



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 109192396 A

(43)申请公布日 2019.01.11

(21)申请号 201811135154.6

(22)申请日 2018.09.28

(71)申请人 王敏

地址 213000 江苏省常州市天宁区桃园二
村2幢乙单元102室

(72)发明人 王敏 韩桂林

(51)Int.Cl.

H01B 13/00(2006.01)

H01B 1/16(2006.01)

H01B 1/22(2006.01)

权利要求书1页 说明书3页

(54)发明名称

一种抗氧化型导电银浆厚膜材料的制备方法

(57)摘要

本发明涉及一种抗氧化型导电银浆厚膜材料的制备方法,属于电路材料技术领域。本发明技术方案采用纯四氯化锆为锆源,正硅酸乙酯为硅源,无水乙醇为溶剂,氟化锂为矿化剂,制备前驱体溶胶并包覆改性银粉颗粒,并通过改性银粉制备浆料材料,由于预置浆料厚膜中的金属颗粒间是分散的接触状态,经过干燥或固化烧结后,银颗粒导电相间相互结合形成有一定强度的膜层,这样的致密结构的膜层,有效改善材料厚膜材料的包覆结构和抗氧化改性性能,同时部分粘结相经过银颗粒间隙渗入到基板表面,将导电层晶界与基板粘合起来,增大附着力,进一步提高材料的结构致密性,从而有效改善材料的抗氧化性能。

1. 一种抗氧化型导电银浆厚膜材料的制备方法,其特征在于具体制备步骤为:

(1) 按重量份数计,分别称量45~50份无水乙醇、2~3份四氯化锆、1~2份氟化锂和6~8份正硅酸乙酯置于烧杯中,搅拌混合并转移至三角烧瓶中,搅拌混合并油浴加热,静置冷却至室温,得混合液;

(2) 按质量比1:50,将四丁基溴化铵添加至混合液中,搅拌混合并油浴加热,静置冷却至室温,得改性溶胶液;

(3) 按质量比1:1,将200目银粉添加至改性溶胶液中,搅拌混合并研磨分散,收集分散浆液并干燥,收集干燥颗粒并置马弗炉中,升温加热,保温煅烧,静置冷却至室温并研磨分散,过500目筛,得改性包覆银粉;

(4) 按重量份数计,分别称量25~30份改性包覆银粉、10~15份玻璃粉、3~5份氧化锡、3~5份乙酰丙酮铜、25~30份丙酮置于研钵中,研磨分散并收集分散浆液,将分散浆液静置脱泡并用手工丝网印刷至洁净陶瓷基板表面,静置、干燥,升温加热,保温煅烧,静置冷却至室温,揭膜即可制备得所的抗氧化型导电银浆厚膜材料。

2. 根据权利要求1所述的一种抗氧化型导电银浆厚膜材料的制备方法,其特征在于:步骤(1)所述的油浴加热温度为100~110℃。

3. 根据权利要求1所述的一种抗氧化型导电银浆厚膜材料的制备方法,其特征在于:步骤(3)所述的升温加热为按1℃/min升温至750~800℃。

4. 根据权利要求1所述的一种抗氧化型导电银浆厚膜材料的制备方法,其特征在于:步骤(4)所述的保温煅烧温度为600~650℃。

一种抗氧化型导电银浆厚膜材料的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种抗氧化型导电银浆厚膜材料的制备方法,属于电路材料技术领域。

背景技术

[0002] 电子浆料(又称厚膜浆料)相比于其他传统电路器材具有高效能、环保性好、节能减排、低成本等特点,曾被广泛应用于太阳能电池、敏感元件、电阻网络、航天航空、显示器等的制备领域。导电电子浆料的主要功能相是金、银、铜等金属粉末,其特点是生产质量高、使用效益高、技术先进、适用规模大。自二十世纪八十年代末以来,导电银电子浆料的研究快速发展,银烧结技术在材料成分、制造条件、供应链管理、加工条件、技术性能以及客户要求方面不断演变并得到提升。银浆料烧结技术除了需要克服改变材料配方、复杂专利环境条件、生产和检测设备的可行性以及Ag纳米粒子的健康问题外,还需要防止银迁移,在电子元器件的使用过程中提高导电银浆料厚膜的抗氧化性能。

[0003] 近年来随着电子信息产业的高速发展,使得电子元器件越来越倾向于微型化、柔性化发展,很多科研机构已经对导电银浆料的开发和应用进行了深入的研究。但含银电子元器件氧化变黑等问题,不仅影响其长期使用性能,而且有损表面美观程度。如何更加有效地改善这一弊端,是现有厚膜材料制备过程中的关键所在。

发明内容

[0004] 本发明所要解决的技术问题:针对现有导电银浆材料抗氧化性能不佳的问题,提供了一种抗氧化型导电银浆厚膜材料的制备方法。

[0005] 为解决上述技术问题,本发明采用的技术方案是:

(1) 按重量份数计,分别称量45~50份无水乙醇、2~3份四氯化锆、1~2份氟化锂和6~8份正硅酸乙酯置于烧杯中,搅拌混合并转移至三角烧瓶中,搅拌混合并油浴加热,静置冷却至室温,得混合液;

(2) 按质量比1:50,将四丁基溴化铵添加至混合液中,搅拌混合并油浴加热,静置冷却至室温,得改性溶胶液;

(3) 按质量比1:1,将200目银粉添加至改性溶胶液中,搅拌混合并研磨分散,收集分散浆液并干燥,收集干燥颗粒并置马弗炉中,升温加热,保温煅烧,静置冷却至室温并研磨分散,过500目筛,得改性包覆银粉;

(4) 按重量份数计,分别称量25~30份改性包覆银粉、10~15份玻璃粉、3~5份氧化锡、3~5份乙酰丙酮铜、25~30份丙酮置于研钵中,研磨分散并收集分散浆液,将分散浆液静置脱泡并用手工丝网印刷至洁净陶瓷基板表面,静置、干燥,升温加热,保温煅烧,静置冷却至室温,揭膜即可制备得所的抗氧化型导电银浆厚膜材料。

[0006] 步骤(1)所述的油浴加热温度为100~110℃。

[0007] 步骤(3)所述的升温加热为按1℃/min升温至750~800℃。

[0008] 步骤(4)所述的保温煅烧温度为600~650℃。

[0009] 本发明与其他方法相比,有益技术效果是:

本发明技术方案采用纯四氯化锆为锆源,正硅酸乙酯为硅源,无水乙醇为溶剂,氟化锂为矿化剂,制备前驱体溶胶并包覆改性银粉颗粒,并通过改性银粉制备浆料材料,由于预置浆料厚膜中的金属颗粒间是分散的接触状态,经过干燥或固化烧结后,一方面使浆料膜层的导电性能加强,另一方面也使得膜层与陶瓷基板的结合强度增强,有机粘结剂在干燥或热处理前期挥发分解,高温烧结使玻璃粘结剂和氧化物熔融后渗入金属颗粒间隙的网状结构中,玻璃粘结相填充金属粒子的网状结构,使银颗粒导电相间相互结合形成有一定强度的膜层,这样的致密结构的膜层,有效改善材料厚膜材料的包覆结构和抗氧化改性性能,同时部分粘结相经过银颗粒间隙渗入到基板表面,将导电层晶界与基板粘合起来,增大附着力,进一步提高材料的结构致密性,从而有效改善材料的抗氧化性能。

具体实施方式

[0010] 按重量份数计,分别称量45~50份无水乙醇、2~3份四氯化锆、1~2份氟化锂和6~8份正硅酸乙酯置于烧杯中,搅拌混合并转移至三角烧瓶中,搅拌混合并置于100~110℃下油浴加热3~5h,静置冷却至室温,得混合液并按质量比1:50,将四丁基溴化铵添加至混合液中,搅拌混合并置于100~110℃下反应10~12h,静置冷却至室温,得改性溶胶液;按质量比1:1,将200目银粉添加至改性溶胶液中,搅拌混合并研磨分散,收集分散浆液并置于45~50℃下干燥3~5h,收集干燥颗粒并置于500~550℃马弗炉中,按1℃/min升温至750~800℃,保温煅烧2~3h后,静置冷却至室温并研磨分散,过500目筛,得改性包覆银粉;按重量份数计,分别称量25~30份改性包覆银粉、10~15份玻璃粉、3~5份氧化锡、3~5份乙酰丙酮铜、25~30份丙酮置于研钵中,研磨分散并收集分散浆液,将分散浆液静置脱泡并用手工丝网印刷至洁净陶瓷基板表面,静置25~30min后,再在85~90℃下干燥25~30min,随后再在500℃马弗炉中干燥3~5min,再按3℃/min升温至600~650℃,保温煅烧2~3h,静置冷却至室温,揭膜即可制备得所的抗氧化型导电银浆厚膜材料。

[0011] 实例1

按重量份数计,分别称量45份无水乙醇、2份四氯化锆、1份氟化锂和6份正硅酸乙酯置于烧杯中,搅拌混合并转移至三角烧瓶中,搅拌混合并置于100℃下油浴加热3h,静置冷却至室温,得混合液并按质量比1:50,将四丁基溴化铵添加至混合液中,搅拌混合并置于100℃下反应10h,静置冷却至室温,得改性溶胶液;按质量比1:1,将200目银粉添加至改性溶胶液中,搅拌混合并研磨分散,收集分散浆液并置于45℃下干燥3h,收集干燥颗粒并置于500℃马弗炉中,按1℃/min升温至750℃,保温煅烧2h后,静置冷却至室温并研磨分散,过500目筛,得改性包覆银粉;按重量份数计,分别称量25份改性包覆银粉、10份玻璃粉、3份氧化锡、3份乙酰丙酮铜、25份丙酮置于研钵中,研磨分散并收集分散浆液,将分散浆液静置脱泡并用手工丝网印刷至洁净陶瓷基板表面,静置25min后,再在85℃下干燥25min,随后再在500℃马弗炉中干燥3min,再按3℃/min升温至600℃,保温煅烧2h,静置冷却至室温,揭膜即可制备得所的抗氧化型导电银浆厚膜材料。

[0012] 实例2

按重量份数计,分别称量47份无水乙醇、2份四氯化锆、1份氟化锂和7份正硅酸乙酯置

于烧杯中,搅拌混合并转移至三角烧瓶中,搅拌混合并置于105℃下油浴加热4h,静置冷却至室温,得混合液并按质量比1:50,将四丁基溴化铵添加至混合液中,搅拌混合并置于105℃下反应11h,静置冷却至室温,得改性溶胶液;按质量比1:1,将200目银粉添加至改性溶胶液中,搅拌混合并研磨分散,收集分散浆液并置于47℃下干燥4h,收集干燥颗粒并置于525℃马弗炉中,按1℃/min升温至775℃,保温煅烧2h后,静置冷却至室温并研磨分散,过500目筛,得改性包覆银粉;按重量份数计,分别称量27份改性包覆银粉、12份玻璃粉、4份氧化锡、4份乙酰丙酮铜、27份丙酮置于研钵中,研磨分散并收集分散浆液,将分散浆液静置脱泡并用手工丝网印刷至洁净陶瓷基板表面,静置27min后,再在87℃下干燥27min,随后再在500℃马弗炉中干燥4min,再按3℃/min升温至625℃,保温煅烧2h,静置冷却至室温,揭膜即可制备得所的抗氧化型导电银浆厚膜材料。

[0013] 实例3

按重量份数计,分别称量50份无水乙醇、3份四氯化锆、2份氟化锂和8份正硅酸乙酯置于烧杯中,搅拌混合并转移至三角烧瓶中,搅拌混合并置于110℃下油浴加热5h,静置冷却至室温,得混合液并按质量比1:50,将四丁基溴化铵添加至混合液中,搅拌混合并置于110℃下反应12h,静置冷却至室温,得改性溶胶液;按质量比1:1,将200目银粉添加至改性溶胶液中,搅拌混合并研磨分散,收集分散浆液并置于50℃下干燥5h,收集干燥颗粒并置于550℃马弗炉中,按1℃/min升温至800℃,保温煅烧3h后,静置冷却至室温并研磨分散,过500目筛,得改性包覆银粉;按重量份数计,分别称量30份改性包覆银粉、15份玻璃粉、5份氧化锡、5份乙酰丙酮铜、30份丙酮置于研钵中,研磨分散并收集分散浆液,将分散浆液静置脱泡并用手工丝网印刷至洁净陶瓷基板表面,静置30min后,再在90℃下干燥30min,随后再在500℃马弗炉中干燥5min,再按3℃/min升温至650℃,保温煅烧3h,静置冷却至室温,揭膜即可制备得所的抗氧化型导电银浆厚膜材料。

[0014] 将本发明制备的实例1,2,3进行性能测试,具体测试结果如下表表1所示:

表1性能测试表

性能表征 ^o	样品 ^o		
	实例 1 ^o	实例 2 ^o	实例 3 ^o
自然放置氧化 15 天 ^o	无变化 ^o	无变化 ^o	无变化 ^o
自然放置氧化 30 天 ^o	无变化 ^o	无变化 ^o	无变化 ^o
自然放置氧化 60 天 ^o	黄色斑点 ^o	无变化 ^o	无变化 ^o

由上表可知,本发明制备的厚膜银浆材料具有优异的抗氧化性能。