



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公告本

(11)證書號數：TW I579242 B

(45)公告日：中華民國 106 (2017) 年 04 月 21 日

(21)申請案號：102120472

(22)申請日：中華民國 102 (2013) 年 06 月 10 日

(51)Int. Cl. : C01G5/00 (2006.01)

B22F9/24 (2006.01)

B82Y30/00 (2011.01)

(30)優先權：2012/07/19 日本

2012-160566

(71)申請人：日油股份有限公司 (日本) NOF CORPORATION (JP)

日本

(72)發明人：神津達也 KOZU, TATSUYA (JP)；疋田真也 HIKITA, MASAYA (JP)；姜義哲 KANG, EUI-CHUL (KR)

(74)代理人：李保祿

(56)參考文獻：

JP 2005-060824A

審查人員：謝瑩貞

申請專利範圍項數：6 項 圖式數：2 共 35 頁

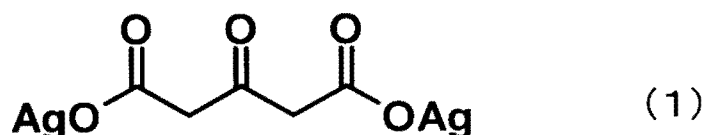
(54)名稱

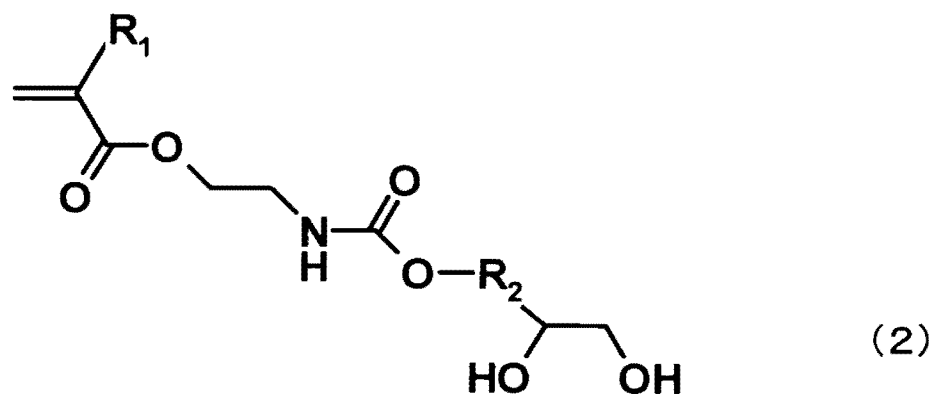
銀奈米微粒及其製備方法、銀奈米微粒分散液及形成銀成分的基材

SILVER NANOPARTICLES, METHOD OF PRODUCING THE SAME, SILVER NANOPARTICLE DISPERSION, AND SUBSTRATE HAVING SILVER ELEMENT FORMED THEREON

(57)摘要

本發明提供一種銀奈米微粒、其製備方法及銀奈米微粒分散液，以及利用該分散液的形成銀成分的基材，該銀奈米微粒對溶劑具有優異的分散穩定性，即使在低溫且短時間加熱下，也能在基材上形成導電性及貼附性優異的銀膜或銀線等銀成分。本發明的銀奈米微粒以特定比例含有式(1)所示的銀化合物(A)、具有伯氨基的胺化合物(B)及聚合物(C)，該聚合物(C)是將含有式(2)所示的含氮基甲酸酯鍵的二醇(甲基)丙烯酸酯化合物(c1)與選自(甲基)丙烯酸酯單體、丙烯醯胺單體、乙烯基單體、乙烯基醚單體和含有環氧基的單體中的至少一種單體(c2)的單體組合物進行聚合而得到的。





R₁：氫原子或甲基，R₂：-(CH₂)_n，n：1~4。

指定代表圖：

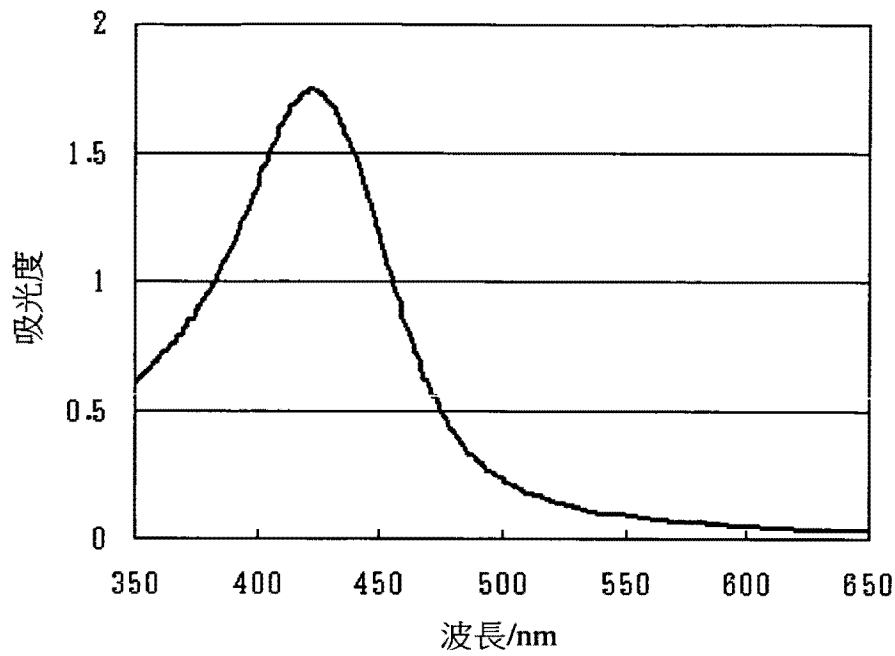
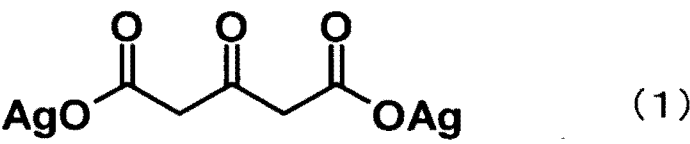


圖 1

特徵化學式：



發明摘要

※ 申請案號：102120472

※ 申請日：102.6.10

※IPC 分類：

C01G5/00 (2005.01)

B22F 9/24 (2005.01)

A82Y 3/00 (2011.01)

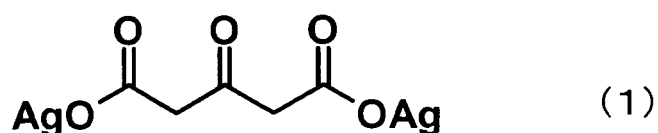
【發明名稱】(中文/英文)

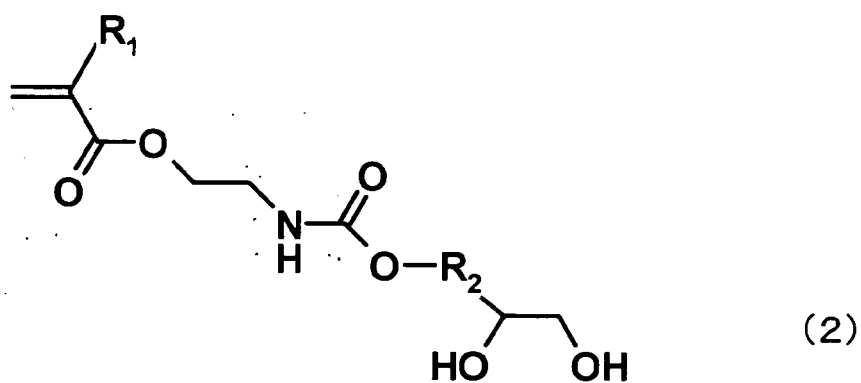
銀奈米微粒及其製備方法、銀奈米微粒分散液及形成銀成分的基材/

SILVER NANOPARTICLES, METHOD OF PRODUCING THE SAME, SILVER NANOPARTICLE DISPERSION, AND SUBSTRATE HAVING SILVER ELEMENT FORMED THEREON

【中文】

本發明提供一種銀奈米微粒、其製備方法及銀奈米微粒分散液，以及利用該分散液的形成銀成分的基材，該銀奈米微粒對溶劑具有優異的分散穩定性，即使在低溫且短時間加熱下，也能在基材上形成導電性及貼附性優異的銀膜或銀線等銀成分。本發明的銀奈米微粒以特定比例含有式(1)所示的銀化合物(A)、具有伯氨基的胺化合物(B)及聚合物(C)，該聚合物(C)是將含有式(2)所示的含氨基甲酸酯鍵的二醇(甲基)丙烯酸酯化合物(c1)與選自(甲基)丙烯酸酯單體、丙烯醯胺單體、乙烯基單體、乙烯基醚單體和含有環氧基的單體中的至少一種單體(c2)的單體組合物進行聚合而得到的。





R_1 ：氫原子或甲基， R_2 ： $-(CH_2)_n-$ ， n ：1~4。

【英文】

無

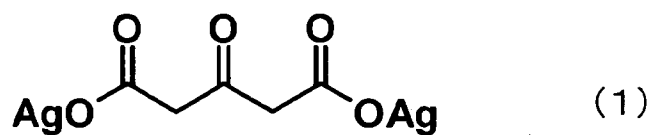
【代表圖】

【本案指定代表圖】：第（ 1 ）圖。

【本代表圖之符號簡單說明】：

無

【本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式】：



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)

銀奈米微粒及其製備方法、銀奈米微粒分散液及形成銀成分的基材/

SILVER NANOPARTICLES, METHOD OF PRODUCING THE SAME,
SILVER NANOPARTICLE DISPERSION, AND SUBSTRATE HAVING
SILVER ELEMENT FORMED THEREON

【技術領域】

【0001】 本發明是關於一種銀奈米微粒及其製備方法、含有該銀奈米微粒的分散液及形成銀成分的基材，該銀奈米微粒在溶劑中分散性優異，且通過在基材上 150℃ 以下的低溫燒結，表現出優異的導電性和基材貼附性，能夠得到銀膜或銀線等銀成分。

【先前技術】

【0002】 作為金屬膜的製造方法，眾所周知有將金屬作成液體油墨狀或漿油墨狀，並將其塗布或印刷至基材後進行加熱的方法。作為所使用的金屬，為金、銀、銅、鋁，作為佈線用材料，通用銀。在為使用了銀的油墨的情況下，一般使用金屬銀分散在分散溶劑中的油墨，在佈線基板上形成圖案，對該油墨中的金屬銀進行燒結，形成佈線。在使用金屬銀作為導電性材料的情況下，周知地，利用因分散了的金屬銀的微細化導致的熔點下降，必須在低溫下進行燒結。目前，使用微細化的奈米尺寸的金屬奈米微粒作為能夠低溫燒結的材料備受期待。

【0003】 但是，由於顯示出熔點下降程度的微小金屬銀粒子相互接觸，容易發生聚集，因此為了防止聚集，需要在該油墨中添加分散劑。但

是，在使用含有該分散劑的油墨對金屬銀粒子進行燒結時，會殘留來自分散劑的雜質，因此最好通過高溫處理等除去雜質。

【0004】 作為銀奈米微粒的一般性製備方法，例如，可以列舉在分散劑存在下將由硝酸銀等無機酸與銀形成的銀鹽進行還原的方法。但是為了除去來自銀鹽的酸成分殘留或分散劑，需要在高溫下進行處理。

【0005】 另外，也有下述金屬銀形成方法的報導，其是使用有機酸代替如前所述的無機酸來形成銀鹽，利用該銀鹽的金屬銀的形成方法。作為有機酸銀，例如，報導有在烷基胺存在下將長鏈羧酸的銀鹽進行熱分解或還原的方法（專利文獻 1~5）。但是，由於使用任意有機酸銀製備的銀奈米微粒中，均附著有不揮發性且熱分解溫度高的羧酸或羧酸銀，因此為了得到導電性良好的銀膜或銀線等銀成分，認為需要 200℃ 以上且長時間的熱處理。

【0006】 近年來，人們積極嘗試針對透明樹脂基板製造金屬銀。但是，一般地，由於透明樹脂基板與玻璃等相比，具有低軟化點，因此，希望有能夠通過 150℃ 以下的加熱製作金屬銀的低溫燒結性銀形成材料。為了實現低溫燒結性，需要在低溫下除去吸附在銀奈米粒子表面的分散劑。進一步地，為了得到耐久性良好的金屬樹脂基板，需要透明樹脂基板與銀成分之間牢固地結合。

【0007】 作為實現低溫燒結性的方法，已提出下述銀奈米粒子的製備方法（專利文獻 6），其是將草酸銀與胺混合，形成具有熱分解溫度為 110℃ 的草酸銀胺絡合物的銀奈米粒子製備方法。由該方法得到的銀奈米粒子，雖然在 150℃ 以下的煅燒下可以得到表現出良好導電性的金屬膜等銀成

分，但對於包括貼附性的耐久性並沒有記載。可以推測，以這種在膜中不殘留有機物的作用機理而得到的純銀成分缺乏與基材的貼附性。

【0008】 另一方面，作為提高貼附性或銀成分強度的方法，有報導指出使用下述組合物的方法（專利文獻 7），該組合物是將含有聚氨酯二醇基的有機高分子與無機材料摻雜而成。但是，在添加有機高分子的情況下，由於其殘留在導電膜中成為電阻成分，難以顯現出與塊狀銀相同水準的導電性。

【0009】 現有技術文獻

專利文獻

專利文獻 1：日本專利特開 2005-60824 號公報

專利文獻 2：日本專利特開 2007-84879 號公報

專利文獻 3：國際公開第 2004/012884 號

專利文獻 4：日本專利特開 2004-27347 號公報

專利文獻 5：日本專利特開 2009-185390 號公報

專利文獻 6：日本專利特開 2010-265543 號公報

專利文獻 7：國際公開第 2007/148684 號

【發明內容】

【0010】 本發明要解決的技術問題

【0011】 本發明的技術問題在於提供一種銀奈米微粒、其製備方法及銀奈米微粒分散液，該銀奈米微粒對溶劑具有優異的分散穩定性，即使在低溫且短時間加熱下，也能在基材上形成導電性及貼附性優異的銀膜或銀

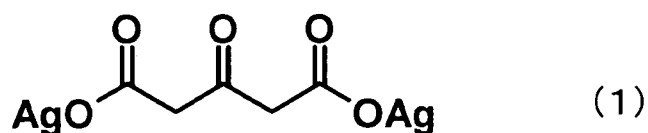
線等銀成分。另外，還在於將該銀奈米微粒及銀奈米微粒分散液用於在基材上形成導電性及貼附性優異的銀膜或銀線等銀成分。

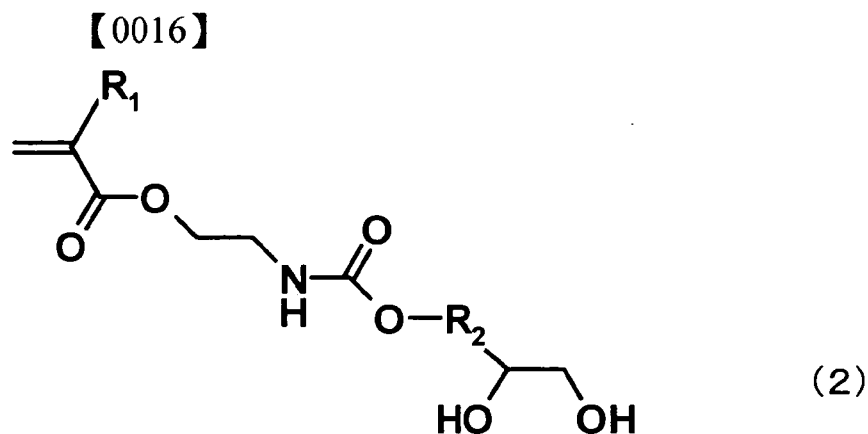
【0012】 本發明的另一技術問題在於提供一種具備導電性及貼附性優異的銀膜或銀線等銀成分的形成銀成分的基材，以及提供該形成銀成分的基材的製造方法。

【0013】 解決技術問題的技術手段

【0014】 根據本發明，提供了一種銀奈米微粒，其是將含銀組合物進行還原處理（用還原劑處理或熱處理）而得到的，該含銀組合物含有式（1）所示的銀化合物（A）、具有伯氨基的胺化合物（B）及聚合物（C），該聚合物（C）是將含有式（2）所示的含氨基甲酸酯鍵的二醇(甲基)丙烯酸酯化合物（c1）與選自(甲基)丙烯酸酯單體、丙烯醯胺單體、乙烯基單體、乙烯基醚單體和含有環氧基的單體中的至少一種單體（c2）的單體組合物進行聚合而得到的；相對於該銀化合物（A）中的銀元素，該胺化合物（B）的含有比例為 1~50 莫耳當量；相對於 100 質量份的銀化合物（A）中的銀元素量，該聚合物（C）的含有比例為 0.1~0.9 質量份。

【0015】





式(2)中，R₁表示氫原子或甲基。R₂為-(CH₂)_n-，n為1~4的整數。

【0017】 根據本發明，提供一種銀奈米微粒的製備方法，其特徵在於，其為將含銀組合物進行還原處理（用還原劑處理或熱處理），該含銀組合物含有上述式(1)所示的銀化合物(A)、具有伯氨基的胺化合物(B)及上述聚合物(C)；相對於該銀化合物(A)中的銀元素，該胺化合物(B)的含有比例為1~50莫耳當量；相對於100質量份的銀化合物(A)中的銀元素量，該聚合物(C)的含有比例為0.1~0.9質量份。

【0018】 進一步地，根據本發明，還提供含有該銀奈米微粒和溶劑的銀奈米微粒分散液（下面有時也簡稱為本發明的分散液）。

【0019】 進一步地，根據本發明，其還提供在基材上塗布本發明的分散液並加熱，形成銀成分的基材。

【0020】 發明效果

【0021】 由於本發明的銀奈米微粒是將以特定比例含有上述銀化合物(A)、上述胺化合物(B)和上述聚合物(C)的含銀組合物進行還原處理（用還原劑處理或熱處理）而得到的，因此對於溶劑具有優異的分散穩定性。另外，由於本發明的分散液含有該銀奈米微粒和溶劑，因此能夠在150℃以下的低溫下，在基材上形成導電性及貼附性優異的銀膜或銀線等銀

成分。進一步地，由於能夠在 150°C 以下的低溫下進行燒結，因此能夠在耐熱性低的樹脂基材上形成銀成分。由於這樣得到的銀成分表現出與塊狀銀相近的性質，因此不僅可應用於利用導電性的佈線材料，還有望應用於反射材料或抗菌材料等各種技術領域中。

【圖式簡單說明】

【0022】

圖 1 是表示實施例 1-1 製備的銀奈米微粒的 UV-Vis 光譜的曲線圖。

圖 2 是表示實施例 1-1 製備的銀奈米微粒的熱重分析結果的曲線圖。

【實施方式】

【0023】 下面，更加詳細地說明本發明。

【0024】 本發明的銀奈米微粒是通過本發明的製備方法得到的，該方法是將以特定比例含有上述式 (1) 所示的銀化合物 (A)、具有伯氨基的胺化合物 (B) 和特定的聚合物 (C) 的含銀組合物進行還原處理而得到的。

【0025】 銀化合物 (A) 為丙酮二羧酸銀，其形態通常為粉狀體。該銀化合物 (A) 在溶劑中的溶解性低，在均勻體系下不能進行還原反應，因此難以得到穩定分散的奈米微粒。但是，通過與上述具有伯氨基的胺化合物 (B) 組合，銀化合物 (A) 溶解，並在均勻體系下進行還原反應。另外由於銀化合物 (A) 的有機結構的丙酮二羧酸在反應體系中分解成揮發性化合物，而只提供銀，因此在生成的銀奈米微粒上不殘留不揮發性羧酸，能夠在 150°C 以下的加熱處理下形成金屬銀膜或線等銀成分。

【0026】 因此，本發明的銀奈米微粒能夠用於在基材上形成導電性及

貼附性優異的銀膜或銀線等銀成分。

【0027】 在該含銀組合物中，相對於該銀化合物（A）中的銀元素，胺化合物（B）的含有比例為 1~50 莫耳當量的範圍。在不足 1 莫耳當量時，由於無法調整成均勻的溶液，因此在還原時容易產生沉澱，在超過 50 莫耳當量的情況下，無法得到與含有比例相應的效果。

【0028】 胺化合物（B）只要為結構中具有容易與銀化合物（A）配位的伯氨基的化合物即可，並沒有特別限定。作為胺化合物（B），例如，可以列舉 1-丁胺、1-戊胺、1-己胺、1-庚胺、1-辛胺、1-壬胺、1-癸胺、1-十一烷基胺、1-十二烷基胺、1-十三烷基胺、1-十四烷基胺、1-十五烷基胺、1-十六烷基胺、1-十八烷基胺、2-乙基己胺、異丁胺、異戊胺、仲丁胺、叔丁胺、叔戊胺、烯丙胺、油胺、苄胺、2-苯乙胺、3-甲氧基丙胺、3-乙氧基丙胺、3-異丙氧基丙胺、3-丁氧基丙胺、2-乙基己氧基丙胺、3-癸氧基丙胺、二丁基氨基丙胺、二甲基氨基丙胺、二乙基氨基丙胺、二異丙基氨基乙胺，使用時可以使用一種或兩種以上的混合物使用。

【0029】 為了使本發明的銀奈米微粒在低溫煅燒時尤其優異，胺化合物（B）優選為在煅燒時容易從膜中除去的結構的化合物，例如可以列舉 1-丁胺、1-戊胺、1-己胺、1-庚胺、1-辛胺、2-乙基己胺、異丁胺、異戊胺、仲丁胺、叔丁胺、叔戊胺、烯丙胺、3-甲氧基丙胺、3-乙氧基丙胺、3-異丙氧基丙胺、二甲基氨基丙胺、二乙基氨基丙胺、二異丙基氨基乙胺，使用時可以使用一種或兩種以上的混合物使用。

【0030】 為了使本發明的銀奈米微粒對溶劑的穩定性尤其優異，胺化合物（B）優選為可以得到立體排斥效果的具有側鏈的結構的化合物，例如，

可以列舉 1-癸胺、1-十一烷基胺、1-十二烷基胺、1-十三烷基胺、1-十四烷基胺、1-十五烷基胺、1-十六烷基胺、1-十八烷基胺、油胺、2-乙基己氧基丙胺、3-癸氧基丙胺、二丁基氨基丙胺等，使用時可以使用一種或兩種以上的混合物使用。

【0031】 為了使本發明的銀奈米微粒兼顧低溫燒結性和在溶劑中的分散穩定性，可以一起使用兩種以上上述胺化合物（B）。其含有比例為任意，可以根據所期望的低溫燒結性和分散穩定性進行適當選擇。

【0032】 該聚合物（C）是將含有上述式（2）所示的含氨基甲酸酯鍵的二醇(甲基)丙烯酸酯化合物（c1）（下面也簡稱為單體（c1））與選自(甲基)丙烯酸酯單體、丙烯醯胺單體、乙烯基單體、乙烯基醚單體和含有環氧基的單體中的至少一種單體（c2）的單體組合物進行聚合而得到的共聚物。

【0033】 聚合物（C）具有來自單體（c1）結構的、極性氨基甲酸酯基和兩個羥基（二醇基團）。雖然氨基甲酸酯基或羥基通過其單體與銀的相互作用並沒有那麼強，但由於它們存在於相鄰的部位，因此通過三點配位能夠有效吸附於銀奈米微粒的表面，通過剩餘高分子鏈的立體排斥能夠提高分散穩定性。另外，在將本發明的銀奈米微粒作為分散液塗布在基材上進行加熱處理時，由於聚合物（C）從銀奈米微粒的表面脫離，因此不會阻礙銀成分的形成。進一步地，由於脫離的聚合物（C）在基材表面進行定向，因此能夠使得到的金屬銀膜或線等銀成分與基材間牢固地貼附。

【0034】 在表示單體（c1）的上述式（2）中， R_1 表示氫原子或甲基，從容易調整分子量的觀點考慮，優選甲基。 R_2 為 $-(CH_2)_n-$ ， n 為 1~4 的整數。 R_2 具體為 $-CH_2-$ 、 $-CH_2CH_2-$ 、 $-CH_2CH_2CH_2-$ 、 $-CH_2CH_2CH_2CH_2-$ 中的任意一

個，從易於獲得的觀點考慮，優選-CH₂-或-CH₂CH₂-。

【0035】 作為單體 (c1)，例如，可以列舉丙三醇-1-甲基丙烯酸醯氧乙基氨基甲酸酯、丙三醇-1-丙烯酸醯氧乙基氨基甲酸酯，從容易合成的觀點考慮，可以列舉優選丙三醇-1-甲基丙烯酸醯氧乙基氨基甲酸酯。

【0036】 單體 (c1) 製備，例如可以按照上述專利文獻 7 所公開的方法進行合成。

【0037】 作為用作單體 (c2) 的上述(甲基)丙烯酸酯單體，例如，可以列舉(甲基)丙烯酸甲酯、(甲基)丙烯酸丁酯、(甲基)丙烯酸異丁酯、(甲基)丙烯酸十二烷酯、(甲基)丙烯酸十八烷基酯、(甲基)丙烯酸二甲氨基乙酯、(甲基)丙烯酸 2-羥基乙酯、(甲基)丙烯酸 2-甲氧基乙酯、3-甲基丙烯酸醯氧基丙基三甲氧基矽烷、甲基丙烯酸 α -萘基酯、(甲基)丙烯酸 2-甲基-2-金剛烷基酯、(甲基)丙烯酸 2-(全氟己基)乙酯、丙烯酸 1H-1-(三氟甲基)三氟乙基酯。

【0038】 作為用作單體 (c2) 的上述丙烯酸醯胺單體，例如，可以列舉丙烯酸醯胺、N-甲基丙烯酸醯胺、N-乙基丙烯酸醯胺、N-羥甲基丙烯酸醯胺、N-異丙基丙烯酸醯胺、N,N-二甲基丙烯酸醯胺、N,N-二乙基丙烯酸醯胺、N,N-二異丙基丙烯酸醯胺。

【0039】 作為用作單體 (c2) 的上述乙烯基單體，例如，可以列舉苯乙烯、2-氯苯乙烯、 β -溴苯乙烯、乙烯基吡啶、全氟己基乙烯。

【0040】 作為用作單體 (c2) 的上述乙烯基醚單體，例如，可以列舉甲基乙烯基醚。

【0041】 作為用作單體 (c2) 的上述含有環氧基的單體，例如，可以列舉(甲基)丙烯酸縮水甘油酯、(甲基) 3,4-環氧環己基甲基丙烯酸酯、

丙烯酸 4-羥丁基縮水甘油醚。

【0042】 在該單體組合物中，單體 (c1) 與單體 (c2) 的組合比以莫耳比計，優選為單體 (c1):單體 (c2)=20:80~90:10，特別優選為 30:70~80:20。單體 (c1) 的莫耳比不足 20%時，所得到的銀奈米微粒的吸附效率可能降低，分散穩定性降低。單體 (c1) 的莫耳比超過 90%的情況下，所得到的聚合物 (C) 之間的締合使對溶劑的親和性降低，有可能降低在溶劑中的分散穩定性。

【0043】 以重均分子量計，聚合物 (C) 的分子量優選為 5000~50000 的範圍，特別優選為 7000~40000。重均分子量不足 5000 時，由於分子小且立體排斥，有可能無法充分提高在溶劑中的分散穩定性。在重均分子量超過 50000 的情況下，由於聚合物 (C) 之間的締合使對溶劑的親和性降低，有可能降低在溶劑中的分散穩定性。

【0044】 聚合物 (C) 可以通過下述方法製備，例如，使用周知的溶液聚合、本體聚合、乳液聚合、懸浮聚合等方法，並根據需要將聚合體系用不活潑氣體，例如氮氣、二氧化碳、氮氣置換或者在不活潑氣體氣氛下對上述單體組合物進行自由基聚合。這時，聚合溫度通常為 0~100℃，聚合時間通常為 1~48 小時。

【0045】 在聚合時可以使用聚合引發劑。作為該聚合引發劑，例如，可以列舉 2,2'-偶氮雙(2-脒基丙烷)二鹽酸鹽、4,4'-偶氮雙(4-氰基巰草酸)、2,2'-偶氮雙(2-(5-甲基-2-咪唑啉-2-基)丙烷)二鹽酸鹽、2,2'-偶氮雙(2-(2-咪唑啉-2-基)丙烷)二鹽酸鹽、2,2'-偶氮二異丁基胺二水合物、過硫酸銨、過硫酸鉀、過氧化苯甲醯、二異丙基過氧化二碳酸酯、過氧化-2-乙基己酸叔丁酯、

叔丁基過氧化特戊酸酯、叔丁基過氧化二異丁酸酯、過氧化十二醯、偶氮二異丁腈、2,2'-偶氮雙(2,4-二甲基戊腈)、叔丁基過氧化新癸酸酯（商品名稱“PERBUTYL ND”，日油（株）公司製備）或它們的混合物。在聚合引發劑中也可以使用各種氧化還原類的促進劑。

【0046】 相對於 100 質量份的單體組合物，聚合引發劑的用量優選為 0.01~5.0 質量份。聚合物的提純可以通過再沉澱法、透析法、超濾法等一般性提純方法進行。

【0047】 本發明的銀奈米微粒的製備，為了調整銀濃度或銀奈米微粒的生成速度，可以適當添加溶劑。溶劑的量沒有特別限定，但從生產效率或環境負擔的觀點考慮，期望是相對於 100 質量份的銀化合物（A）為小於 3000 質量份。

【0048】 該溶劑只要使銀奈米微粒分散即可，並沒有特別地限定，根據用途可以單獨或混合使用。作為該溶劑，例如，可以列舉甲醇、乙醇、1-丙醇、2-丙醇、1-丁醇、2-丁醇、叔丁醇、1-戊醇、2-戊醇、3-戊醇、叔戊醇、1-己醇、1-辛醇、2-乙基-1-己醇、乙二醇、丁氧基乙醇、甲氧基乙醇、乙氧基乙醇、乙基卡必醇、乙基卡必醇乙酸酯、丁基卡必醇、丁基卡必醇乙酸酯、丙二醇、丙二醇單甲醚、丙二醇單丙醚、丙二醇單丁醚及二丙二醇單甲醚、松油醇等醇類；乙醯氧基甲氧基丙烷、苯基縮水甘油醚及乙二醇縮水甘油等醚類；丙酮、甲基乙基酮及甲基異丁基酮、 γ -丁內酯等酮類；乙腈、丙腈、丁腈及異丁腈等腈類；苯、甲苯、二甲苯等芳香族類；水。

【0049】 在該含銀組合物中，相對於 100 質量份銀化合物（A）中的銀元素量，聚合物（C）的含有比例為 0.1~0.9 質量份的範圍，優選為 0.2~0.7

質量份的範圍。不足 0.1 質量份時，雖然生成銀奈米微粒，但相對於溶劑的分散穩定性降低而容易產生沉澱。另外，對本發明的分散液進行加熱處理得到的銀成分與基材的貼附性也變得不充分。在超過 0.9 質量份的情況下，聚合物（C）發揮聚集劑的作用而產生沉澱。

【0050】 在製備該含銀組合物時，銀化合物（A）、胺化合物（B）及聚合物（C）的混合順序並沒有特別地限制。

【0051】 本發明的銀奈米微粒可以通過將上述含銀組合物進行還原處理（用還原劑處理或熱處理）的本發明製備方法得到。

【0052】 作為熱處理，可以使用銀化合物與胺的絡合物的熱分解還原。作為加熱溫度，優選 50°C 以上，特別優選 70°C~200°C 的範圍。處理時間優選為 5~120 分鐘。不足 50°C 時，熱分解還原反應的進行緩慢而無法生成銀奈米微粒，在超過 200°C 的情況下，有可能使銀奈米微粒之間熔接。

【0053】 作為還原劑，例如，可以列舉甲酸、肼、抗壞血酸、對苯二酚、氫化硼鈉、叔胺、氨基醇，但也並不限定於此。

【0054】 相對於含銀組合物的銀化合物（A）中的銀元素，還原劑的添加量優選為 1.0~5.0 莫耳當量的範圍，特別優選為 1.1~3.0 莫耳當量的範圍。不足 1.0 莫耳當量時，還原劑的量不充分，有可能使銀奈米微粒的生成速度變得緩慢，在超過 5.0 莫耳當量的情況下，銀奈米微粒的生成速度過快而導致聚集，有可能產生沉澱。

【0055】 還原劑的添加方法並沒有特別地限定，根據還原能力進行調整即可。在還原能力高的情況下，通過稀釋並緩慢地添加，不會產生沉澱，可以得到穩定分散的銀奈米微粒。溫和還原劑的情況下，也可以通過一次

性添加，或進行加熱使反應進行。通常，利用還原劑的處理，可以在室溫程度下進行。

【0056】 還原劑的添加結束後，結束還原反應，為了促進在生成的銀奈米微粒上的配位，最好進一步進行攪拌。這時，攪拌方法及時間並沒有特別限定。

【0057】 本發明的銀奈米微粒的體積平均粒徑通常為 1~100nm。另外，銀奈米微粒的銀含量通常為 90 質量%以上。

【0058】 本發明的銀奈米微粒能夠通過加熱處理製造優異的金屬銀膜或線等銀成分，特別適合用作導電性材料。因此，該銀奈米微粒能夠用於形成銀成分的基材的製造。

【0059】 通過本發明的製備方法得到的銀奈米微粒，可以直接使用，但由於存在不參與在銀奈米微粒上配位的過量胺化合物或還原劑，因此最好將它們除去而進行提純。作為提純方法，可以列舉通過添加高極性溶劑而致使沉澱，但用該方法無法進行提純的情況下，也可以使用離心分離、超濾等進行提純。

【0060】 本發明的銀奈米微粒分散液包含本發明的銀奈米微粒及溶劑，是該銀奈米微粒分散至溶劑而成的。

【0061】 溶劑並沒有特別限制，只要使銀奈米微粒分散即可。例如，可以列舉甲醇、乙醇、1-丙醇、2-丙醇、1-丁醇、2-丁醇、叔丁醇、1-戊醇、2-戊醇、3-戊醇、叔戊醇、1-己醇、1-辛醇、2-乙基-1-己醇、乙二醇、丁氧基乙醇、甲氧基乙醇、乙氧基乙醇、乙基卡必醇、乙基卡必醇乙酸酯、丁基卡必醇、丁基卡必醇乙酸酯、丙二醇、丙二醇單甲醚、丙二醇單丙醚、

丙二醇單丁醚及二丙二醇單甲醚、松油醇等醇類；乙醯氧基甲氧基丙烷、苯基縮水甘油醚及乙二醇縮水甘油等醚類；丙酮、甲基乙基酮及甲基異丁基酮、 γ -丁內酯等酮類；乙腈、丙腈、丁腈及異丁腈等腈類；苯、甲苯、二甲苯等芳香族類；水。

【0062】 銀奈米微粒分散液中的銀含量可以根據分散液的用途進行適當選擇，但通常優選為 10~85 質量%，在用作導電性材料的情況下，從低溫燒結性和對溶劑的分散穩定性的觀點考慮，優選為 20~60 質量%的範圍。

【0063】 本發明的銀奈米微粒分散液中，根據需要，為了調整其對基材的流平性，可以適當加入例如烴、乙炔醇、矽油，另外，為了調整分散液的粘度特性，可以適當加入例如樹脂或增塑劑。進一步地，根據需要，也可以適當加入其他導電體粉末、玻璃粉末、表面活性劑、金屬鹽或其他通常用於含銀組合物的添加劑。

【0064】 本發明的形成銀成分的基材是將本發明的分散液塗布在基板等基材上，並加熱該基材從而形成使金屬銀形成為膜狀或線狀的銀成分的基材。

【0065】 塗布本發明分散液的基材並沒有特別限制，只要分散液能夠塗敷在基材上即可。例如，可以列舉聚酯、聚醯亞胺、環氧樹脂、雙馬來醯亞胺-三嗪樹脂、改性聚苯醚、ABS 樹脂、聚醯胺、聚乙烯、聚氯乙烯、氟樹脂等塑膠基板；鈉玻璃、硼矽酸玻璃、矽酸鹽玻璃、石英玻璃等玻璃基板；具有金、銀、銅、鋁等金屬佈線的佈線基板。另外這些基材也可以實施底塗處理、等離子體處理、蝕刻處理、溶劑吸收層處理。

【0066】 使用本發明的銀奈米微粒分散液及上述基材製造形成銀成

分的基材的方法，例如，可以列舉下述方法。

【0067】 能夠通過印刷等將本發明的分散液塗布在基材上。印刷等方法沒有特別地限制，例如，可以列舉噴墨印刷、微凹版印刷、凹版膠印印刷、絲網印刷、輥塗法、氣刀塗布法、刮刀塗布法、棒式塗布法、模具塗布法、滑動塗布法。

【0068】 用來在基材上形成銀成分的加熱時的加熱溫度根據基材種類的不同而不同，可適當選擇，例如，優選為能夠得到基材的耐熱溫度以下且導電性優異的銀成分（體積電阻值不足 $1.0 \times 10^{-5} \Omega \cdot \text{cm}$ ）的加熱溫度，具體來說優選 $100 \sim 200^\circ\text{C}$ 的範圍。另外，加熱時間根據加熱溫度的不同而不同，但是能形成導電性優異的銀成分的時間即可，通常為 1~120 分鐘，優選為 10~60 分鐘。

【0069】 在基材上形成的銀成分的厚度根據用途的不同而不同，但用作佈線材料的情況下，從導電性、耐久性的觀點考慮，優選 $0.2 \sim 50 \mu\text{m}$ ，從加熱時的乾燥性、燒結性的觀點考慮，優選 $0.5 \sim 30 \mu\text{m}$ 。

【0070】 本發明的含銀成分基材的用途沒有特別限定，但顯示出與體積電阻值為 $1.0 \times 10^{-6} \Omega \cdot \text{cm}$ 等級的塊狀銀相近的導電性，銀成分牢固地貼附在基材上，具有耐久性，因此，例如，特別是能夠利用在電子器材的佈線等電子材料領域。

【0071】 【實施例】

【0072】 下面，通過實施例詳細地說明本發明，但本發明並不限定於此。

【0073】 此外，例子中的銀元素是指所使用的銀化合物中的銀元素。

【0074】 合成例

【0075】 使用表 1 所示單體 (c1) 及單體 (c2) 的組成的單體組合物，通過通常的方法得到聚合物 (C1~C10)。將這些聚合物用於後述的實施例及比較例中。

【0076】 此外，各聚合物的重均分子量通過如下所示的測定裝置及條件進行測定。

【0077】 測定裝置：東曹 BUILDUP GPC 系統（檢測器：RI）。

【0078】 色譜柱：TSK 凝膠 G3000PWXL+TSK 凝膠 G5000PWXL（東曹）。

【0079】 洗脫液：水/乙醇=7/3（v/v）。

【0080】 測定條件：送液速度；0.5ml/min，柱溫箱溫度；40℃，標準物質；聚環氧乙烷。

【0081】 表 1

聚合物	單體組成 (mol 比)							重均分子 量 Mw	Mw/Mn
	單體 (c1)	單體 (c2)							
	GLYMOU	BMA	SMA	N-MAAm	St	MBE	HBAGE		
聚合物 (C1)	60	20		20				25000	3.2
聚合物 (C2)	60	20			20			19000	3.5
聚合物 (C3)	60	20				20		22000	3.4
聚合物 (C4)	60	20					20	17000	3.5
聚合物 (C5)	60		20	20				26000	3.6
聚合物 (C6)	60				20		20	22500	3.8
聚合物 (C7)	80	10		10				28500	3.5

聚合物 (C8)	40	30		30				17000	3.5
聚合物 (C9)	60	20		20				9000	2.2
聚合物 (C10)	60	40						21000	3.7

GLYMOU：丙三醇-1-甲基丙烯醯氧乙基氨基甲酸酯

BMA：甲基丙烯酸丁酯

SMA：甲基丙烯酸十八烷基酯

N-MAAm：N-羥甲基丙烯醯胺

St：苯乙烯

MBE：甲基烯基醚

HBAGE：丙烯酸 4-羥丁基縮水甘油醚

【0082】 實施例 1-1 銀奈米微粒的製備

【0083】 將 3.6g (10.0mmol) 的作為銀化合物 (A) 的丙酮二羧酸銀、7.8g (60.0mmol，相對於銀元素為 3 莫耳當量) 的 2-乙基己胺及 36.0g (為銀化合物重量的 10 倍) 的甲苯進行混合，得到淡黃色的透明溶液。在其中添加 11mg (相對於 100 質量份的銀元素為 0.5 質量份) 的聚合物 (C1)。接著，緩慢滴下 1.4g (30.0mmol，相對於銀元素為 1.5 莫耳當量) 的甲酸後，將反應液在室溫 (25℃) 下攪拌 1 小時，製備銀奈米微粒。

【0084】 按照以下的方法對製備的銀奈米微粒進行評價。結果表示在表 2 中。

【0085】 吸收光譜的分析使用 UV-Vis 光譜分光裝置 (日本分光 (株) 製造) 來進行。其結果，在 420nm 觀測到來自銀奈米微粒的表面等離激元的最大吸收光譜 (圖 1)。

【0086】 銀奈米微粒的粒徑使用動態光散射儀 (瑪律文儀器公司製造) 來進行測定。其結果，體積平均粒徑為 17.4nm。

【0087】 在合成了銀奈米粒子的反應液中，注入甲醇，使銀奈米微粒聚集並沉澱。使用 PTFE 篩檢程式對沉澱的銀微粒進行過濾，得到 2.0g 銀奈米微粒。使用該銀奈米微粒，利用熱重分析儀（SII 奈米技術（株）製造）進行 TG 分析。分析條件設定為升溫速度 10℃/分鐘，測定氣氛為空氣中。其結果，熱重分析後的殘留為 92.0%（圖 2）。

【0088】 實施例 1-2~1-40

【0089】 以表 2 及表 3 所示的各成分比例，用與實施例 1-1 相同的方法製備銀奈米微粒。

【0090】 與實施例 1-1 進行相同的銀奈米微粒的評價，使用 UV-Vis 光譜分光裝置確認了來自表面等離激元的最大吸收。另外，也同樣測定了體積平均粒徑與熱重殘留。結果表示在表 2 及表 3 中。

【0091】 此外，表中的簡稱如下：2-EHA 為 2-乙基己胺、HA 為己胺、OA 為辛胺、3-EPA 為 3-乙氧基丙胺、DMPA 為二甲基氨基丙胺、LA 為月桂胺、OLA 為油胺、IPA 為異丙醇。

【0092】 另外，在表中，注 1 是相對於 100 質量份的銀化合物（A）中的銀元素量的質量份。注 2 是相對於銀化合物（A）中的銀元素的莫耳當量。注 3 是相對於 100 質量份的銀化合物（A）的質量份。

【0093】 實施例 1-41

【0094】 將 3.6g（10.0mmol）作為銀化合物（A）的丙酮二羧酸銀、7.8g（60.0mmol，相對於銀元素為 3 莫耳當量）的 2-乙基己胺及 36.0g（為銀化合物重量的 10 倍）的甲苯進行混合，得到淡黃色的透明溶液。在其中添加 11mg（相對於 100 質量份的銀元素為 0.5 質量份）聚合物（C1）。接

著，將混合液在設定為 70℃ 的油浴中攪拌 1 小時，製備銀奈米微粒。

【0095】 在合成了銀奈米粒子的反應液中，注入甲醇，使銀奈米微粒聚集並沉澱。使用 PTFE 篩檢程式將沉澱的銀微粒進行過濾，得到 2.1g 銀奈米微粒。使用該銀奈米微粒，利用熱重分析儀（SII 奈米技術（株）製造）進行 TG 分析。分析條件設定為升溫速度 10℃/分鐘，測定氣氛為空氣中。結果表示在表 3 中。

【0096】 實施例 1-42~1-43

【0097】 在表 3 所示的反應溫度下，用與實施例 1-41 相同的方法製備銀奈米微粒。

【0098】 與實施例 1-1 進行相同的銀奈米微粒的評價，使用 UV-Vis 光譜分光裝置確認了來自表面等離激元的最大吸收。另外，也同樣測定了體積平均粒徑與熱重殘留。結果表示在表 3 中。

【0099】 實施例 1-44

【0100】 除了不使用反應溶劑以外，用與實施例 1-41 相同的方法製備銀奈米微粒。

【0101】 與實施例 1-1 進行相同的銀奈米微粒的評價，使用 UV-Vis 光譜分光裝置確認了來自表面等離激元的最大吸收。另外，也同樣測定了體積平均粒徑與熱重殘留。結果表示在表 3 中。

【0102】 表 2

	銀化合物(A)			聚合物(C)			胺化合物(B)(g)							還原劑				溶劑			反應溫度	評價	
	質量(g)	mol換算(mmol)	銀元素質量(g)	使用的聚合物	mg	注1(質量份)	2-EHA	HA	OA	3-EPA	DMAPE	LA	OLA	注2(英耳當量)	種類	g	注2(英耳當量)	種類	g	注3(質量份)			
實施例1-1	3.6	10.0	2.2	聚合物(C1)	11	0.5	7.8							3.0	甲酸	1.4	1.5	甲苯	36.0	1000	25	92.0	17.4
實施例1-2	3.6	10.0	2.2	聚合物(C2)	11	0.5	7.8							3.0	甲酸	1.4	1.5	甲苯	36.0	1000	25	93.5	18.0
實施例1-3	3.6	10.0	2.2	聚合物(C3)	11	0.5	7.8							3.0	甲酸	1.4	1.5	甲苯	36.0	1000	25	92.7	20.4
實施例1-4	3.6	10.0	2.2	聚合物(C4)	11	0.5	7.8							3.0	甲酸	1.4	1.5	甲苯	36.0	1000	25	92.5	16.8
實施例1-5	3.6	10.0	2.2	聚合物(C5)	11	0.5	7.8							3.0	甲酸	1.4	1.5	甲苯	36.0	1000	25	92.8	20.1
實施例1-6	3.6	10.0	2.2	聚合物(C6)	11	0.5	7.8							3.0	甲酸	1.4	1.5	甲苯	36.0	1000	25	92.4	19.5
實施例1-7	3.6	10.0	2.2	聚合物(C7)	11	0.5	7.8							3.0	甲酸	1.4	1.5	甲苯	36.0	1000	25	92.5	20.7
實施例1-8	3.6	10.0	2.2	聚合物(C8)	11	0.5	7.8							3.0	甲酸	1.4	1.5	甲苯	36.0	1000	25	92.1	18.6
實施例1-9	3.6	10.0	2.2	聚合物(C9)	11	0.5	7.8							3.0	甲酸	1.4	1.5	甲苯	36.0	1000	25	92.5	19.5
實施例1-10	3.6	10.0	2.2	聚合物(C10)	11	0.5	7.8							3.0	甲酸	1.4	1.5	甲苯	36.0	1000	25	93.5	21.0
實施例1-11	3.6	10.0	2.2	聚合物(C1)	4	0.2	7.8							3.0	甲酸	1.4	1.5	甲苯	36.0	1000	25	91.5	20.7
實施例1-12	3.6	10.0	2.2	聚合物(C1)	15	0.7	7.8							3.0	甲酸	1.4	1.5	甲苯	36.0	1000	25	91.8	19.5
實施例1-13	3.6	10.0	2.2	聚合物(C1)	11	0.5	2.6							1.0	甲酸	1.4	1.5	甲苯	36.0	1000	25	97.8	33.6
實施例1-14	3.6	10.0	2.2	聚合物(C1)	11	0.5	12.9							5.0	甲酸	1.4	1.5	甲苯	36.0	1000	25	93.6	15.6
實施例1-15	3.6	10.0	2.2	聚合物(C1)	11	0.5	7.8							3.0	甲酸	0.9	1.0	甲苯	36.0	1000	25	92.6	25.8
實施例1-16	3.6	10.0	2.2	聚合物(C1)	11	0.5	7.8							3.0	甲酸	2.3	2.5	甲苯	36.0	1000	25	93.6	14.7
實施例1-17	3.6	10.0	2.2	聚合物(C1)	11	0.5	7.8							3.0	甲酸	1.4	1.5	甲苯	-	0	25	93.1	33.5
實施例1-18	3.6	10.0	2.2	聚合物(C1)	11	0.5	7.8							3.0	甲酸	1.4	1.5	甲苯	72.0	2000	25	95.0	10.5
實施例1-19	3.6	10.0	2.2	聚合物(C1)	11	0.5		6.1						3.0	甲酸	1.4	1.5	甲苯	36.0	1000	25	97.6	21.0
實施例1-20	3.6	10.0	2.2	聚合物(C1)	11	0.5			7.8					3.0	甲酸	1.4	1.5	甲苯	36.0	1000	25	95.7	26.7

【0103】 表 3

	銀化合物(A)			聚合物 (C)				胺化合物 (B) (g)							還原劑			溶劑		反應溫度	評價	
	質量 (g)	mol 換算 (mmol)	銀元素重量 (g)	使用的聚合物	mg	注 1 (質量份)	2-EHA	HA	OA	3-EPA	DMAPA	LA	OLA	注 2 (質量份)	種類	g	注 3 (質量份)	℃	加熱殘留 (質量%)	磨損平均粒徑 (nm)		
實施例 1-21	3.6	10.0	2.2	聚合物 (C1)	11	0.5				6.2				3.0	甲酸	1.4	1.5	1000	25	96.6	26.1	
實施例 1-22	3.6	10.0	2.2	聚合物 (C1)	11	0.5					6.1			3.0	甲酸	1.4	1.5	1000	25	96.7	25.8	
實施例 1-23	3.6	10.0	2.2	聚合物 (C1)	11	0.5	3.9	3.0						3.0	甲酸	1.4	1.5	1000	25	94.0	25.5	
實施例 1-24	3.6	10.0	2.2	聚合物 (C1)	11	0.5	6.2					2.2		3.0	甲酸	1.4	1.5	1000	25	90.5	15.3	
實施例 1-25	3.6	10.0	2.2	聚合物 (C1)	11	0.5	6.2						3.2	3.0	甲酸	1.4	1.5	1000	25	91.7	22.8	
實施例 1-26	3.6	10.0	2.2	聚合物 (C1)	11	0.5		4.9				2.2		3.0	甲酸	1.4	1.5	1000	25	93.5	26.7	
實施例 1-27	3.6	10.0	2.2	聚合物 (C1)	11	0.5		4.9					3.2	3.0	甲酸	1.4	1.5	1000	25	91.9	19.2	
實施例 1-28	3.6	10.0	2.2	聚合物 (C1)	11	0.5			6.2			2.2		3.0	甲酸	1.4	1.5	1000	25	92.0	15.3	
實施例 1-29	3.6	10.0	2.2	聚合物 (C1)	11	0.5			6.2				3.2	3.0	甲酸	1.4	1.5	1000	25	92.5	17.1	
實施例 1-30	3.6	10.0	2.2	聚合物 (C1)	11	0.5				4.9		2.2		3.0	甲酸	1.4	1.5	1000	25	94.6	19.2	
實施例 1-31	3.6	10.0	2.2	聚合物 (C1)	11	0.5				4.9			3.2	3.0	甲酸	1.4	1.5	1000	25	91.0	19.2	
實施例 1-32	3.6	10.0	2.2	聚合物 (C1)	11	0.5					4.9	2.2		3.0	甲酸	1.4	1.5	1000	25	90.7	18.9	
實施例 1-33	3.6	10.0	2.2	聚合物 (C1)	11	0.5					4.9		3.2	3.0	甲酸	1.4	1.5	1000	25	93.5	19.2	
實施例 1-34	3.6	10.0	2.2	聚合物 (C1)	11	0.5	3.1						1.6	3.0	甲酸	1.4	1.5	1000	25	94.9	30.0	
實施例 1-35	3.6	10.0	2.2	聚合物 (C1)	11	0.5	7.8							3.0	抗壞血酸	5.3	1.5	1000	25	90.7	33.3	
實施例 1-36	3.6	10.0	2.2	聚合物 (C1)	11	0.5	7.8							3.0	NaBH ₄	1.1	1.5	1000	25	94.5	35.2	
實施例 1-37	3.6	10.0	2.2	聚合物 (C1)	11	0.5	7.8							3.0	肼	1.0	1.5	1000	25	94.6	34.5	
實施例 1-38	3.6	10.0	2.2	聚合物 (C1)	11	0.5	7.8							3.0	甲酸	1.4	1.5	1000	25	95.0	20.4	
實施例 1-39	3.6	10.0	2.2	聚合物 (C1)	11	0.5	7.8							3.0	異癸烷	36.0	1000	25	92.1	21.0		
實施例 1-40	3.6	10.0	2.2	聚合物 (C1)	11	0.5	3.1				3.1		1.6	3.0	IPA	36.0	1000	25	93.3	34.2		
實施例 1-41	3.6	10.0	2.2	聚合物 (C1)	11	0.5	7.8							3.0	無	-	-	1000	70	94.5	17.8	
實施例 1-42	3.6	10.0	2.2	聚合物 (C1)	11	0.5	7.8							3.0	無	-	-	1000	100	92.8	19.7	
實施例 1-43	3.6	10.0	2.2	聚合物 (C1)	11	0.5	7.8							3.0	無	-	-	1000	150	92.5	20.5	
實施例 1-44	3.6	10.0	2.2	聚合物 (C1)	11	0.5	7.8							3.0	無	-	-	1000	100	91.5	22.4	

【0104】 比較例 1-1~1-5

【0105】 以表 4 所示的各成分比例，用與實施例 1-1 相同的方法製備銀奈米微粒。

【0106】 對得到的銀奈米微粒，與實施例 1-1 相同，通過 UV-Vis 光譜分光裝置確認了來自表面等離激元的最大吸收。另外，也同樣測定了 TG 分析的重量殘留和體積平均粒徑。結果表示在表 4 中。

【0107】 關於比較例 1-4，雖然生成了銀粒子，但由於不含有具有伯氨基的胺化合物，因此反應體系中變得不均勻，產生粗大粒子的沉澱，無法得到奈米微粒。因此，無法進行評價。

【0108】 關於比較例 1-5，由於沒有進行利用熱分解的還原處理或還原劑的處理，因此銀粒子的生成沒有進行，無法得到銀奈米微粒。因此，無法進行評價。

【0109】 表 4

	銀化合物(A)				聚合物 (C)				脛化合物 (B) (g)							還原劑				溶劑		反應溫度 ℃	評價	
	使用的 化合物	質量 (g)	mol換算 (mmol)	錫元素 重量 (g)	使用的 聚合物	mg	注 1 (質量 份)	2-EHA	HA	OA	3-EPA	DMAPA	LA	OLA	注 2 (質量 份)	種類	g	注 2 (質量 份)	種類	g	注 3 (質量份)		加熱 殘留 (重量%)	體積 平均 粒徑 (nm)
比較例 1-1	十二烷基 基硫酸銀	3.1	10.0	1.1	聚合物 (C1)	5.5	0.5	3.9							3.0	甲酸	0.7	1.5	1000	25	82.4	25.2		
比較例 1-2	銀化合物 (A)	3.6	10.0	2.2	-	-	-	7.8							3.0	甲酸	1.4	1.5	1000	25	92.5	21.3		
比較例 1-3	銀化合物 (A)	3.6	10.0	2.2	聚合物 (C1)	110	5.0	7.8							3.0	甲酸	1.4	1.5	1000	25	93.3	17.7		
比較例 1-4	銀化合物 (A)	3.6	10.0	2.2	聚合物 (C1)	11	0.5								-	甲酸	1.4	1.5	1000	25	-	-		
比較例 1-5	銀化合物 (A)	3.6	10.0	2.2	聚合物 (C1)	11	0.5	7.8							3.0	-	-	-	1000	25	-	-		

【0110】 實施例 2-1 銀奈米微粒分散液的製備與保存穩定性的評價

【0111】 將實施例 1-1 得到的銀奈米微粒再分散在甲苯中，使銀濃度達到 30 質量%，製備銀奈米微粒分散液。

【0112】 以靜置時有無沉澱來確認了所得到的分散液的保存穩定性。設評價基準為◎：6 個月以上沒有沉澱，○：三個月以上、不滿六個月沒有沉澱，△：一個月以上、不滿三個月沒有沉澱，x：不滿一個月有沉澱。結果表示在表 5 中。

【0113】 實施例 2-2~2-54

【0114】 使用表 5 所示的銀奈米微粒和溶劑，與實施例 2-1 相同地製備銀奈米微粒分散液。對所得到的分散液進行與實施例 2-1 相同的評價。結果表示在表 5 中。

【0115】 表 5

	使用的銀奈米微粒	溶劑	保存穩定性	
			5℃	25℃
實施例 2-1	實施例 1-1	甲苯	○	○
實施例 2-2	實施例 1-2	甲苯	○	○
實施例 2-3	實施例 1-3	甲苯	◎	○
實施例 2-4	實施例 1-4	甲苯	◎	○
實施例 2-5	實施例 1-5	甲苯	◎	○
實施例 2-6	實施例 1-6	甲苯	◎	○
實施例 2-7	實施例 1-7	甲苯	◎	◎
實施例 2-8	實施例 1-8	甲苯	◎	○
實施例 2-9	實施例 1-9	甲苯	◎	○
實施例 2-10	實施例 1-10	甲苯	◎	○
實施例 2-11	實施例 1-11	甲苯	○	○
實施例 2-12	實施例 1-12	甲苯	○	○
實施例 2-13	實施例 1-13	甲苯	○	○
實施例 2-14	實施例 1-14	甲苯	○	○

實施例 2-15	實施例 1-15	甲苯	○	○
實施例 2-16	實施例 1-16	甲苯	○	○
實施例 2-17	實施例 1-17	甲苯	○	○
實施例 2-18	實施例 1-18	甲苯	○	○
實施例 2-19	實施例 1-19	甲苯	○	△
實施例 2-20	實施例 1-20	甲苯	○	○
實施例 2-21	實施例 1-21	甲苯	○	△
實施例 2-22	實施例 1-22	甲苯	○	○
實施例 2-23	實施例 1-23	甲苯	◎	○
實施例 2-24	實施例 1-24	甲苯	◎	○
實施例 2-25	實施例 1-25	甲苯	◎	○
實施例 2-26	實施例 1-26	甲苯	◎	○
實施例 2-27	實施例 1-27	甲苯	◎	○
實施例 2-28	實施例 1-28	甲苯	◎	○
實施例 2-29	實施例 1-29	甲苯	◎	○
實施例 2-30	實施例 1-30	甲苯	◎	○
實施例 2-31	實施例 1-31	甲苯	◎	○
實施例 2-32	實施例 1-32	甲苯	◎	○
實施例 2-33	實施例 1-33	甲苯	◎	○
實施例 2-34	實施例 1-34	甲苯	◎	○
實施例 2-35	實施例 1-35	甲苯	◎	○
實施例 2-36	實施例 1-36	甲苯	○	○
實施例 2-37	實施例 1-37	甲苯	○	○
實施例 2-38	實施例 1-38	甲苯	○	○
實施例 2-39	實施例 1-39	甲苯	○	○
實施例 2-40	實施例 1-40	甲苯	○	○
實施例 2-41	實施例 1-1	IPA	○	○
實施例 2-42	實施例 1-1	2-乙基-1-己醇	○	○
實施例 2-43	實施例 1-1	α-松油醇	○	○
實施例 2-44	實施例 1-1	丁基卡必醇	○	○
實施例 2-45	實施例 1-1	丁基卡必醇乙酸酯	○	○
實施例 2-46	實施例 1-41	甲苯	○	○
實施例 2-47	實施例 1-41	IPA	○	○
實施例 2-48	實施例 1-41	2-乙基-1-己醇	○	○
實施例 2-49	實施例 1-41	α-松油醇	○	○
實施例 2-50	實施例 1-41	丁基卡必醇	○	○
實施例 2-51	實施例 1-41	丁基卡必醇乙酸酯	○	○
實施例 2-52	實施例 1-42	甲苯	○	○

實施例 2-53	實施例 1-43	甲苯	○	○
實施例 2-54	實施例 1-44	甲苯	○	○

【0116】 比較例 2-1~2-3

【0117】 使用表 6 所示的銀奈米微粒和溶劑，與實施例 2-1 相同地製備銀奈米微粒分散液。對得到的分散液進行與實施例 2-1 相同的評價。結果表示在表 6 中。

【0118】 根據表 6 的結果，關於比較例 2-2，由於不含有聚合物(C)，因此保存時的穩定期間變短。由此，可以認為即使是微小的添加量，聚合物(C)也有助於銀奈米微粒的分散穩定化。

【0119】 表 6

	使用的銀奈米微粒	溶劑	保存穩定性	
			5℃	25℃
比較例 2-1	比較例 1-1	甲苯	△	○
比較例 2-2	比較例 1-2	甲苯	×	△
比較例 2-3	比較例 1-3	甲苯	◎	○

【0120】 實施例 3-1 形成銀膜的基材的製作和導電性及貼附性的評價

【0121】 使用 Select-Roller (OSG System Products (株) 製造)，將實施例 2-1 得到的銀奈米微粒分散液以棒式塗布法塗布在聚萘二甲酸乙二醇酯膜(下面簡稱為 PEN)上，在 150℃下進行 30 分鐘的加熱處理，得到具有膜厚為 1μm 的銀白色膜的基材。

【0122】 導電性評價是使用四探針方式的低電阻率儀 (LORESTA

GP：三菱化學公司製造）來進行的。其結果，體積電阻值為 $5.5\mu\Omega\cdot\text{cm}$ ，顯示出優異的導電性。

【0123】 貼附性評價是按照下述方法進行的，用刀具在銀膜上製作 100 個 1mm 見方的方格，並對其粘貼膠帶（3M 公司製造），計算剝離後剩下的方格數。貼附性的評價基準設為：○：100/100、△：99~50/100、×：49~0/100。結果表示在表 7 中。

【0124】 實施例 3-2~3-54

【0125】 使用表 7 所示的銀奈米微粒分散液，用與實施例 3-1 相同的方法在 PEN 上製作銀膜，進行導電性和貼附性的評價。結果表示在表 7 中。

【0126】 表 7

	使用的銀奈米微粒分散液	導電性 ($\mu\Omega\cdot\text{cm}$)	貼附性
實施例 3-1	實施例 2-1	5.5	○
實施例 3-2	實施例 2-2	5.8	○
實施例 3-3	實施例 2-3	6.2	○
實施例 3-4	實施例 2-4	5.4	○
實施例 3-5	實施例 2-5	8.0	○
實施例 3-6	實施例 2-6	5.5	○
實施例 3-7	實施例 2-7	6.7	○
實施例 3-8	實施例 2-8	5.5	○
實施例 3-9	實施例 2-9	6.7	○
實施例 3-10	實施例 2-10	7.0	○
實施例 3-11	實施例 2-11	4.2	○
實施例 3-12	實施例 2-12	6.8	○
實施例 3-13	實施例 2-13	4.8	○
實施例 3-14	實施例 2-14	5.5	○
實施例 3-15	實施例 2-15	5.1	○
實施例 3-16	實施例 2-16	5.2	○
實施例 3-17	實施例 2-17	7.8	○
實施例 3-18	實施例 2-18	5.2	○
實施例 3-19	實施例 2-19	3.8	○

實施例 3-20	實施例 2-20	5.8	○
實施例 3-21	實施例 2-21	4.2	○
實施例 3-22	實施例 2-22	5.0	○
實施例 3-23	實施例 2-23	5.6	○
實施例 3-24	實施例 2-24	7.9	○
實施例 3-25	實施例 2-25	9.2	○
實施例 3-26	實施例 2-26	7.5	○
實施例 3-27	實施例 2-27	8.8	○
實施例 3-28	實施例 2-28	8.3	○
實施例 3-29	實施例 2-29	9.2	○
實施例 3-30	實施例 2-30	7.4	○
實施例 3-31	實施例 2-31	8.5	○
實施例 3-32	實施例 2-32	7.8	○
實施例 3-33	實施例 2-33	9.2	○
實施例 3-34	實施例 2-34	6.5	○
實施例 3-35	實施例 2-35	9.2	○
實施例 3-36	實施例 2-36	9.7	○
實施例 3-37	實施例 2-37	9.5	○
實施例 3-38	實施例 2-38	5.6	○
實施例 3-39	實施例 2-39	5.2	○
實施例 3-40	實施例 2-40	5.4	○
實施例 3-41	實施例 2-41	5.5	○
實施例 3-42	實施例 2-42	6.0	○
實施例 3-43	實施例 2-43	8.9	○
實施例 3-44	實施例 2-44	9.5	○
實施例 3-45	實施例 2-45	9.0	○
實施例 3-46	實施例 2-46	5.4	○
實施例 3-47	實施例 2-47	6.0	○
實施例 3-48	實施例 2-48	5.9	○
實施例 3-49	實施例 2-49	9.2	○
實施例 3-50	實施例 2-50	9.0	○
實施例 3-51	實施例 2-51	9.0	○
實施例 3-52	實施例 2-52	5.4	○
實施例 3-53	實施例 2-53	5.3	○
實施例 3-54	實施例 2-54	5.3	○

【0127】 比較例 3-1~3-3

【0128】 使用表 8 所示的銀奈米微粒分散液，用與實施例 3-1 相同的

方法在 PEN 上製作銀膜，進行導電性和貼附性的評價。結果表示在表 8 中。

【0129】 根據表 8 的結果，關於比較例 3-1，結果為導電性差而無法測定電阻值。可以認為，這是由於在製備銀奈米微粒時使用十二烷基酸銀作為銀化合物，因此十二烷基酸銀、十二烷基酸或十二烷基酸銀胺絡合物作為不揮發成分殘留在銀膜中的緣故。

【0130】 關於比較例 3-2，結果為銀膜的貼附性低而容易剝離。可以認為，這是由於在製備銀奈米微粒時，沒有添加聚合物成分，無法確保與 PEN 基材的貼附性的緣故。由此，可以認為，通過實施例的聚合物（C）在加熱時從銀奈米微粒的表面脫離，並吸附在其與基材表面之間，提高銀膜與基材之間的貼附性。

【0131】 關於比較例 3-3，結果為電阻值增大兩位。可以認為，這是由於聚合物成分的添加量過多，分子鏈之間發生絡合，使銀奈米微粒無法從基材表面脫離而殘留在銀膜中的緣故。

【0132】 表 8

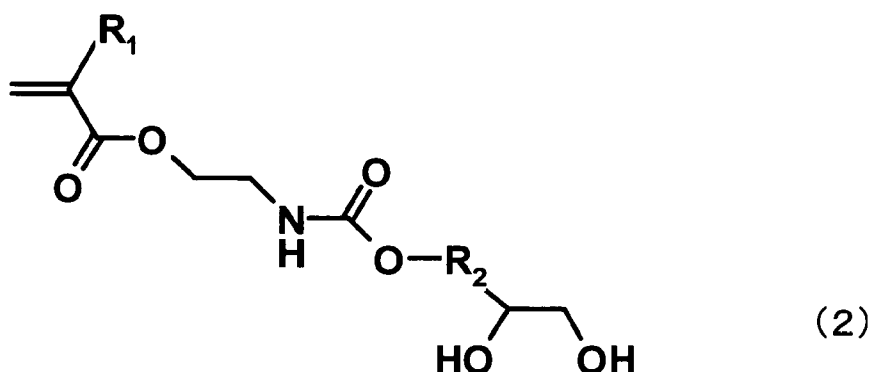
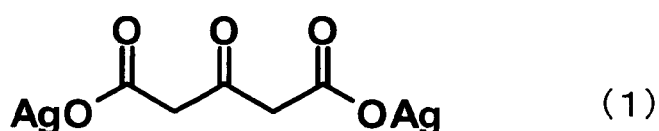
	使用的銀奈米微粒分散液	導電性 ($\mu\Omega\cdot\text{cm}$)	貼附性
比較例 3-1	比較例 2-1	O.L.	○
比較例 3-2	比較例 2-2	5.7	×
比較例 3-3	比較例 2-3	357.2	○

【符號說明】

無

申請專利範圍

1. 一種銀奈米微粒的製備方法，其特徵在於，其為將含銀組合物進行還原處理，該含銀組合物含有式（1）所示的銀化合物（A）、具有伯氨基的胺化合物（B）及聚合物（C），該聚合物（C）是將含有式（2）所示的含氨基甲酸酯鍵的二醇(甲基)丙烯酸酯化合物(c1)與選自(甲基)丙烯酸酯單體、丙烯醯胺單體、乙烯基單體、乙烯基醚單體和含有環氧基的單體中的至少一種單體（c2）的單體組合物進行聚合而得到的；
相對於該銀化合物（A）中的銀元素，該胺化合物（B）的含有比例為1~50莫耳當量；相對於100質量份的銀化合物（A）中的銀元素量，該聚合物（C）的含有比例為0.1~0.9質量份；



式（2）中， R_1 表示氫原子或甲基； R_2 為 $-(\text{CH}_2)_n-$ ， n 為1~4的整數。

2. 如請求項1所述的銀奈米微粒的製備方法，其中，還原處理是用選自甲酸、胼、抗壞血酸、對苯二酚、氫化硼鈉、叔胺和氨基醇中的一種以上還原劑進行的處理。
3. 如請求項1所述的銀奈米微粒的製備方法，其中，還原處理是熱處理。
4. 一種銀奈米微粒，其特徵在於，其為通過請求項1~3中任意一項所述的製備方法制得的。
5. 一種銀奈米微粒分散液，其特徵在於，其含有請求項4所述的銀奈米微

粒及選自醇類、醚類、酮類、腈類、芳香族類和水中的一種以上溶劑。

6. 一種形成銀成分的基材，其特徵在於，在基材上塗布請求項5所述的分散液並加熱，形成銀成分。

圖式

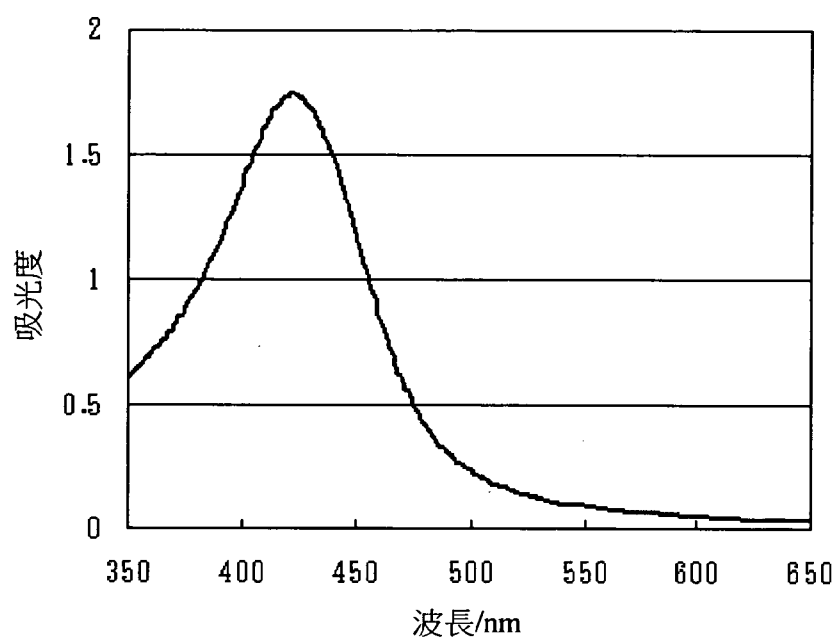


圖 1

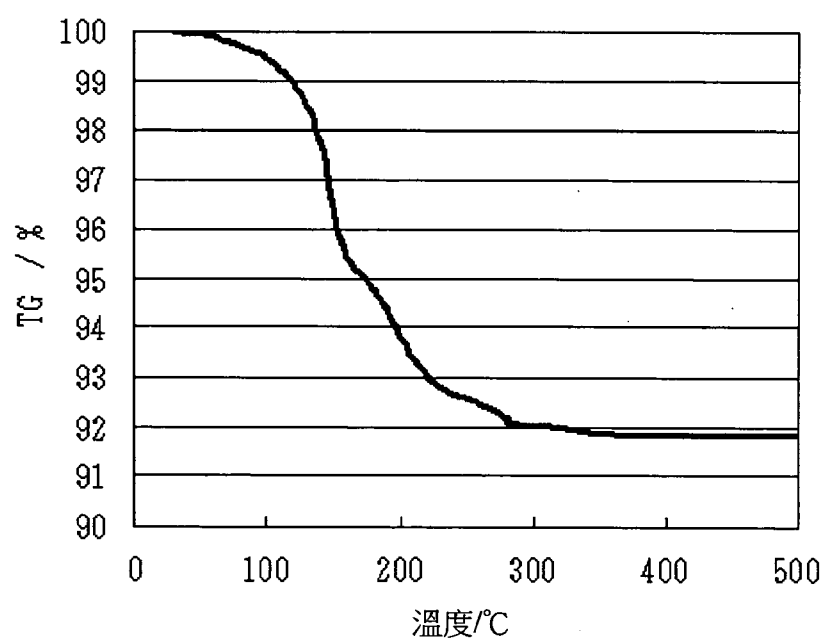


圖 2