

公告本

申請日期	1999. 9. 22
案 號	88116302
類 別	B22F1/00, 9/0, H01B1/02, H01G5/05

修正
90年11月6日
補充

A4

C4

490335

(以上各欄由本局填註)

9915529

發明專利說明書

一、發明 名稱	中 文	鎳複合粒子、製造鎳複合粒子之方法、使用鎳複合粒子之導電體糊漿、及使用導電體糊漿之陶瓷多層電子零件 (90年11月6日修正)
	英 文	A NICKEL COMPOSITE PARTICLE, A PROCESS FOR PRODUCING THE NICKEL COMPOSITE PARTICLE, A CONDUCTOR PASTE USING THE NICKEL COMPOSITE PARTICLE, AND A CERAMIC MULTILAYER ELECTRONIC PART USING THE CONDUCTOR PASTE
二、發明 創作人	姓 名	1.秋本裕二 2.永島和郎 3.吉田宏志 4.馬禱禱
	國 籍	1.日本 2.日本 3.日本 4.中國
	住、居所	1.福岡縣福岡市中央區櫻坂 3-12-92-504 2.福岡縣大野城市白木原 1-12-13-408 3.福岡縣大野城市中央 2-3-32-2-103 4.福岡縣大野城市雜餉隈町 1-6-24-301
三、申請人	姓 名 (名稱)	昭榮化學工業股份有限公司 (昭榮化學工業株式會社)
	國 籍	日本
	住、居所 (事務所)	東京都新宿區西新宿 2 丁目 1 番 1 號
	代 表 人 姓 名	淺田榮一(淺田榮一)

裝

訂

線

(由本局填寫)

承辦人代碼：
大 類：
I P C 分類：

A6
B6

本案已向：

國 (地區) 申請專利，申請日期： 案號： ， ☒ 有 ☐ 無主張優先權
日 本
1998年10月6 日特願平10-297573
1999年8 月19日特願平11-232104

有關微生物已寄存於： ，寄存日期： ，寄存號碼：

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝
訂
線

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

五、發明說明(1)

發明背景

1. 發明領域

本發明關係一種適合供作厚膜導電體糊漿用的新穎鎳複合粒子與其產製方法，另並關係一種含有鎳複合粒子之導電體糊漿，和一種利用糊漿形成而具有導電層之多層電子零件。

2. 先前技術

在電子業中，導電體糊漿或電阻糊漿等厚膜糊漿是被用於產製電子電路和電阻、電容等零件，以及IC的封裝。此種厚膜糊漿是將諸如金屬、合金或金屬氧化物粒子等之導電粒子，與有機載體合併玻璃質黏合劑和其他必需之添加物，均勻混合，在有機載體中擴散製備而得到糊漿狀態。厚膜糊漿被施於基質上而後燒製於高溫，形成導電體膜或電阻膜。

陶瓷多層電子零件，其如多層電容和多層電感應器者，和陶瓷多層基質等，通常是將多片介電或磁性材料之未燒陶瓷生片，和多片內部導電體糊漿層交替疊積而製成，在高溫共同燒煅所得之多層疊積物。一種諸如鈮、銀-鈮或鉑之貴金屬曾經在先前技術中常被用作內部導電體，而如鎳者之鹼金屬材料則曾因合於節省資源且減少脫層或開裂等問題之要求而引起注意，此等問題是由於鈮或銀-鈮在燒煅步驟中因氧化而膨脹所造成。

在此等多層零件和多層基質中所疊積之層數更多已成趨勢。例如，最近已製成由數百層而構成之多層電容。

五、發明說明(>)

因此，各個陶瓷層減小厚度，並且在內部導電層減小厚度，已屬必要。例如，若陶瓷層厚度為3微米左右，內導電體膜之厚度必須為1微米或較小，較佳為0.5微米左右。否則，所得多層物中央部位將變厚，造成結構上之疵病而降低可靠度。

總之，若在內部導電體糊漿中採用正常之鎳粒子，則所得內部導體將因在燒煅時鎳粒子過度燒結而成不連續之膜，造成導電體之電阻值上升，內部破裂，厚度增大。因此，曾經對內部導電體厚度的減小有所限定。是為，倘若鎳粒子在諸如惰氣氛或還原氣氛等之非氧化氣氛中被燒煅，燒結提早發生，即使為具較低活性之單晶粒子，在400℃或較低之低溫即開始燒結和收縮。陶瓷層開始燒結之溫度，一般都比此溫度為高，例如以鈦酸鋇而言約1,200℃。因為鈦酸鋇不與鎳膜一同收縮，甚至其為與鎳膜一同燒煅者，所以鎳膜在平面方向被拉開。因此，咸認在較低溫度燒結之鎳膜中所生細小空隙很容易在高溫範圍沿著燒結的進行而長成大洞，而且膜容易在厚度方向成長。所以，為了減小鎳內部導電層的厚度，已認為必須使鎳粒更加微細而高度可擴散，以盡可能防止在燒煅時產生空隙，並使導電體層與陶瓷層兩者間之燒結和收縮行為一致。

在厚膜形成之時，導電體層與陶瓷層間燒結和收縮行為的不一致，如上所述，將造成結構上的疵病，其如脫層和開裂等等，因而降低了產率和可靠度，成為一項問

五、發明說明()

題。

迄至目前，已有許多研究設法遲延導體燒結直至陶瓷層達到燒結發生之溫度。例如，加入與陶瓷層所用組成相同之各種金屬氧化物或陶瓷粒子，使之得以延遲導體膜收縮作用的明顯發生溫度至約 800°C 。然而，因為金屬粒子本身的燒結特性未受抑制，在燒結進行於 $1,300^{\circ}\text{C}$ 左右高溫之時，導體膜的連續性和導電性受到傷害。此外，因此該等添加物必須大量加入以達效果，此項問題將使電阻值增大。

美國專利第5,126,915號揭示一種抑制燒結的方法，用濕法將如氧化鈦、氧化鋁或氧化鉻等塗複於各個金屬粒子上。然而，此法雖有增高發生燒結溫度之效果，但是易在燒結發起之後造成燒結和收縮驟然阻斷。因此，此一方法未能克復導體層和陶瓷層兩者之間在高溫範圍中燒結和收縮行為的不一致。此中被假設認為在例如 $1,200^{\circ}\text{C}$ 或更高的高溫，於非氧化氣氛中，各氧化物層從各鎳粒子上迅速被分解或分離。

本發明之發明人等已發展出一種控制燒結的方法，在金屬粒子表面上形成一玻璃質薄膜；以及另一防止鎳粒子過度燒結的方法，在鎳粒子表面形成一種特別的複合氧化物層。以如上各項研究為基礎。引申更多的探討而完成本發明。

發明概述

本發明之一項目的在於以有效抑制鎳粒子之燒結而獲

五、發明說明(4)

得具有高導電性之導電體膜，即使膜為薄者。

本發明之另一目的在於提供一種方法，延遲鎳粒子燒結的發生，因而使鎳粒子之燒結和收縮行為盡可能接近陶瓷層者，在用鎳粒子作為導電體糊漿，與未燒之陶瓷層共同燒煅之處，減小導電膜的厚度，提供多層電子零件等，以防止導電膜之阻斷和結構疵病。

本發明之再一目的在於提供產製如此之鎳粒子之簡單而又優異之方法。

本發明各發明人以如上各項研究再繼續探討，已發現上列各項目的可以在鎳粒表面上形成一層含鎳之尖晶石而達成，完成本發明。

更特別者，本發明是針對在鎳粒子上至少局部表面具有含鎳之尖晶石層，或在鎳粒子上至少局部表面具有鎳以外的金屬的氧化物層，並且在鎳粒和金屬氧化物層之間的界面上有一含鎳之尖晶石層。

本發明也針對產製上述複合鎳粒子的方法，包括：

從一種溶液形成液滴，溶液中含(a)至少一種可熱分解之鎳化合物和(b)至少一種能與鎳一同形成尖晶石的金屬的可熱分解化合物；並且

在高於化合物(a)的分解溫度和化合物(b)的分解溫度的溫度，加熱於液滴以形成鎳粒子，同時澱積一層含鎳之尖晶石於鎳粒子表面之周圍；或形成鎳粒子而同時澱積一金屬氧化物層和一含鎳之尖晶石層於鎳粒子表面之周圍。

五、發明說明(5)

本發明另亦針對一種含有上述鎳複合粒子之導電體糊漿，和一種用導電體糊漿所形成而具有導電體之陶瓷多層電子零件。

較佳具體例之詳細說明

在本發明中之含鎳尖晶石(下文稱鎳尖晶石)意指一種含有鎳作為構成元素的複合金屬氧化物，具有尖晶石結構或類似尖晶石之結構。

構成鎳尖晶石之金屬氧化物之實例，除鎳之外，包括氧化鋁、氧化鉻、氧化錳、各種鹼土金屬如鎂、鈣、鋇、鋇等之氧化物。此等氧化物，其如氧化鉛、氧化鉻、氧化鎂等，在高溫與氧化鎳形成一種具有穩定的尖晶石結構之複合金屬氧化物，其為 NiAl_2O_4 、 NiCr_2O_4 、 NiMn_2O_4 等。另一方面，鹼土金屬氧化物被認為在尖晶石結構中以局部取代鎳之形式出現，並與其他成份形成具有尖晶石結構或近於尖晶石結構的複合金屬氧化物。例如，以鎳尖晶石而言，其如 NiAl_2O_4 ，在鈦酸鋇電容之製備當中，於還原氣氛內在高溫燒製時，尖晶石有可能與鈦酸鋇反應而分解，因而損及所得電容器之性質。在此情形中，鹼土金屬氧化物之加入，將有效穩定尖晶石結構。

鎳尖晶石層可能以有效形式存在於鎳粒子表面周圍以防鎳的燒結，例如，其為複蓋於鎳粒子之表面，及/或以高濃度被分隔於鎳粒子表面周圍，如為後者存在於鎳粒子上，則此尖晶石層必須在鎳層和鎳以外之金屬氧化

五、發明說明(b)

物層之間。較佳之金屬氧化物層包含鎳以外之金屬之氧化物或其複合氧化物。

在下文中，含有鎳以外的金屬的氧化物層（稱為「金屬氧化物層」）和鎳尖晶石層（下文稱為「尖晶石層」）之複合粒子將有更為特別之記述。此說明亦適用於僅有尖晶石層於其上之複合粒子。

因為此種尖晶石層於本發明之鎳複合粒子中，自始存在於金屬氧化物層與鎳粒子間的界面，金屬氧化物層與鎳粒子間的黏著性受到改善，而且即使鎳複合粒子在非氧化氣氛中受燒製時不致猝然發生相的分離。因為金屬氧化物和尖晶石逐漸分離或分解，穩定地以固相存在於鎳粒子表面以至於達高溫，其間不僅為鎳粒子發生引起燒結之溫度，而且控制燒結以至於相當高之溫度範圍，甚至在燒結之發起之後。因此，燒結以適中之速率進行以至最後。所以，鎳粒子之過度燒結和導電體電阻之上昇，斷離，膜之厚度加大，脫層等等，其因導電體層和陶瓷層間收縮行為失調所引起者，在共同燒製之時均可被防止，形成具有優良導電性和黏著性的薄鎳導電體。

關於包含在本發明鎳複合粒子中，除鎳以外的金屬氧化物之量，即使在金屬氧化物層和尖晶石層中，此等氧化物之總量以鎳為基礎，少於0.01重量%左右時則為有效，而較佳者為0.05重量%。若總量過大，鎳粒子可能完全不被燒結。所以，因為若氧化鎳之比例減少則導電性降低，而且若以鎳複合粒子用於電容器之中，介電材

五、發明說明(7)

料之電性受金屬氧化物之影響，就實際之觀點，總量以約20重量%或更少為佳。

在鎳複合粒子表面中，氧化鎳也可以以不降低本發明效果之用量以內存在。

金屬氧化物層和尖晶石層可用任何方法形成，只要鎳尖晶石在鎳粒子和金屬氧化物層之間的界面上形成即可。例如，各種方法中包括一種在其中將鋁化合物或類似者用如溶膠-凝膠法之濕法接著於鎳粒子表面；一種則用噴散熱解法製成；和一種在鎳粒子與金屬氧化物以機械共同混合後在高溫進行熱處理者。

較佳者，本發明之各種粒子是用噴散熱解法產生。如日本專利公告第63-31522號和日本專利申請公開案第6-279816號所述，在噴散熱解法中，金屬或合金粒子是將至少含有一種金屬化合物之溶液霧化，形成微小液滴而澱積，並在高於金屬氧化物分解溫度之溫度加熱於液滴，較佳之溫度接近於金屬之熔點，或高於熔點而使金屬化合物熱分解。

此種方法能夠提供具有高結晶度、高密度和高可擴散性之鎳粒子，而且能夠易於控制鎳粒子的粒度。此外，本發明之鎳複合粒子可以用加入金屬氧化物，如一種鋁化合物或類似者，至鎳化合物原料溶液中，以單一操作而可獲得。因此可以減去任何另加之塗複步驟的需要。假如用熱分解法所澱積的氧化鋁作為金屬氧化物，因所產生鎳粒子的結晶度高而被排斥出鎳粒子的表面，澱積

五、發明說明 (8)

於表面的周圍而與鎳反應於界面，形成光晶石層，成為得以進入兩層之狀態。所以，金屬氧化物層和鎳層互相緊固結合。此外，假如鎳和金屬氧化物之間的結合界面是由金屬-陶瓷梯度結構所形成，因而提高鎳層和金屬氧化物間的黏著力而與尖晶石結構配合，防止在燒製中因熱膨脹系數失調所引起粒子結構的破裂。結果，保持了穩定的金屬-陶瓷結合結構，甚至在高達 $1,000^{\circ}\text{C}$ 或更高的溫度，燒結可被延遲而有利。因為金屬氧化物澱積於表面比較均勻，即使少量的金屬氧化物也能獲致預期的效果。再者，在噴散熱解法中，所獲粒子的金屬組成與在溶液中起始金屬化合物者相符，使得容易控制所得粒子的組成，因此使噴散熱解法可適合用於本發明之鎳複合粒子的產製。

在本發明方法中，有一或多種可熱分解之化合物，其如硝酸鹽、硫酸鹽、含氧硝酸鹽、含氧硫酸鹽、氯化物、銨錯合物、磷酸鹽、羧酸鹽、金屬醇化物或樹脂酸鹽均可被用作鎳化合物和金屬氧化物的原料化合物。複鹽、錯鹽或金屬氧化物的膠態溶液均可使用。

微細液滴是將此等化合物溶解於水、有機溶劑如醇、酮或醚等，或其間之混合溶劑，用噴霧器如超音波噴霧器或雙流體小口噴霧器形成，其間並加熱於高於金屬氧化物分解溫度之溫度，和主要由氧化鎳與金屬氧化物所組成之尖晶石被形成之溫度，以供熱分解之用。尖晶石之形成溫度為 800°C 或更高，隨氧化物形式和各種條件

五、發明說明(9)

而定。熱處理較佳進行於鎳的熔點，如若不需高密度、形狀均勻性，則或可在高於或低於熔點之溫度。加熱進行於還原或惰性氣氛中，較佳為在含氫、一氧化碳等之弱還原氣氛中。

作為導電體元件之本發明含鎳複合粒子導電糊漿，是以習用方法將鎳複合粒子均勻混合擴散於有機載體之中而製成，其他導電性粒子或無機膠合物（例如玻璃粒子）和其他添加物可視需要含入。

本發明之鎳複合粒子特別適合用於內部導電體糊漿，供陶瓷多層電子零件所用，其如多層電容器和多層PTC (positive temperature coefficient- 正溫系數) 元件，將其配置之複合件，複合基質等等，但也可用於其他一般厚膜導電體糊漿。

各實例和比較例用於更進一步說明本發明。

實例 1 至 5

將硝酸鎳六水合物溶解於水中，至鎳溫度達50克/公升。將硝酸鋁九水合物溶解於此溶液中，至以鎳元素為基礎， Al_2O_3 之量為0.05，0.1，0.5，1.0和2.0重量%等含量而製備成各項原料溶液。

用超音波噴霧器從各個原料溶液形成微細液滴，供給至用弱還原氣作為載體的電爐中，加熱於 $1,500^{\circ}C$ 之陶瓷管中。液滴在通過加熱區時被熱分解而形成含氧化鋁的鎳粒子。

所得粒子之比表面積約為 $1.2\text{米}^2/\text{克}$ 。當含1.0重量

五、發明說明 (10)

% 之 Al_2O_3 之鎳粒子被用 X 光繞射儀分析，測出鎳和微量之鎳鉛尖晶石 ($NiAl_2O_4$)。在含 2.0 重量 % Al_2O_3 之鎳粒子中，被用 X 光繞射儀測得鎳和微量的 $NiAl_2O_4$ 和 Al_2O_3 。當用 TEM 觀察粒子表面周圍部位，認為微細粒子為 Al_2O_3 ，被 $NiAl_2O_4$ 緊固接著於鎳粒子上。

複合粒子之燒結行為用熱力分析 (TMA-Thermomechanical analysis)，於 $N_2 - H_2$ 還原氣氛中評估，其發起燒結和收縮的溫度，和結束燒結和收縮的溫度，列於表 1。

然後，所得之鎳複合粒子之糊漿是用乙基纖維素的二氫茚品醇溶液作為載體而形成。此糊漿被印刷於一種 99.6% 礬土基質上，在 $N_2 - H_2$ 還原氣氛中於 $1,300^\circ C$ 燒製形成厚度約為 1 微米之導電體膜。膜之膜片電阻值被測得列於表 1。

實例 6 和 7

以與實例 1-5 相同之狀況，但以硝酸鉻九水合物代替硝酸鋁九水合物而加入，獲得具有氧化鉻層在表面之鎳粒子。以 X 光繞射和 TEM 發現具有尖晶石形態結構之 $NiCr_2O_4$ 存在於鎳粒子表面。

粒子的燒結和收縮發起溫度和鎳粒子的燒結和收縮結束溫度，用 TMA 測得列於表 1。約為 1 微米厚度之鎳導電膜形成於與實例 1 相同之狀況，膜之膜片電阻值列於表 1。

實例 8

五、發明說明 (11)

在表面具有含鋁和鎂的複合氧化物層的鎳粒子，是以與在實例 4 相同狀況獲得，但硝酸鋁九水合物和硝酸鎂六水合物被混合使氧化鋁和氧化鎂成等莫耳量而加入。

用 X 光繞射儀和 TEM 發現具有尖晶石型結構之氧化物層存在於鎳粒子之表面。此光晶石相之繞射峰比較 NiAl_2O_4 之繞射峰稍向較低角度偏移。此種結果表示局部的 Ni 被 Mg 置換，並以 $(\text{Mg}, \text{Ni})\text{Al}_2\text{O}_4$ 存在。而且，除光晶石相各繞射峰外，測得微弱的繞射峰，評估認係 MgO 。

粒子之燒結和收縮發起溫度和鎳粒子的燒結和收縮結束溫度用 TMA 量測列於表 1。鎳導電膜以與實例 1 相同之情形形成，膜片電阻值列於表 1。

實例 9

在表面上具有含鉻和鎂的複合氧化物層的鎳粒子，是獲自與在實例 8 相同之情形，但加入硝酸鉻九水合物以替代硝酸鋁九水合物。

用 X 光繞射和 TEM 發現存在有具尖晶石型結構之氧化物層。而且在此 X 光繞射中，察得此尖晶石相與 NiCr_2O_4 比較之繞射峰偏移。如此顯示 Ni 已局部被 Mg 置換而為 $(\text{Mg}, \text{Ni})\text{Cr}_2\text{O}_4$ 。

鎳粒子之燒結和收縮發起溫度與鎳粒子之燒結和收縮結束溫度用 TMA 量測列於表 1。鎳導電膜以與實例 1 相同之情況形成，膜片電阻值列於表 1。

比較例 1

五、發明說明 (12)

純的鎳粒子獲自與實例 1 相同之情形，但不加入硝酸鋁九水合物。純的鎳粒子之燒結和收縮發起溫度與燒結和收縮結束溫度，以及如各實例相同情形所形成的鎳導電膜之膜片電阻值均列於表 1。

	添加物	加入用量 (重量%)	燒結/ 收縮 發起溫度 (°C)	燒結/ 收縮 結束溫度 (°C)	導電膜之膜片 電阻值 (mΩ / □)
實例1	Al ₂ O ₃	0.05	300	680	168
實例2	Al ₂ O ₃	0.1	300	840	102
實例3	Al ₂ O ₃	0.5	930	1200	90
實例4	Al ₂ O ₃	1.0	960	>1300	97
實例5	Al ₂ O ₃	2.0	1000	>1300	145
實例6	Cr ₂ O ₃	0.1	300	900	137
實例7	Cr ₂ O ₃	1.0	1000	>1300	105
實例8	Al ₂ O ₃ +MgO	1.0	1000	>1300	71
實例9	Cr ₂ O ₃ +MgO	1.0	1000	>1300	80
比較例1	-	-	300	590	217

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明 (13)

比較例 2

一種鎳導電膜是以與各實例相同之情形形成，加入 0.5 重量 % 之 Al_2O_3 細粒至比較例 1 之純鎳粒子中。當鎳導電膜之膜片電阻值被量測，測定為 $314 m\Omega / \square$ 。

如前述各實例和各比較例，純鎳粒子之燒結和收縮起於約 $300^\circ C$ 而結束於約 $600^\circ C$ ；而本發明鎳複合粒子之燒結和收縮結束於比純鎳粒子者為高之溫度，而且其進行更為緩和。如果金屬氧化物之用量增加，在低溫度之燒結可被抑制，而且此一效果在用量為 0.5 重量 % 或更多時為最大。

關於導電膜之形成，在比較例 1 中，膜之燒結沿著燒製溫度昇起而過度進行，斷脫因而易於發生，造成電阻值明顯升高。此種現象若僅加入 Al_2O_3 至糊漿如比較例 2，將無法改善，並使電阻值升高。然而，利用本發明之鎳複合粒子，膜之過度燒結可被制止，而且膜之導電性得以改善。

因為本發明之鎳複合粒子在低溫度的燒結被抑制，在鎳糊燒製時收縮之發生被延遲，而燒結之進行速率被適度抑制，甚至在高溫度範圍內，不致發生驟然的收縮和過度燒結。所以，在多層電容等電子零件中，鎳導電層的燒結和收縮行為能夠大致與陶瓷層者相符合，具有高可靠度和高功能的商業產品得以高產率生產而無導電膜斷脫和結構性疵病。此外，本發明之鎳複合粒子得以減小內部導電層之厚度，進而使多層之電子零件減小尺寸，增加層數。

四、中文發明摘要（發明之名稱：

鎳複合粒子、製造鎳複合粒子之方法、使用鎳複合粒子之導電體糊漿、及使用導電體糊漿之陶瓷多層電子零件

一種鎳複合粒子，在鎳粒子之至少部份表面上具有一層含鎳尖晶石；或一種鎳複合粒子，在鎳粒子之至少部份表面上具有一層除鎳以外之金屬之氧化物，和一層含鎳尖晶石，存在於鎳粒子和金屬氧化物層間之界面上。鎳複合粒子是產自以溶液形成之微細液滴，溶液含有（a）至少一種可熱分解之鎳化合物和（b）至少一種可熱分解；且能與鎳共同形成尖晶石之金屬化合物；並加熱於在鎳粒子上的液滴於一溫度，高過化合物（a）和（b）的分解溫度，同時澱積含鎳尖晶石層，或在尖晶石層上另有一金屬氧化物層。複合粒子特別適合用於製備陶瓷多層電子零件內部導電體層所用之導電體糊漿。

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄）

裝

訂

四、英文發明摘要(發明之名稱：

A NICKEL COMPOSITE PARTICLE, A PROCESS FOR PRODUCING THE NICKEL COMPOSITE PARTICLE, A CONDUCTOR PASTE USING THE NICKEL COMPOSITE PARTICLE, AND A CERAMIC MULTILAYER ELECTRONIC PART USING THE CONDUCTOR PASTE

Nickel composite particles having a layer of a nickel-containing spinel on at least a part of the surface of nickel particles, or nickel composite particles having an oxide layer of metals other than nickel on at least a part of the surface of nickel particles and a layer of a nickel-containing spinel at an interface between the nickel particles and the metal oxide layer. The nickel composite particles are produced by forming fine liquid droplets from a solution containing (a) at least one thermally decomposable nickel compound and (b) at least one thermally decomposable metal compound capable of forming a spinel together with nickel; and heating the liquid droplets at a temperature higher than the decomposition temperatures of the compound (a) and (b) to nickel particles and simultaneously deposit a nickel-containing spinel layer, or further a metal oxide layer on the spinel layer. The composite particles are especially useful for the preparation of a conductor paste used in an internal conductor layer of a ceramic multilayer electronic part.

六、申請專利範圍

901/6

第 88116302 號「鎳複合粒子及其製法」專利案

(90 年 1 月 16 日修正)

六 申請專利範圍：

1. 一種鎳複合粒子，具有由包括鎳和至少一種鎳以外之金屬所構成之尖晶石層在鎳粒子之表面的至少一部分上。
2. 一種鎳複合粒子，具有鎳以外的金屬的氧化物層在鎳粒子之表面的至少一部分上；以及在鎳粒子與金屬氧化物層間之界面上，具有一含鎳的由包括鎳和至少一種鎳以外之金屬所構成之尖晶石層。
3. 根據申請專利範圍第 1 項之鎳複合粒子，其中含鎳的尖晶石包括氧化鎳和至少一種選自包括氧化鋁、氧化鉻和氧化錳所成之組合中者作為構成成分。
4. 根據申請專利範圍第 2 項之鎳複合粒子，其中含鎳的尖晶石包括氧化鎳和至少一種選自包括氧化鋁、氧化鉻和氧化錳所成之組合中者作為構成成分。
5. 根據申請專利範圍第 3 項之鎳複合粒子，其中含鎳的尖晶石更含有至少一種鹼土金屬氧化物。
6. 根據申請專利範圍第 4 項之鎳複合粒子，其中含鎳的尖晶石更含有至少一種鹼土金屬氧化物。
7. 根據申請專利範圍第 2 項之鎳複合粒子，其中各金屬之氧化物層包括至少一種選自包括氧化鋁、氧化鉻、氧化錳和鹼土金屬氧化物和其間之複合氧化物所成之組合。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

六、申請專利範圍

8.一種製造根據申請專利範圍第 1 項之鎳複合粒子之方法，包括：

從一種溶液，含有(a)至少一種可熱分解之鎳化合物和(b)至少一種可熱分解之金屬化合物，其為能夠與鎳共同形成尖晶石者，形成微細液滴；及

加熱液滴於一溫度，高過化合物(a)之分解溫度和化合物(b)之分解溫度，使形成鎳粒子，同時澱積成一由包括鎳和至少一種鎳以外之金屬所構成之尖晶石層於鎳粒子表面周圍。

9.根據申請專利範圍第 8 項之方法，其中能夠與鎳共同形成尖晶石之金屬為至少一種選自包括鋁、鉻和錳所成之組合。

10.根據申請專利範圍第 8 項之方法，其中溶液更含有(c)至少一種可以熱分解之鹼土金屬化合物，而且液滴之加熱是進行於一種溫度，高過(a)、(b)和(c)各化合物之分解溫度。

11.一種製造根據申請專利範圍第 2 項之鎳複合粒子之方法，包含：

從一種溶液，含有(a)至少一種可熱分解之鎳化合物和(b)至少一種可熱分解之金屬化合物，其為能夠與鎳共同形成尖晶石者，形成微細液滴；及

加熱液滴於一溫度，高過化合物(a)之分解溫度和化合物(b)之分解溫度，使形成鎳粒子，同時澱積成一由包括鎳和至少一種鎳以外之金屬所構成之尖晶

六、申請專利範圍

石層於鎳粒子表面周圍。

12. 根據申請專利範圍第 11 項之方法，其中能夠與鎳共同形成尖晶石之金屬為至少一種選自包括鋁、鉻和錳所成之組合。
13. 根據申請專利範圍第 11 項之方法，其中溶液更含有 (c) 至少一種可以熱分解之鹼土金屬化合物，而且液滴之加熱是進行於一種溫度，高過 (a)、(b) 和 (c) 各化合物之分解溫度。
14. 一種導電體糊漿，含有根據申請專利範圍第 1 項之鎳複合粒子。
15. 一種導電體糊漿，含有根據申請專利範圍第 2 項之鎳複合粒子。
16. 一種陶瓷多層電子零件，其中導電體層是用根據申請專利範圍第 14 項之導電體糊漿形成。
17. 一種陶瓷多層電子零件，其中導電體層是用根據申請專利範圍第 15 項之導電體糊漿形成。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂