

發明專利說明書

(本說明書格式、順序，請勿任意更動)

【發明名稱】(中文/英文)

銅粉

COPPER POWDER

【技術領域】

【0001】 本發明係關於一種可使用來作為各種用途所使用的導電材料之銅粉，例如於電路的形成或可使用於陶瓷電容器的外部電極之形成之導電性膏劑，可使用來作為導電填充劑之銅粉。

【先前技術】

【0002】 作為形成電子元件等電極或電路之方法，將作為導電性材料的銅粉分散於膏劑之導電膏劑印刷於基板後，使該膏劑經過燒成或熟化並硬化而形成電路之方法已為人所知。

此種導電膏劑係由樹脂系黏結劑與溶劑所構成之媒液(vehicle)中分散有導電填充劑之流動性組成物，廣泛被使用於電路的形成或陶瓷電容器的外部電極之形成等。

【0003】 於此種導電膏劑中，係有：存在有以樹脂的硬化來加壓黏著導電性填充劑並確保導通之樹脂硬化型、及以煅燒來揮發有機成分並燒結導電性填充劑而確保導通之煅燒型。

【0004】 前者的樹脂硬化型導電膏劑，一般而言，為含有由金屬粉末所構成之導電填充劑、及由環氧樹脂等

熱硬化性樹脂所構成之有機黏結劑之膏劑狀組成物，且藉由加熱而使熱硬化型樹脂與導電填充劑一起硬化收縮，然後經由樹脂而使導電填充劑彼此間被壓黏，成為接觸狀態，並確保導通性者。此種樹脂硬化型導電性膏劑可在 100°C 至頂多 200°C 之較低溫的區域進行處理，且熱損傷較少，故可使用於印刷配線基板或不耐熱的樹脂基板等。

【0005】 另一方面。後者的燒成型導電膏劑為使由金屬粉末所構成之導電填充劑與玻璃粉料(glass frit)分散於有機媒液而成之膏劑狀組成物，以 500 至 900°C 進行燒成，以使有機媒液揮發，進一步藉由燒結導電填充劑可確保導通性者。此時，玻璃粉料具有使此導電膜接著於基板之作用，有機媒液係作用為用以使金屬粉末及玻璃粉料印刷之有機液體介質。

燒成型導電膏劑由於燒成溫度高，故無法使用於印刷配線基板或樹脂材料中，但因為燒結後金屬一體化，故可實現低阻抗化，例如使用於積層陶瓷電容器的外部電極等。

【0006】 作為樹脂硬化型導電膏劑及高溫燒成型導電膏劑之任一者中，以往大多採用銅粉導電填充劑。銅粉不僅便宜，而且難以產生遷移、耐銲接性優異，故使用銅粉的導電膏劑漸普及化起來。

【0007】 作為此種銅粉的製造方法，已知有：藉還原劑由含有銅鹽的溶液等析出之濕式還原法、使銅鹽加熱氣化並在氣相中進行還原之氣相還原法、使熔融的銅塊在

惰性氣體或水等冷媒中進行急冷而粉末化之噴霧法等。

【0008】 在此等方法中噴霧法係較一般廣泛使用的濕式還原法，更具有可減小所得之銅粉中之雜質的殘留濃度，以及減少所得之銅粉的粒子表面至內部之細孔之優點。因此，利用噴霧法所製造的銅粉，當使用於導電膏劑的導電材料時，具有可減少膏劑硬化時氣體的產生量，以及可大幅抑制氧化的進行之優點。由此種觀點來看，已揭示各種例如利用噴霧法所製造的銅粉(專利文獻 1 至 5)。

【0009】 銅粉中的碳已知成爲膏劑硬化時產生氣體的原因，故已揭示各種著眼於存在銅粉中的碳之銅粉的發明。

例如特許文獻 6 中，揭示一種低碳銅粒子，其特徵雖爲降低碳含量者，卻仍爲微粒且粒度分佈整齊之銅粒子，而碳的含量未達 0.01 重量%，且磷的含量未達 0.01 重量%，變動係數 CV 值爲 10 至 35%，於表面的一部份具有非曲面部之略球狀。

【0010】 專利文獻 7 中，同樣地揭示了一種低碳銅粒子，其特徵雖爲降低碳含量者，卻仍爲微粒且粒度分佈整齊之銅粒子，該碳的含量未達 0.01 重量%，且含有 100 至 1000ppm 之磷，D90 與 D50 之比例 D90/D50 爲 1.3 至 2.5，且一次粒子的平均粒徑 D 爲 0.1 至 4 μ m。

[專利文獻]

【0011】

[專利文獻 1]日本特開 2012-67327 號公報

[專利文獻 2]日本特開 2012-21193 號公報

[專利文獻 3]日本特開 2011-6740 號公報

[專利文獻 4]日本特開 2011-6739 號公報

[專利文獻 5]日本特開 2010-196105 號公報

[專利文獻 6]日本特開 2012-233222 號公報

[專利文獻 7]日本特開 2012-117146 號公報

【發明內容】

(發明欲解決之課題)

【0012】 如上述般，由噴霧法所製造的銅粉，已知使用作為導電膏劑的導電材料時，可抑制燒成膏劑時氣體的產生量至較低。然而，即使欲使用由噴霧法所製造的銅粉，亦有時膏劑燒成時會產生膨脹或破裂。

【0013】 因此，本發明欲提供一種可更有效地抑制膏劑燒成時之產生氣體，並可更進一步抑制膨脹或破裂之新穎的銅粉。

(解決課題之手段)

【0014】 有鑑於此課題，本發明提出一種銅粉，其係銅粉的碳含量為 20 至 60ppm，並且於 X 射線能量散佈光譜法(EDX 測定)中相對於在粒子內部的空隙(void)內所測出之銅的平均譜峰強度(P_{Cu})，在該空隙(void)內所測出之碳的平均譜峰強度(P_C)之碳銅比例 $1(P_C \times 100 / P_{Cu})$ 未達 60%。

(發明之效果)

【0015】 藉由本發明所提出的銅粉，可更有效地抑

制膏劑燒成時之氣體產生，並可更進一步抑制膨脹或破裂。

【圖式簡單說明】

【0016】 第 1 圖係為概念地說明碳銅比例 1 及 2，示意性地顯示於粒子內部具有空隙(void)之銅粉粒子之剖面圖。

【實施方式】

【0017】 其次，根據實施的形態例來說明本發明。惟，本發明並不受限於下列所說明的實施形態。

【0018】 本發明之實施形態的一例之銅粉，係含有具備空隙(void)且碳於空隙(void)內不偏析的銅粉粒子之銅粉(以下稱為「本銅粉」)。

【0019】 (空隙)

本銅粉係含有於粒子內部具備空隙(void)的銅粉粒子之銅粉。本銅粉係於粒子內部具備空隙(void)的銅粉粒子(以下，稱為「銅粒子 A」)為占全銅粉粒子的 1 至 30 個數%左右，其中以 2 個數%以上或 20 個數%以下，尤其是 3 個數%以上或 15 個數%以下為較佳。

將空隙(void)控制成如上述般之粒子個數頻率，可抑制來自孔隙內部的揮發成分所造成之粒子本身的爆裂(popcorn)現象，並且可降低在燒結導電膏劑時因急劇的收縮所造成之龜裂不良。

此外，上述銅粒子 A 的個數%可由電子顯微鏡照片來測量。具體而言，於電子顯微鏡照片中任意選擇 100 個銅粒子，並觀察各個銅粒子的剖面，計算具有 $0.2\ \mu\text{m}$ 以上的

空隙之銅粒子 A 的個數，藉由算出前述 100 個銅粒子中之銅粒子 A 的比率，亦即銅粒子 A 的個數頻率(%)來求出。惟，並不限於 100 個。

【0020】 其中，本銅粉較佳係以含有於粒子內部具備粒子的大小比例較大的空隙(void)之銅粉粒子。

由緩和燒結粒子時的爆裂，降低急劇的體積收縮之觀點來看，較佳為含有於粒子內部具備空隙剖面的銅粉粒子(以下稱為「銅粒子 B」)之銅粉，該空隙剖面係於粒子剖面之剖面積的 30%以上且 50%以下之剖面積。

其中，「銅粒子 B」係以銅粉粒子整體中之 2 個數%以上，其中以 3 個數%以上或 20 個數%以下，尤其是 4 個數%以上或 10 個數%以下的比率佔有之銅粉為進一步更佳。

此外，上述銅粒子 B 的個數%可由電子顯微鏡照片來測量。具體而言，於電子顯微鏡照片中任意選擇 100 個銅粒子，並使用圖像分析軟體而求得粒子剖面積與空隙剖面積之比率，計算該比率為 30%以上且 50%以下之銅粒子 B 的個數，藉由算出前述 100 個銅粒子中之銅粒子 B 的比率，亦即銅粒子 B 的個數頻率(%)來求出。惟，並不限定於 100 個。

【0021】 如此般，為製造含有將空隙占有率控制在既定的範圍內之銅粒子 A 或 B 之銅粉，以例如噴霧法，特別是水噴霧法或氣體噴霧法來進行微粒化較佳。其中，以於使用感應爐而使其熔融後藉噴霧法來進行微粉化者較佳。惟，本銅粉的製造方法並不限定於此等製造方法。

【0022】 (碳含量)

本銅粉之碳含量係以 20ppm 至 60ppm 為較佳，其中，以 45ppm 以下，尤其是 35ppm 以下為較佳。

本銅粉所含有之碳可想定為例如起因於脫氧劑的碳。惟，並不限定於此。

所含有的碳含量高於 60ppm 時，氣體產生的影響變顯著。又，低於 20ppm 時，於銅熔液中容易殘留氧，且粒子的氧含量會上升，故作為導電性材料較不佳。

相對於此，若為 20ppm 至 60ppm 左右的碳含量，使本銅粉來製作導電膏劑時，可有效地抑制在膏劑燒成時之氣體產生。

此外，碳含量可利用加熱爐燃燒-紅外線吸收法來進行測定。

【0023】 (空隙內碳含量)

關於本銅粉係於 X 射線能量散佈光譜法(EDX 測定)中相對於在粒子內部的空隙(void)內所測出之銅的平均譜峰強度(P_{Cu})，以該空隙(void)內所測出之碳的平均譜峰強度(P_C)之銅炭素比例 $1(P_C \times 100 / P_{Cu})$ 未達 60% 為較佳。

在此的「在粒子內部之空隙(void)內所測出之銅的平均譜峰強度(P_{Cu})」及「在該空隙(void)內所測出之碳的平均譜峰強度(P_C)」均為具有空隙的銅粉粒子之平均值。碳銅比例 $1(P_C \times 100 / P_{Cu})$ 亦為具有空隙的銅粉粒子之平均值。

此外，於本發明中所測定之 X 射線能量散佈光譜法(EDX 測定)之各譜峰測定條件係由使加速電壓設為 10kV 之

二次電子像所得到。

又，銅的譜峰係藉由處理於 $K\alpha$ 線的 8.040keV 及 $L\alpha$ 線的 0.930keV 顯現之特性 X 射線之能量而求得，而碳的譜峰係藉由處理於 $K\alpha$ 線的 0.277keV 顯現特性 X 射線之能量而求得。

【0024】 若碳於空隙(void)內偏析，於進行粒子燒結時會局部產生二氧化碳氣體，成為燒成膜膨脹或破裂的原因。因此，為免殘留於粒子內部的碳偏析而使其分散，可得知能更有效地抑制二氧化碳氣體的產生，且能抑膨脹或破裂。

由此觀點來看，本銅粉的碳銅比例 $1(P_{C1}\times 100/P_{Cu1})$ 係以未達 60% 為較佳，其中，以 50% 以下，尤其是 25% 以下為更佳。

【0025】 以使本銅粉的碳銅比例 $1(P_{C1}\times 100/P_{Cu1})$ 成為未達 60% 的方式，為以免碳於空隙(void)內偏析而使其分散，可列舉例如縮小脫氧劑的粒徑、或提高熔解溫度、或提高攪拌速度等而提高脫氧劑的分散性之方法。惟，並不限定於此等方法。

【0026】 (空隙外碳含量)

關於本銅粉係於 X 射線能量散佈光譜法(EDX 測定)中，相對於在粒子內部的空隙(void)外所測出之銅的平均譜峰強度(P_{Cu2})，在該空隙(void)外所測出之碳的平均譜峰強度(P_{C2})之銅碳比例 $2(P_{C2}\times 100/P_{Cu2})$ 為 10 至 40% 較佳，其中，以 13% 以上或 37% 以下，其中，尤其以 15 以上 35% 以下為

更佳。

在此的「在粒子內部的空隙(void)外所測出之銅的平均譜峰強度(P_{Cu2})」及「在該空隙(void)外所測出之銅的平均譜峰強度(P_{C2})」均為具有空隙的銅粉粒子之平均值。碳銅比例 2($P_{C2} \times 100 / P_{Cu2}$)亦為具有空隙的銅粉粒子之平均值。

【0027】 (空隙內外碳含量比例)

相對於前述碳銅比例 2($P_{C2} \times 100 / P_{Cu2}$)，前述碳銅比例 1($P_{C1} \times 100 / P_{Cu1}$)之比例較佳為 1.0 至 2.0。

與上述同樣地，若為免碳於空隙(void)內偏析而使其分散，可抑制膨脹或破裂。由此觀點來看，相對於在粒子內部的該空隙(void)外所測出之銅的譜峰強度(P_{Cu2})，在該空隙(void)外所測出之碳的譜峰強度(P_{C2})之碳銅比例 2($P_{C2} \times 100 / P_{Cu2}$)係以 1.0 至 2.0 為較佳，其中，以 1.5 以下，其中，尤其是 1.3 以下為更佳。

【0028】 為免碳於空隙(void)內偏析使其分散，如上述般，可列舉例如縮小脫氧劑的粒徑、提高熔解溫度、或提高攪拌速度等而提高脫氧劑的分散性之方法。

【0029】 (D50)

關於本銅粉，由空隙(void)的安定形成及膏劑的分散性、或塗佈膏劑時的細微加工性之觀點來看，藉由 D50 亦即雷射繞射散射式粒徑分佈測定法測定而得之以體積基準粒度分佈之 D50 以 $1.5 \mu m$ 至 $8.0 \mu m$ 為較佳，其中，以 $1.8 \mu m$ 以上或 $5.0 \mu m$ 以下，其中，尤其是 $2.0 \mu m$ 以上或 $4.0 \mu m$ 以下為更佳。

【0030】 (D10)

由同樣的觀點來看，藉由本銅粉的 D10 亦即雷射繞射散射式粒徑分佈測定裝置測定之體積累積粒徑 D10 較佳為 $0.5 \mu\text{m}$ 至 $5.0 \mu\text{m}$ 。

若本銅粉的 D10 為 $0.5 \mu\text{m}$ 以上，於燒成時銅粉就不會過度收縮，故可保持燒成膜中之玻璃的分散性。另一方面，若本銅粉的 D10 為 $5.0 \mu\text{m}$ 以下，則燒結不進行而可防止燒成膜多孔化，以得到空隙少之緻密的燒成膜，且可保持燒成膜中之玻璃的分散性。

由此觀點來看，本銅粉的 D10 係以 $0.5 \mu\text{m}$ 至 $5.0 \mu\text{m}$ 為較佳，其中，以 $0.8 \mu\text{m}$ 以上或 $4.0 \mu\text{m}$ 以下，其中，以 $1.0 \mu\text{m}$ 以上或 $3.5 \mu\text{m}$ 以下為更佳。

【0031】 (D90)

利用本銅粉的 D90，亦即雷射繞射散射式粒徑分佈測定裝置所測定之體積累積粒徑 D90 較佳為 $2.0 \mu\text{m}$ 至 $20.0 \mu\text{m}$ 。

若本銅粉的 D90 為 $2.0 \mu\text{m}$ 以上，於燒成時銅粉不會過度收縮，故可保持燒成膜中之玻璃的分散性。另一方面，若本銅粉的 D90 為 $20.0 \mu\text{m}$ 以下，則燒結不進行而可防止燒成膜多孔化，以得到緻密的燒成膜，且可保持燒結膜中之玻璃的分散性。

由此觀點來看，本銅粉的 D90 係以 $2.0 \mu\text{m}$ 至 $20.0 \mu\text{m}$ 為較佳，其中，以 $3.0 \mu\text{m}$ 以上或 $15.0 \mu\text{m}$ 以下，其中以 $4.0 \mu\text{m}$ 以上或 $10.0 \mu\text{m}$ 以下為更佳。

【0032】 (製造方法)

說明本銅粉的製造方法之一例。

使用熔解爐而使爲作爲原料的銅形成熔液後，將粒徑細的碳材料作爲脫氧劑添加於熔液中，並且以比較高的攪拌速度使脫氧劑充分分散地進行攪拌，然後藉噴霧法進行微粒化而製造銅粉爲較佳。惟，並不限制於此種製造方法。

【0033】 若銅粉中的氧濃度高，可能使電特性變差，故必須於噴霧時減少氧量。因此，通常藉噴霧法進行銅粉微粒化時，在進行噴霧之前，會進行添加脫氧劑。然而，由於脫氧劑中之碳殘留，會與水或氧等反應而成爲二氧化碳氣體而產生，推測此乃成爲膨脹或破裂的原因。又，若於空隙(void)內碳偏析，偏析的碳會聚集而氣體化於燒成膜內形成氣泡而存在，故認爲因此成爲膨脹或破裂的原因。

所以，爲免碳於空隙(void)內偏析，可縮小脫氧劑的粒徑而容易分散，結果可抑制於空隙(void)內碳偏析，並可抑制燒成時之氣體發生。藉此，可得到更緊密的銅膏劑燒成膜。

爲了提高脫氧劑的分散性，認爲除了縮小脫氧劑的粒徑以外，還可提高熔解溫度或提高攪拌速度。

【0034】 作爲使用於本銅粉製造之熔解爐，以具備攪拌功能的熔解爐，尤其是使用感應爐爲較佳。

使用感應爐而進行熔液化時，藉由使銅熔液的每單位重量之投入電力量(kW/kg)設爲 0.1 至 2.0kW/kg，熔液藉電磁感應更有效率地自然流動並攪拌，捲入脫氧劑，銅熔液

中的氧與脫氧劑會更容易有效率地進行反應，故會於銅粉粒子內產生較大的空隙(void)。藉此，殘留於粒子內部的脫氧劑(碳)會被降低。因此，使用感應爐進行製造時，可更進一步獲得本發明之效果。

又，即使使用燃氣爐，藉由機械性地攪拌熔液可得到與感應爐同樣的效果。此時的攪拌方法較佳係使用石墨棒於 10 至 15 分鐘內一次攪拌 30 次。惟，若為反應爐，爐的特性上，即使不刻意地攪拌，熔液仍會流動並被攪拌，故可謂反應爐能更有效地使脫氧劑進行反應。

又，將感應爐與熔液攪拌併用而組裝熔解爐亦為有效。

【0035】 熔解的溫度，亦即熔液溫度係以 1150 至 1700°C 為較佳，其中，以 1200°C 以上，尤其是 1380°C 以上為進一步更佳。

雖熔解溫度係高者能有效率地消耗脫氧劑(碳)，但過高時，會有因爐材質造成的缺陷，故設為 1700°C 以下較佳。

【0036】 於進行噴霧之前，作為加入於熔液的脫氧劑，可列舉木炭、穎殼、焦炭等。

然後，脫氧劑係為提高其分散性，以粒徑低者為較佳。若為木炭，以調整至粒徑 100 至 500 μ m 者為較佳，尤其以調整至 150 μ m 以下者為更佳。此粒徑可利用轉子旋轉式粉碎機等粉碎機或標準篩網等篩網過濾器進行調整。

在此係脫氧劑之粒徑為較小者，在有效率地與氧反應上為有利，惟未達 $100\ \mu\text{m}$ 的粒徑因粒子之重量非常輕，故容易在爐內產生揚起，反而難以處理。然而，未達 $100\ \mu\text{m}$ 的木炭係藉由與樹脂混合而成形為顆粒狀並固化再使用亦可迴避上述的問題。

【0037】 作為噴霧法係有氣體噴霧法與水噴霧法。其中，若謀求粒子形狀均整化，以氣體噴霧法為較佳，若謀求粒子細微化，則以水噴霧法為較佳。

例如，若藉由噴霧法，可得到 5 至 $30\ \mu\text{m}$ 左右的銅粉，若藉由水噴霧法，可得到 $1\ \mu\text{m}$ 至 $8\ \mu\text{m}$ 左右的銅粉。又，噴霧法之中，藉高壓噴霧法所製造者為較佳。藉由此種高壓噴霧法所得之銅粉係粒子更均整或更細微而較佳。

順帶一提，所謂高壓噴霧法係指於水噴霧法中以 50MPa 至 150MPa 左右的水壓力進行噴霧之方法，於氣體噴霧法中以 1.5MPa 至 3MPa 左右的氣體壓力進行噴霧之方法。

【0038】 又，噴霧後亦可進行還原處理。藉由此還原處理可進一步降低易進行氧化的銅粉之表面的氧濃度。

就上述還原處理而言，由作業性的觀點來看，以氣體之還原為較佳。

此還原處理用氣體並無特別限定，可列舉例如氫氣、氨氣、丁烷氣等。

【0039】 又，藉由噴霧進行微粒化後，可視需要而予以分級。

此分級係以使目標的粒度成爲中心之方式來使用適當的分級裝置，可藉由從所得之銅粉分離出粗粉及微粉而容易實施。

【0040】 <文字的說明>

於本說明書中，表現爲「X至Y」(X、Y爲任意的數字)之時，只要沒有特別的聲明，亦包含「X以上至Y以下」之意、以及「較佳爲較X大」或「較佳爲較Y小」之意。

又，表現爲「X以上」(X爲任意的數字)或「Y以下」(Y爲任意的數字)之時，亦包含「較佳爲大於X」或「較佳爲未達Y」之含意。

(實施例)

【0041】 以下，根據下列實施例及比較例而詳述本發明。

【0042】 <樣本的調製：實施例、比較例>

使用燃氣爐或感應爐將電解銅(銅純度：Cu99.95%)加熱至表1所示之溫度而形成熔液，並將以標準篩網調整至100 μ m以上、500 μ m以下的木炭粉添加於熔液作爲脫氧劑。

其次，於水噴霧裝置中之漏斗(tundish)中注入上述熔液100kg(保持溫度1300 $^{\circ}$ C)，一邊使從漏斗底部的噴嘴(口徑5mm)滴下熔液(流量5kg/min)，一邊從圓錐型的噴嘴(口徑26mm)之噴射孔使水成爲逆圓錐狀的水流形狀的方式對上述熔液進行噴射式噴射(水壓100MPa、水量350L/min)而進行水噴霧，藉此製造銅粉。

其次，將所得之銅粉以分級裝置(日清工程股份有限公司製「Turbo Classifier(商品名)TC-25(型號)」)進行分級而得到銅粉(樣本)。

【0043】 <銅粉(樣本)的評估>

對於實施例及比較例所得之銅粉，以下述所示之方法評估各種特性。

【0044】 (1)粒徑分佈

將銅粉(樣本)0.2g 置入於純水 100ml 中照射超音波並使其分散 3 分鐘後，以粒徑分佈測定裝置(日機裝股份有限公司製「Microtrac(商品名)MT3000(型號)」)測定體積累積粒徑 D10、D50 及 D90。

【0045】 (2)碳(C)含量

使用碳分析裝置(堀場製作所股份有限公司製 EMIA-221V2)並依照 JIS Z 2615:2009(金屬材料的碳定量方法通則)進行碳分析。

【0046】 (3)void 產生率及剖面積占有率

使用掃描型電子顯微鏡(SEM)來拍攝剖面的照片，將剖面中的空隙之剖面積(稱為「void 剖面積」)以圖像分析軟體(Mountech 股份有限公司製、MAC-VIEW)進行計測，計測各粒子的孔隙剖面積並算出 10 個於粒子內部具有空隙(void)之銅粉粒子的平均值。

又，計測空隙(void)剖面積占有粒子剖面積的 30%以上、50%以下之粒子「銅粒子 B」於全部銅粉粒子中所占有的比率。

【0047】 (4)空隙(void)內外碳量、銅量

使用掃描型電子顯微鏡(SEM)，並以 20 個於粒子內部具有空隙(void)之銅粉粒子為對象，以 X 射線能量散佈光譜法(EDX 測定)測定在粒子內部的空隙(void)內所測出之銅的平均譜峰強度(P_{Cu1})、與在該空隙(void)內所測出之碳的平均譜峰強度(P_{C1})，算出碳銅比例 1($P_{C1} \times 100 / P_{Cu1}$)。

又，同樣地，以 20 個於粒子內部具有空隙(void)之銅粉粒子為對象，以 X 射線能量散佈光譜法(EDX 測定)測定在粒子內部的空隙(void)外所測出之銅的平均譜峰強度(P_{Cu2})、與在該空隙(void)外所測出之碳的平均譜峰強度(P_{C2})，算出碳銅比例 2($P_{C2} \times 100 / P_{Cu2}$)。

再者，算出碳銅比例 1 對碳銅比例 2 之比例作為「空隙內外碳量比例」。

【0048】 (5)碳酸氣體產生評估

使用熱分析-質譜儀(TG-MS)將粉末在含有 50ppm 的氧之惰性氣體環境中從常溫升溫至 1000℃，測定此時所產生的 CO₂ 氣體量。

氣體產生量係作為在 600 至 900℃ 的溫度範圍之譜峰面積，亦即 600 至 900℃ 區域的各溫度之積分值，在表中以「TG-MSCO₂產生譜峰面積」表示。

【0049】 (6)燒成膜評估

將銅粉 7g 加入於溶劑(丙烯酸樹脂+萜品醇)2.5g 而形成膏劑狀，然後於氧化鋁基板上塗佈成乾燥後膜厚 65 μm，在大氣中以 150℃ 加熱乾燥 10 分鐘後，在氮氣環

境以 90°C /分鐘的升溫速度加熱至 845°C，並在 845°C 保持 20 分鐘後進行燒成，將燒結後的膜之狀態以掃描型電子顯微鏡(SEM)以倍率 250 倍觀察 10 區域。

然後，以下列的判定標準進行燒成膜外觀評估。

C：燒成膜的表面有龜裂、或膨脹存在 4 個以上 (不良)。

B：燒成膜的表面有裂痕，且膨脹存在 1 至 3 個(可使用)。

A：燒成膜的表面無裂痕，且膨脹存在 1 至 3 個(良好)。

AA：燒成膜的表面無裂痕，且無膨脹(最佳)。

【0050】 表 1 中的「通用木炭」係表示粒徑較 500 μ m 大的木炭，「微粒木炭」係表示粒徑為 100 μ m 以上且未達 500 μ m 的粉碎木炭，在「攪拌」的項目中之「有」係表示於燃氣爐中以 10 分鐘至 15 分鐘為 1 次的頻率以手動攪拌。

【0051】

[表 1]

	製法				粉末粒徑			碳含量 (ppm)	空隙占有率 30至50%的 「銅粒子B」頻率 (個數%)	孔隙			TG-MS CO2產生 速率面積	熔燒膜 外觀 評估
	熔液爐	熔解溫度 (°C)	木炭種類	攪拌	D10 (μm)	D50 (μm)	D90 (μm)			碳銅比例1 $P_{Cu1} \times 100 / P_{Cu1}$	碳銅比例2 $P_{Cu2} \times 100 / P_{Cu2}$	空隙內外 碳含量比例		
比較例1	燃氣爐	1387	通用木炭	無	1.2	1.9	4.8	68	2	94	45	2.1	333930	C
比較例2		1382	通用木炭		1.1	2.4	4.8	118	3	105	48	2.2	384987	C
比較例3		1391	通用木炭		1.1	2.1	4.7	156	3	124	43	2.9	1902006	C
比較例4		1386	微粒木炭		1.2	2.3	4.6	62	2	89	41	2.2	18447	C
實施例1	感應爐	1395	微粒木炭	—	1.1	2.3	4.6	53	14	57	39	1.5	9525	B
實施例2		1381	微粒木炭		1.3	3.6	7.8	40	13	39	32	1.2	3451	A
實施例3		1383	微粒木炭		4.6	7.8	19.2	34	12	30	31	1.0	2105	A
實施例4		1215	微粒木炭		1.2	2.4	4.3	38	11	32	28	1.1	3230	A
實施例5		1695	微粒木炭		1.2	2.4	4.3	22	8	21	22	1.0	0	AA
實施例6		1394	微粒木炭		1.1	2.4	4.9	30	6	16	15	1.1	0	AA
實施例7		1389	微粒木炭		1.2	2.4	4.9	42	6	48	34	1.4	2835	A
實施例8		1385	微粒木炭		1.2	2.5	5.1	58	6	53	36	1.5	13351	B



【0052】 (考察)

由上述實施例及至今的發明人所進行試驗之結果來看，若銅粉所含有的碳含量為 20 至 60ppm，並且於 X 射線能量散佈光譜法(EDX 測定)中，相對於在該空隙(void)內所測出之銅的平均譜峰強度(P_{Cu})，在粒子內部的空隙(void)內所測出之碳的平均譜峰強度(P_{C})之碳銅比例 $1(P_{C} \times 100 / P_{Cu})$ 未達 60% 時，得知可抑制燒成膏劑時的氣體產生，並可更進一步抑制膨脹或龜裂。

此外，上述實施例所得之任一個銅粉之孔隙剖面積係占有粒子剖面積的 30 至 50% 之銅粒子(銅粒子 B)的比率為銅粉粒子整體的 4 至 20 個數%。

【符號說明】

無。

I648414

發明摘要

※ 申請案號：104107376

※ 申請日：104/03/09

※ I P C 分類：

C22C 9/00 (2006.01)
B22F 9/08 (2006.01)
B22F 1/00 (2006.01)
H01B 1/22 (2006.01)
H05K 1/09 (2006.01)
H01G 4/008 (2006.01)

【發明名稱】(中文/英文)

銅粉

COPPER POWDER

【中文】

本發明係欲提供一種可抑制燒成膏劑時之氣體產生，並可更進一步抑制膨脹或破裂之新穎的銅粉。

本發明提出一種銅粉，其係銅粉的碳含量為 20 至 60ppm，且於 X 射線能量散佈光譜法(EDX 測定)中相對於在粒子內部的空隙(void)內所測出之銅的平均譜峰強度(P_{Cu1})，在該空隙(void)內所測出之碳的平均譜峰強度(P_{C1})之碳銅比例 $1(P_{C1} \times 100 / P_{Cu1})$ 未達 60%。

【英文】

This invention provides a novel copper powder capable of suppressing the generation of gas during the process of baking the paste and further suppressing the swelling or cracking of the cured paste containing the copper powder. The copper powder contains a carbon content of 20 to 60 ppm, and less than 60 % of copper-carbon ratio 1 defined by the formula $(P_{C1} \times 100 / P_{Cu1})$ wherein P_{C1} represents an average peak strength of carbon detected by Energy Dispersion type X ray splitting method in the voids within the particle and P_{Cu1} represents an average peak strength of copper within the same voids.

【代表圖】

【本案指定代表圖】：第（ 1 ）圖。

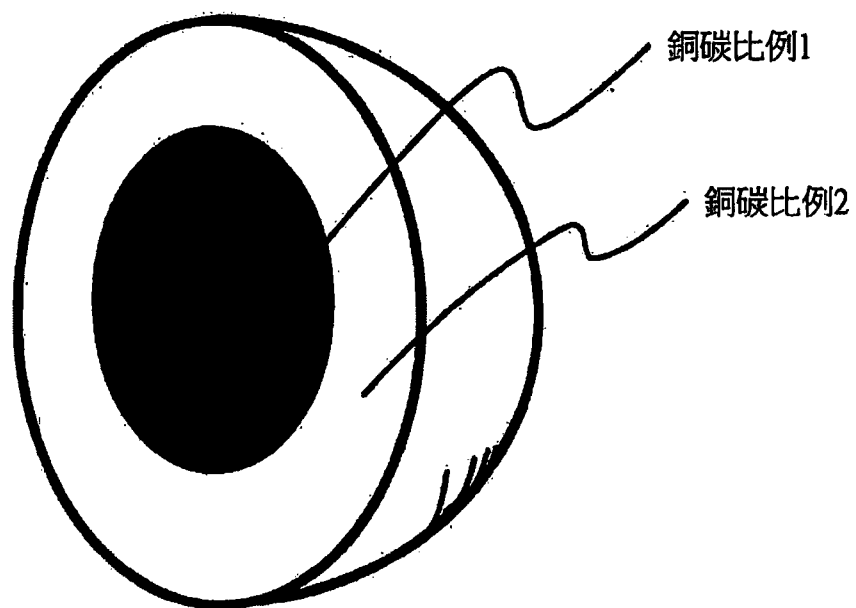
【本代表圖之符號簡單說明】：無。

本案代表圖無元件符號及其所代表之意義。

【本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式】：

本案無代表化學式。

圖式



第1圖

申請專利範圍

1. 一種銅粉，其係銅粉的碳含量為 20 至 60ppm，並且藉雷射繞射散射式粒徑分佈測定法測定而得之以體積基準粒度分佈之 D50 為 $1.5\ \mu\text{m}$ 至 $8.0\ \mu\text{m}$ 者，其中，

前述銅粉所含有之銅粉粒子中，含有全銅粉粒子的 30 個數%以下之銅粒子 A，並且含有全銅粉粒子的 6 個數%以上之銅粒子 B，其中該銅粒子 A 係於粒子內部具有 $0.2\ \mu\text{m}$ 以上的空隙(void)之銅粉粒子，該銅粒子 B 係前述銅粒子 A 中於粒子內部具備空隙剖面之銅粉粒子，且該空隙剖面係具有於銅粉粒子剖面之剖面面積的 30%以上且 50%以下之剖面面積，

於 X 射線能量散佈光譜法(EDX 測定)中，相對於在粒子內部的空隙(void)內所測出之銅的平均譜峰強度(P_{Cu1})，在粒子內部的空隙(void)內所測出之碳的平均譜峰強度(P_{C1})之碳銅比例 1($P_{C1} \times 100 / P_{Cu1}$)未達 60%，

相對於在粒子內部的空隙(void)外所測出之銅的平均譜峰強度(P_{Cu2})，在粒子內部的空隙(void)外所測出之碳的平均譜峰強度(P_{C2})之碳銅比例 2($P_{C2} \times 100 / P_{Cu2}$)為 10 至 40%，

且相對於前述碳銅比例 2($P_{C2} \times 100 / P_{Cu2}$)，前述碳銅比例 1($P_{C1} \times 100 / P_{Cu1}$)之比例為 1.0 至 2.0。

2. 如申請專利範圍第 1 項所述之銅粉，其係藉由水噴霧法或氣體噴霧法所製造者。

3. 一種導電膏劑，其係含有如申請專利範圍第 1 項或第 2 項所述之銅粉。