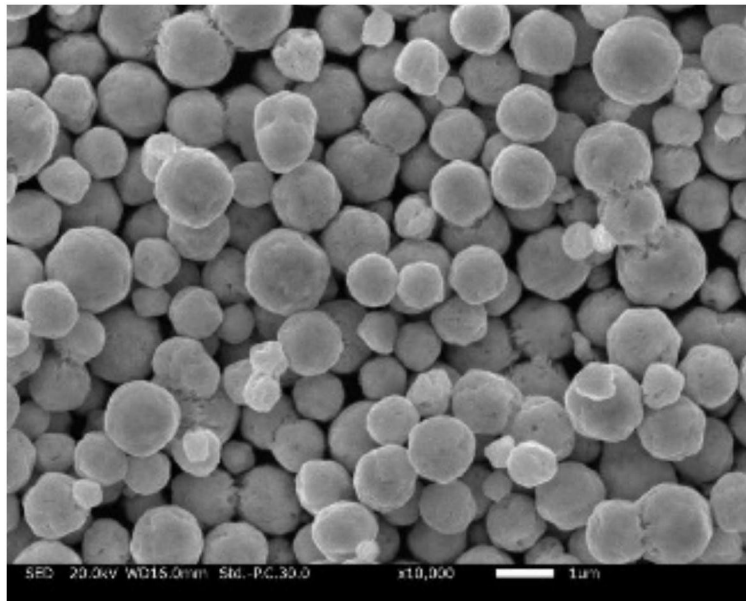


图1

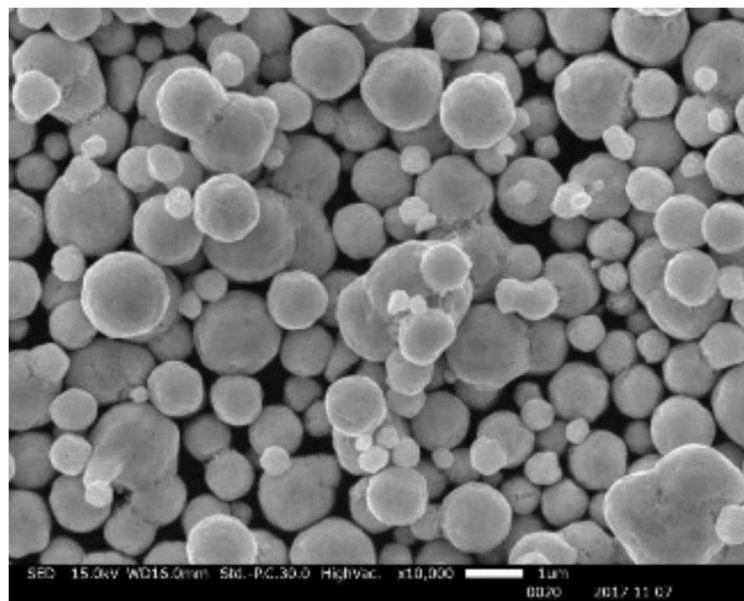


图2

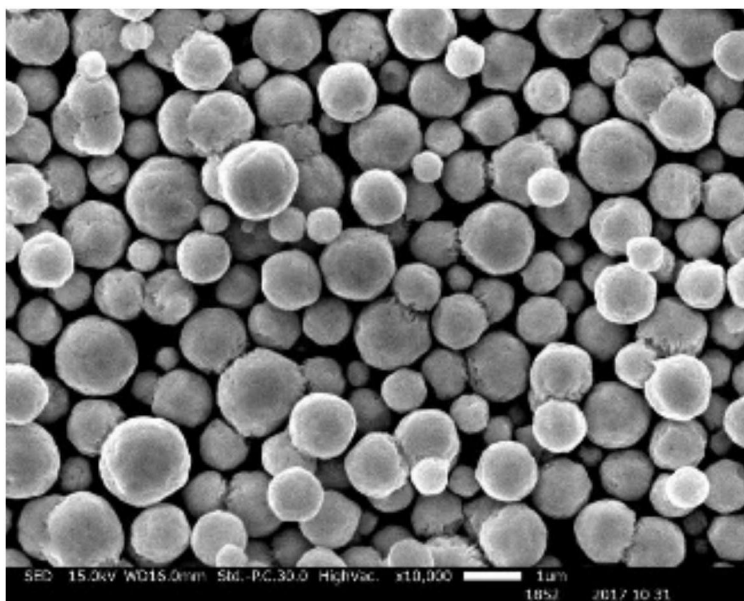


图3

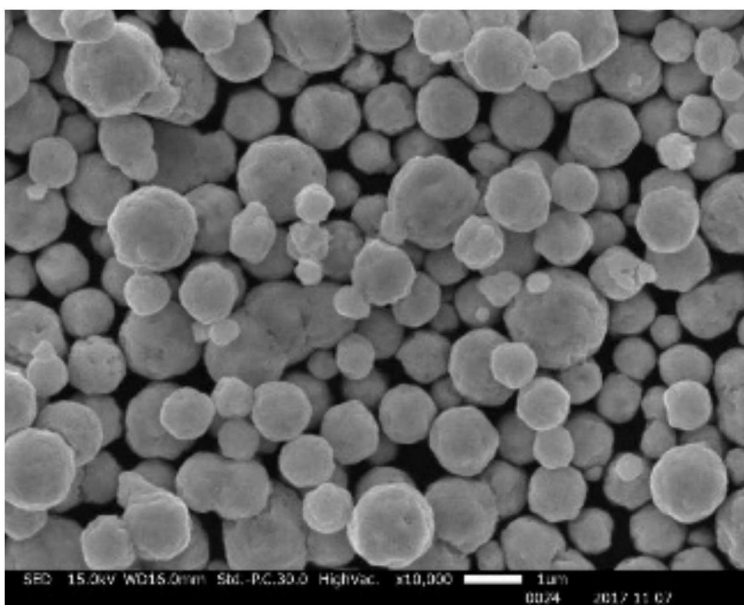


图4

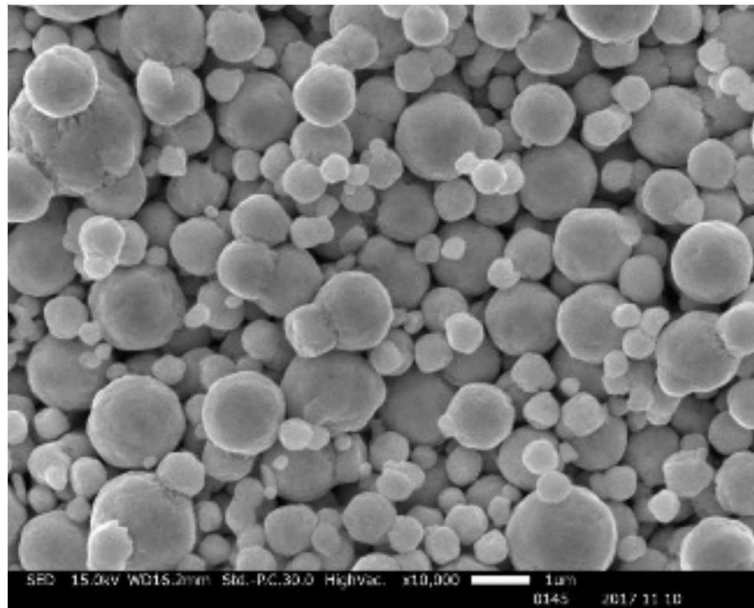


图5

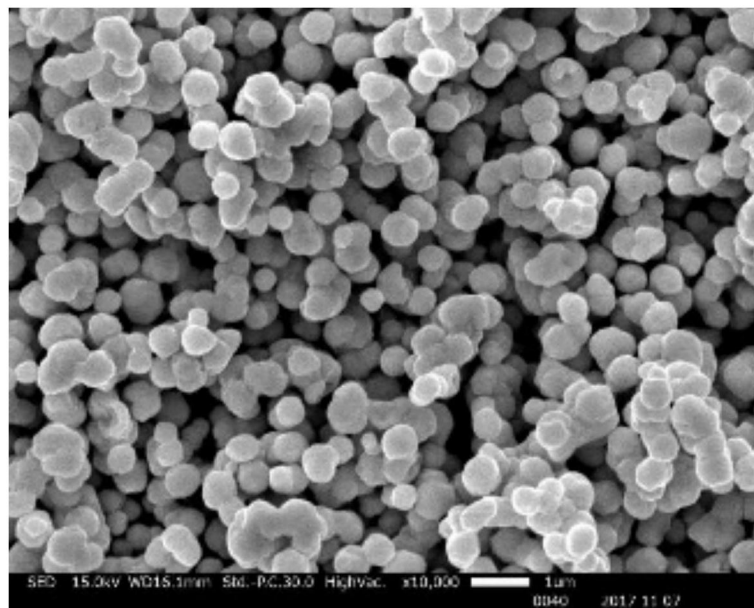


图6

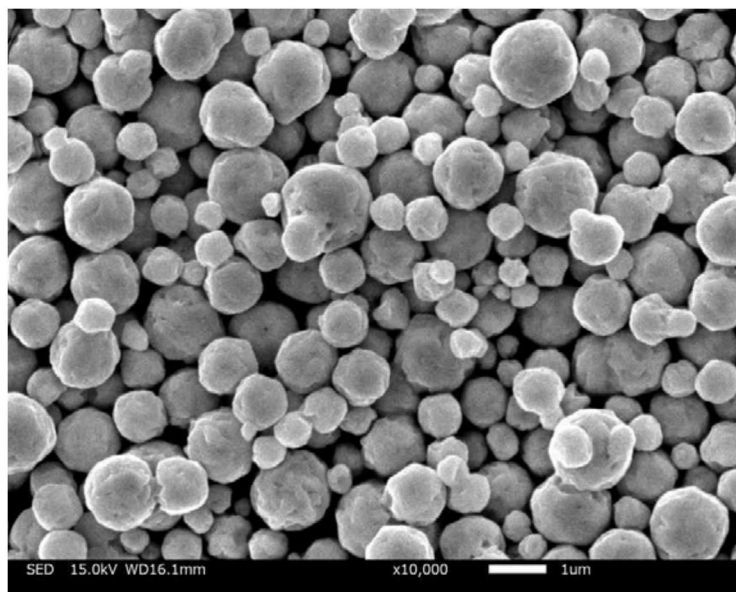


图7

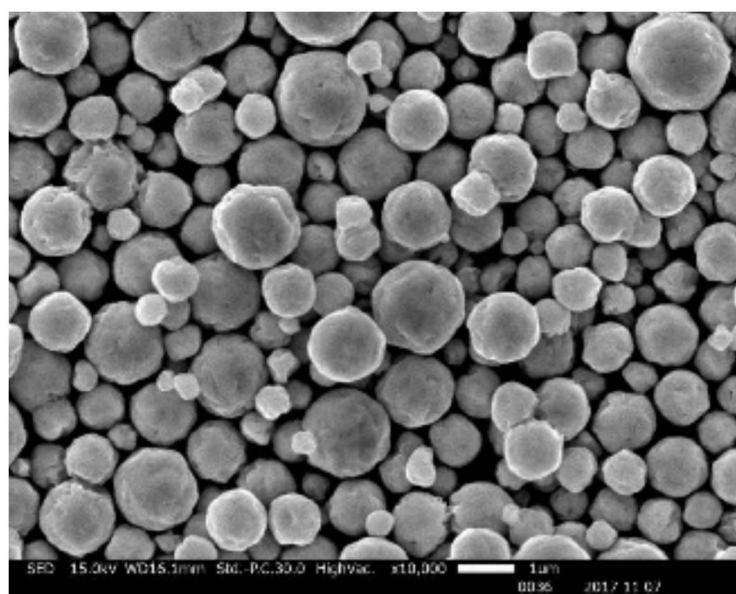


图8

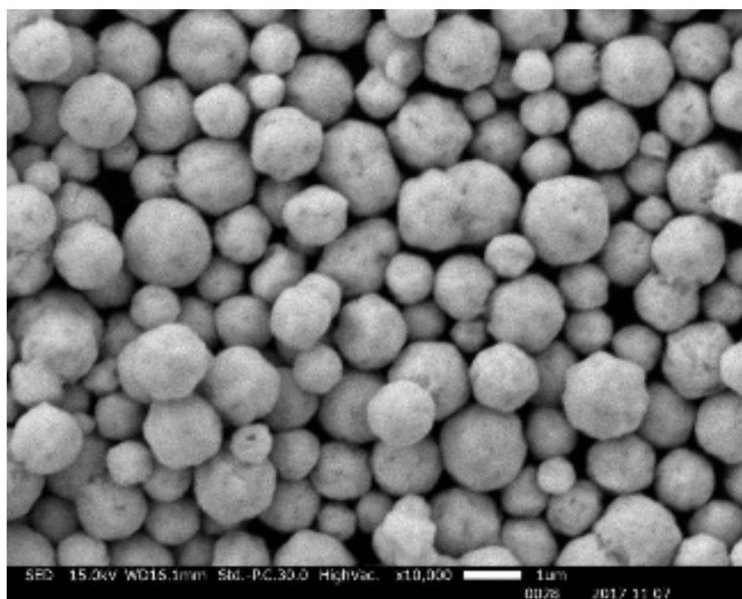


图9

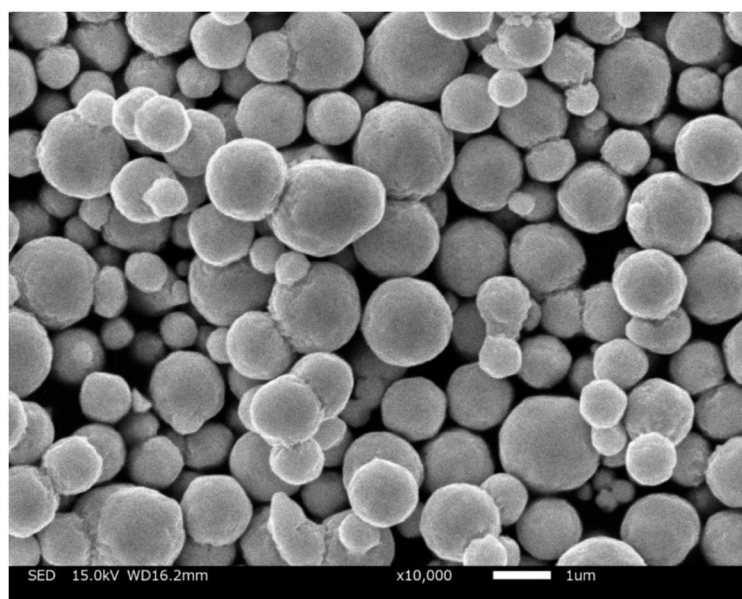


图10

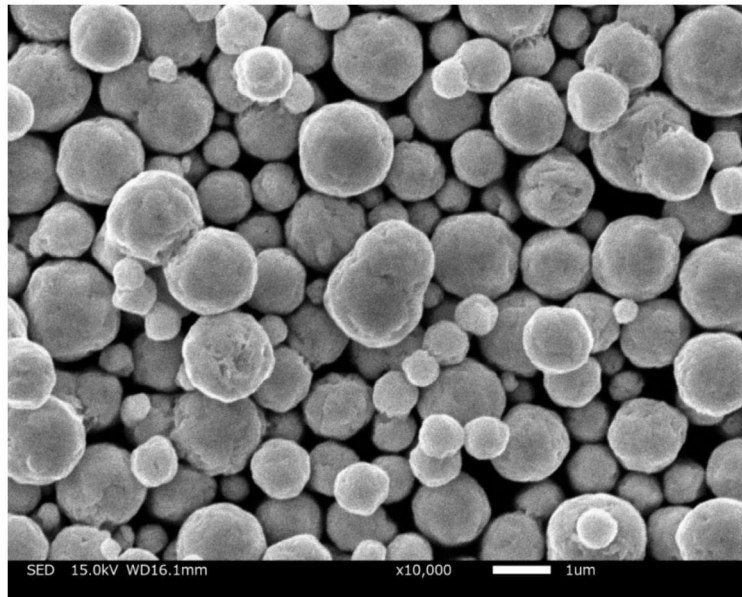


图11

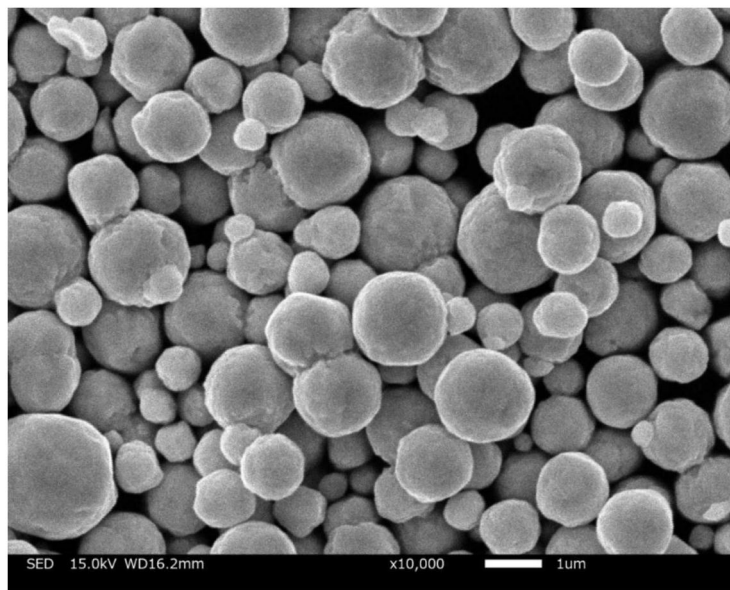


图12

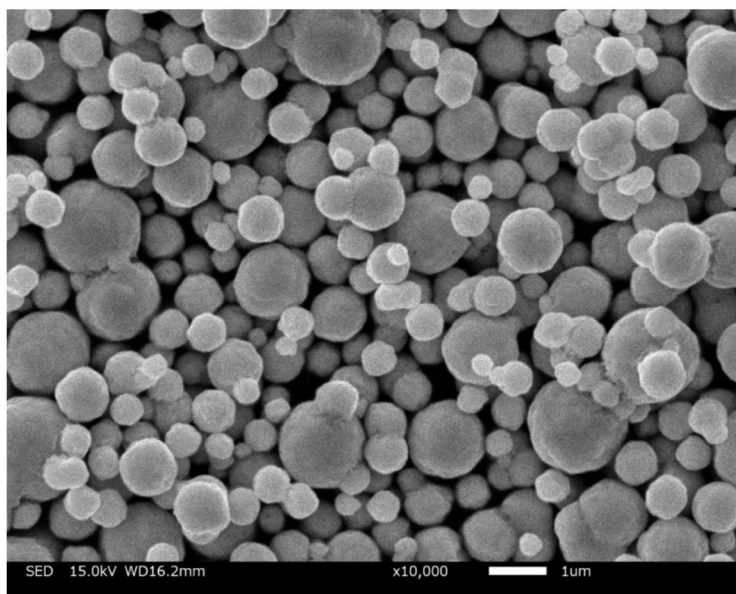


图13