

【公報種別】特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載

【部門区分】第 3 部門第 4 区分

【発行日】平成 29 年 7 月 13 日 (2017.7.13)

【公開番号】特開 2016-138310 (P2016-138310A)

【公開日】平成 28 年 8 月 4 日 (2016.8.4)

【年通号数】公開・登録公報 2016-046

【出願番号】特願 2015-13473 (P2015-13473)

【国際特許分類】

B 2 2 F 1/02 (2006.01)

B 2 2 F 9/00 (2006.01)

B 2 2 F 9/24 (2006.01)

B 2 2 F 1/00 (2006.01)

H 0 1 B 1/00 (2006.01)

H 0 1 B 13/00 (2006.01)

H 0 1 B 1/22 (2006.01)

H 0 1 B 5/00 (2006.01)

【 F I 】

B 2 2 F 1/02 B

B 2 2 F 9/00 B

B 2 2 F 9/24 E

B 2 2 F 1/00 K

H 0 1 B 1/00 M

H 0 1 B 13/00 5 0 1 Z

H 0 1 B 1/22 A

H 0 1 B 5/00 M

【手続補正書】

【提出日】平成 29 年 5 月 25 日 (2017.5.25)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

走査型電子顕微鏡観察による一次粒子の平均粒径が $1.0 \mu\text{m}$ 以下であり、当該銀粉の炭素含有量が 0.15 質量% 以上であり、J I S - K 6 2 1 7 - 4 法で測定したフタル酸ジブチルの吸収量が $6.5 \sim 8.8 \text{ mL} / 100 \text{ g}$ であることを特徴とする銀粉。

【請求項 2】

当該銀粉の表面が有機表面処理剤により処理され、該有機表面処理剤は、カルボン酸又はアミン又はベンゾトリアゾール類又は界面活性剤からなる群から選択される少なくとも 1 種であることを特徴とする請求項 1 に記載の銀粉。

【請求項 3】

走査型電子顕微鏡観察による一次粒子の粒径の相対標準偏差（標準偏差 / 平均粒径 d ）が 0.3 以下であることを特徴とする請求項 1 又は 2 に記載の銀粉。

【請求項 4】

銀錯体を含む銀溶液と還元剤溶液とを連続的に混合して反応液とし、該反応液中の銀錯体を還元して銀粒子スラリーを得た後、ろ過、洗浄、乾燥の各工程を経て請求項 1 ～ 3 のいずれか 1 項に記載の銀粉を製造する銀粉の製造方法であって、

銀錯体を含む核生成用銀溶液と、強還元剤を含む溶液と、分散剤とを混合して銀核溶液を得る銀核溶液調製工程と、

上記銀核溶液調製工程により得られた銀核溶液と、上記強還元剤より標準電極電位が高い弱還元剤とを混合して核含有還元剤溶液を得る核含有還元剤溶液調製工程と、

上記核含有還元剤溶液調製工程により得られた核含有還元剤溶液と、固形粒子の含有量が銀量に対して20質量ppm以下であり、銀錯体を含む粒子成長用銀溶液とを連続的に混合して反応液とし、該反応液中で銀錯体を還元して銀粒子を成長させる粒子成長工程と、

上記粒子成長工程で得られた銀粒子スラリーを固液分離後、洗浄する際に当該銀粉の炭素含有量が0.15質量%以上となるように有機表面処理剤を添加して銀粒子表面に吸着させ、乾燥する表面処理工程と、

上記有機表面処理剤を吸着させた乾燥後の銀粒子を解砕する解砕工程と、を有し、

上記核生成用銀溶液中の銀量に対する上記強還元剤の当量が1.0当量以上、4.0当量未満であり、上記強還元剤の標準電極電位が0.056V以下であり、上記核生成用銀溶液中の銀濃度が0.1g/L～6.0g/Lであり、当該銀粉のJIS-K6217-4法で測定したフタル酸ジブチルの吸収量が6.5～8.8mL/100gであることを特徴とする銀粉の製造方法。

【請求項5】

上記核生成用銀溶液は、固形粒子の含有量が銀量に対して20質量ppm以下であることを特徴とする請求項4に記載の銀粉の製造方法。

【請求項6】

上記強還元剤を含む溶液との混合前に、上記核生成用銀溶液を限外ろ過するろ過工程をさらに有することを特徴とする請求項4又は5に記載の銀粉の製造方法。

【請求項7】

上記核含有還元剤溶液との混合前に、上記粒子成長用銀溶液を限外ろ過するろ過工程をさらに有することを特徴とする請求項4～6のいずれか1項に記載の銀粉の製造方法。

【請求項8】

上記限外ろ過の分画分子量が150,000以下であることを特徴とする請求項6又は7に記載の銀粉の製造方法。

【請求項9】

上記強還元剤と上記弱還元剤の標準電極電位の差が1.0V以上であることを特徴とする請求項4～8のいずれか1項に記載の銀粉の製造方法。

【請求項10】

上記強還元剤はヒドラジンー水和物であり、上記弱還元剤はアスコルビン酸であることを特徴とする請求項4～9のいずれか1項に記載の銀粉の製造方法。

【請求項11】

上記核生成用銀溶液中の銀濃度が0.1g/L～1.0g/Lであり、上記粒子成長用銀溶液中の銀濃度が20g/L～90g/Lであることを特徴とする請求項4～10のいずれか1項に記載の銀粉の製造方法。

【請求項12】

上記銀錯体が塩化銀をアンモニア水に溶解して得られた銀アンミン錯体であることを特徴とする請求項4～11のいずれか1項に記載の銀粉の製造方法。

【請求項13】

上記核生成用銀溶液中の銀量に対するアンモニア量がモル比で20～100であることを特徴とする請求項4～12のいずれか1項に記載の銀粉の製造方法。

【請求項14】

上記分散剤の混合量が、上記核含有還元剤溶液と上記粒子成長用銀溶液の混合後における上記粒子成長用銀溶液中の銀量に対して1質量%～30質量%であることを特徴とする請求項4～13のいずれか1項に記載の銀粉の製造方法。

【請求項15】

上記分散剤がポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、変性シリコンオイル系界面活性剤、ポリエーテル系界面活性剤から選択される少なくとも１種であることを特徴とする請求項４～１４のいずれか１項に記載の銀粉の製造方法。

【請求項１６】

上記核含有還元剤溶液と上記粒子成長用銀溶液との混合において、各溶液を個別に反応管に供給し、該反応管内に配置したスタティックミキサーで混合することを特徴とする請求項４～１５のいずれか１項に記載の銀粉の製造方法。

【請求項１７】

請求項１～３に記載の銀粉と樹脂成分を有する感光性銀ペースト。

【手続補正２】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】００１５

【補正方法】変更

【補正の内容】

【００１５】

すなわち、本発明に係る銀粉は、走査型電子顕微鏡観察による一次粒子の平均粒径が１．０μm以下であり、当該銀粉の炭素含有量が０．１５質量％以上であり、ＪＩＳ－Ｋ ６２１７－４法で測定したフタル酸ジブチルの吸収量が６．５～８．８ｍＬ／１００ｇであることを特徴とする。

【手続補正３】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】００３３

【補正方法】変更

【補正の内容】

【００３３】

銀粉は、走査型電子顕微鏡観察による一次粒子の平均粒径が１．０μm以下であることが好ましい。また、銀粉は、粒径の相対標準偏差（標準偏差／平均粒径 d ）が０．３以下であることが好ましく、０．２５以下であることがより好ましい。ここで、一次粒子とは、外見上から判断して、単位粒子と考えられるものを意味する。