

公告本

W-2613

申請日期	89 11 9
案 號	89123678
類 別	B22F 1/02

A4
C4

467781

(以上各欄由本局填註)

發 明 專 利 說 明 書

一、發明 名稱	中 文	表面改質之鎳微細粉末及製備該表面改質鎳微細粉末之方法
	英 文	SURFACE-MODIFIED NICKEL FINE POWDER AND METHOD FOR PREPARING THE SAME
二、發明 創作人	姓 名	1. 荒木隆之 2. 向野隆
	國 籍	日本國
	住、居所	1. 至 2. 地址同 日本國山口縣下關市彥島西山町 1-1-1 三井金屬鑛業股份有限公司 化學事業部內
三、申請人	姓 名 (名稱)	三井金屬鑛業股份有限公司
	國 籍	日本國
	住、居所 (事務所)	日本國東京都品川區大崎 1 丁目 11 番 1 號
	代 表 人 姓 名	宮村真平

裝

訂

線

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

(由本局填寫)

承辦人代碼：
大類：
IPC分類：

A6
B6

本案已向：

日本 國(地區) 申請專利，申請日期： 1999年11月9日 特願平 11-318311(主張優先權) 案號： 有 無主張優先權

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

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

五、發明說明(1)

[發明領域]

本發明乃有關經具有鈣鈦礦結構的鈦酸鋇表面改質之鎳微細粉末、經鈦酸鋇前驅物表面改質之鎳微細粉末、及製備該表面改質鎳微細粉末之方法。詳言之，本發明乃有關經具有鈣鈦礦結構之鈦酸鋇表面改質之鎳微細粉末，及經鈦酸鋇前驅物表面改質之鎳微細粉末，該等鎳微細粉末於燃燒時具有低熱收縮因子，及增進之抗氧化性，而於燃燒時容許抑制鎳被氧化及經氧化之鎳滲入陶瓷介電物料中之任何現象，且適於作為導電糊劑之用，特別是，適於形成製造多層陶瓷電容器所用之導電糊劑，本發明也有關製備該表面改質鎳微細粉末之方法。

[先前技藝說明]

傳統上，主要使用貴金屬糊劑作為導電糊劑。但是，為了減少製造成本，近來已使用鹼金屬糊劑，特別是，鎳糊劑已廣受使用。

然而，鎳糊劑常面臨下列各種問題。舉例而言，與貴金屬糊劑比較下，鎳糊劑於燃燒時具有較高的熱收縮因子。此外，其抗氧化性較差，結果，觀察到鎳被氧化，所生成的氧化鎳於燃燒時滲入陶瓷介電物料內之現象。

為了解決使用鎳糊劑時觀察到的前述缺點，各種技術被報導和提出。例如，日本未審查專利公報第昭 57-30308 號揭示一種方法，包括於鎳微細顆粒表面吸附與組成陶瓷電容器之介電陶瓷物料相同組成的陶瓷粉末(共物料)之步驟。此外，日本未審查專利公報第平 11-124602 號揭示一

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(2)

種方法，包括於鎳微細顆粒表面形成一層由下式所示之雙氧化物之步驟：



(式中，A代表選自包括Ca、Sr及Ba所成組群之至少一種元素；B代表選自包括Ti及Zr所成組群之至少一種元素；x與y為滿足關係式： $0.5 \leq y/x \leq 4.5$ 之數值)。

若可於鎳微細顆粒表面密切黏附稠密之鈦酸鋇($BaTiO_3$)膜，則生成之鎳微細顆粒容許形成導電鎳糊劑，其於燃燒時具有很小的熱收縮因子、具有改進之抗氧化性，及於燃燒時容許抑制鎳被氧化及經氧化之鎳滲入陶瓷介電物料中之任何現象之發生。然而，事實上，鈦酸鋇對鎳微細顆粒表面的黏附力很低，因此很難在鎳微細顆粒表面形成稠密之鈦酸鋇膜。

例如，於日本未審查專利公報第昭57-30308號揭示之方法中，該介電性陶瓷粉末(共物料)與鎳微細粉末彼此之間並無任何黏附力，因此在製備糊劑時極易彼此分離。基於此因，生成的糊劑燃燒時之熱收縮因子、抗氧化性及燃燒時氧化的鎳擴散入陶瓷介電物料中之現象並未充分增進。此外，於日本未審查專利公報第平11-124602號揭示之方法中，鎳粉末之形成係藉噴霧分別含有可形成雙氧化物之熱解化合物及鎳粗物料的溶液，然後加熱分解該等成分以形成含有如此熱解形成的雙氧化物之鎳粉末。然而，此方法造成雙氧化物形成於鎳顆粒之內。

[發明概述]

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝 訂 線

五、發明說明(3)

因此，本發明之目的在於提供一種經具有鈣鈦礦結構之鈦酸鋇表面改質之鎳微細粉末，該鎳微細粉末於燃燒時具有低熱收縮因子，具有增進之抗氧化性，及於燃燒時容許抑制鎳被氧化及經氧化之鎳滲入陶瓷介電物料中之任何現象。

本發明之另一目的在於提供一種經具有鈣鈦礦結構之鈦酸鋇表面改質之鎳微細粉末，該鎳微細粉末適於作為導電糊劑之用，特別是，適於形成製造多層陶瓷電容器所用之導電糊劑。

本發明之又一目的在於提供一種經鈦酸鋇前驅物表面改質之鎳微細粉末。

本發明之又另一目的在於提供製備前述鎳微細粉末之方法，該鎳微細粉末經具有鈣鈦礦結構之鈦酸鋇及經鈦酸鋇前驅物表面改質。

本發明人進行各種研究試圖解決前述有關製造導電鎳糊劑用的傳統鎳微細粉末之問題，結果發現，藉由使鎳微細顆粒與含有可溶性含鈦化合物與可溶性含鋇化合物之組合、其經由加熱處理可形成具鈣鈦礦結構的鈦酸鋇之溶液接觸，因而形成由可溶性含鈦化合物與可溶性含鋇化合物的反應產物組成之前驅物，而黏附於各個鎳微細顆粒表面，然後乾燥其上被有黏附的前驅物之該微細顆粒(或黏附前驅物於各個鎳微細粉末表面，將其乾燥及使其於小於 400°C 之溫度進行加熱處理)(在此階段，該鎳微細顆粒表面形成由可溶性含鈦化合物與可溶性含鋇化合物的反應產物

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(4)

組成之前驅物)，接著使其於不小於 400°C 之溫度進行加熱處理，將鎳微細粉末表面之前驅物轉化成具有鈣鈦礦結構的鈦酸鋇，因而於鎳微細粉末表面被覆具有特異結構之鈦酸鋇，以替代直接以具鈣鈦礦結構的鈦酸鋇被覆於鎳微細粉末表面，可有效達成本發明前述目的。基於前述發現，本發明人因而完成本發明。

根據本發明的觀點，係提供表面改質之鎳微細粉末。本發明之表面改質之鎳微細粉末乃一種鎳微細粉末，其各個鎳微細顆粒表面附著具有鈣鈦礦結構及由可溶性含鈦化合物與可溶性含鋇化合物的反應產物組成之鈦酸鋇前驅物。該表面改質之鎳微細粉末之特徵為微細粉末利用 X-射線繞射法測定之 X-射線繞射圖具有鎳之 X-射線繞射峰，而沒有任何具鈣鈦礦結構之鈦酸鋇峰，但是當微細粉末在不小於 400°C 之溫度進行加熱處理之後，其 X-射線繞射圖則同時具有鎳及具鈣鈦礦結構的鈦酸鋇之 X-射線繞射峰。

根據本發明之第二觀點，係提供製備經前驅物表面改質之鎳微細粉末之方法，包括使鎳微細顆粒與含有可溶性含鈦化合物與可溶性含鋇化合物之組合、其經由溫度不小於 400°C 之加熱處理可形成具鈣鈦礦結構的鈦酸鋇之溶液接觸，因而於各個鎳微細顆粒表面黏附由可溶性含鈦化合物與可溶性含鋇化合物的反應產物組成之鈦酸鋇前驅物，然後乾燥該微細顆粒之步驟；或者將此等前驅物黏附於各個鎳微細顆粒表面，然後乾燥及於小於 400°C 之溫度將顆

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝
訂
線

五、發明說明(5)

粒加熱處理。

根據本發明之第三觀點，係提供經具有鈣鈦礦結構的鈦酸鋇表面改質之鎳微細粉末，其中該具有鈣鈦礦結構之鈦酸鋇係黏附於各個鎳微細顆粒表面，及使其在維持於 400°C 之氛圍中靜置2小時後，微細顆粒重量增加率觀測值不多於未經處理的元素鎳微細粉末觀測值之 $1/2$ 倍。

根據本發明之第四觀點，係提供製備經具有鈣鈦礦結構的鈦酸鋇表面改質之鎳微細粉末之方法。該方法包括使鎳微細顆粒與含有可溶性含鈦化合物與可溶性含鋇化合物之組合、其經由溫度不小於 400°C 之加熱處理可形成具鈣鈦礦結構的鈦酸鋇之溶液接觸，因而於各個鎳微細顆粒表面黏附由可溶性含鈦化合物與可溶性含鋇化合物的反應產物組成之鈦酸鋇前驅物，然後乾燥該微細顆粒及於不小於 400°C 之溫度加熱處理該微細顆粒之步驟；或者將此等前驅物黏附於各個鎳微細顆粒表面，將其乾燥，接著於溫度小於 400°C 加熱處理該顆粒，然後進一步於溫度不小於 400°C 加熱處理該微細顆粒。

[圖式簡單說明]

第1圖為實施例1中所製備之其上提供鈦酸鋇前驅物之鎳微細粉末，於加熱處理之前，利用X-射線繞射法測定之X-射線繞射圖。

第2圖為實施例1中所製備之其上提供鈦酸鋇前驅物之鎳微細粉末，於加熱處理之後，利用X-射線繞射法測定之X-射線繞射圖。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(6)

[較佳具體實例說明]

經由溫度不小於 400°C 之加熱處理可形成具鈣鈦礦結構的鈦酸鋇前驅物之可溶性含鈦化合物與可溶性含鋇化合物之組合中可用之含鈦化合物為，例如，草酸鈦鉀、硫酸鈦及三氯化鈦。另一方面，前述含鋇化合物之實例包含氯化鋇、溴化鋇、硝酸鋇及氧化鋇。

本發明中，除了前述可溶性含鈦化合物與可溶性含鋇化合物之外，亦可能同時使用可以形成鈣鈦礦結構的其他元素之可溶性化合物。此等其他元素之可溶性化合物之實例為可溶性含鋇化合物、可溶性含鋁化合物、可溶性含鎂化合物、及可溶性含鈣化合物。因此，於本發明之具有鈣鈦礦結構之鈦酸鋇中，部分鈦可以，例如，鋁取代，或部分鋇可以，例如，鋁、鎂及/或鈣取代。

本發明中，由可溶性含鈦化合物與可溶性含鋇化合物的反應產物組成之前驅物，利用包括將含有此等可溶性含鈦及含鋇化合物之溶液與鎳微細顆粒單純混合之步驟，因而使前者與後者接觸之方法，可黏附於各個鎳微細顆粒表面。此外，其上備有黏附的前驅物之鎳微細顆粒之乾燥、於溫度小於 400°C 加熱處理微細顆粒、及於溫度不小於 400°C 之加熱處理，係根據熟悉此項技藝人士悉知之一般方法，於一般條件下進行。例如，可於常溫或加熱下進行乾燥。此外，溫度小於 400°C 之加熱處理及溫度不小於 400°C 之加熱處理較佳於惰性氛圍或減壓下，例如，於氮等之惰性氛圍或含氮/氫之減壓下進行。溫度不小於 400°C 之加

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝
訂
線

五、發明說明(7)

熱處理係希望於不小於 500°C 之溫度進行。

本發明中，前述乾燥及溫度小於 400°C 之加熱處理可於小於 400°C 之高溫度氛圍下，於乾燥裝置例如噴霧乾燥裝置、旋轉式乾燥裝置或攪拌乾燥裝置中連續或同時進行。同樣地，前述乾燥及溫度不小於 400°C 之加熱處理可於不小於 400°C 之高溫度氛圍下，於乾燥裝置例如噴霧乾燥裝置、旋轉式乾燥裝置或攪拌乾燥裝置中連續或同時進行。

根據本發明之經前驅物表面改質之鎳微細粉末利用 X-射線繞射法測定之 X-射線繞射圖完全不具有所用可溶性含鈦與含鋇化合物及具鈣鈦礦結構的鈦酸鋇之任何 X-射線繞射峰。但是，該表面改質之鎳微細粉末具有鎳之 X-射線繞射峰及起始原料以外的物質之 X-射線繞射峰(例如，於下文即將敘述之實例中，鎳微細粉末顯示碳酸鋇之 X-射線繞射峰及無法確認之 X-射線繞射峰)。基於此因，前驅物並非含鈦及含鋇化合物之單純混合物，而為其反應產物。然而，該反應產物之細節尚未被清楚地闡明。

但是，若將經此等前驅物表面改質之鎳微細粉末在不少於 400°C 之溫度及較佳於惰性或減壓氛圍下進行加熱處理，則經加熱處理之鎳微細粉末顯示鎳及具鈣鈦礦結構的鈦酸鋇之 X-射線繞射峰。換言之，經前驅物表面改質之鎳微細粉末已轉化成為經具有鈣鈦礦結構的鈦酸鋇表面改質之鎳微細粉末。因此，於根據本發明之經此等前驅物表面改質之鎳微細粉末中，黏附於各個鎳微細顆粒表面之前驅

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(8)

物很清楚地即為具有鈣鈦礦結構的鈦酸鋇之前驅物。

於單純地將前驅物黏附於各個鎳微細顆粒表面、然後乾燥所製得之表面改質鎳微細粉末中，前驅物與鎳微細顆粒間之黏附力不足。因此，該表面改質鎳微細粉末未經任何前處理，則不可用於製備糊劑，且例如貯存及輸送之處理相當困難。另一方面，如果係將前驅物黏附於各個鎳微細顆粒表面、乾燥該微細顆粒、然後於小於 400°C 之溫度加熱處理所製得之表面改質鎳微細粉末，則前驅物與鎳微細顆粒相當強地互相黏著。因此，此微細粉末雖仍不足用於製造糊劑，惟其例如貯存或輸送之處理則較為容易。所以，此等表面改質鎳微細粉末於溫度不小於 400°C 之加熱處理可於不同地點進行。

於根據本發明之經具有鈣鈦礦結構的鈦酸鋇表面改質之鎳微細粉末中，具有鈣鈦礦結構的鈦酸鋇係黏附於各個鎳微細顆粒表面，因而於該表面形成稠密及穩定之膜。因此，由本發明鎳微細粉末形成之糊劑於燃燒時具有很小的熱收縮因子，及具有高抗氧化性。此外，使其在維持於 400°C 之氛圍中靜置 2 小時後，微細顆粒重量增加率觀測值為未經處理的鎳微細粉末觀測值之 1/2 倍。又，此等膜於微細顆粒表面之存在容許於燃燒時抑制經氧化之鎳對於陶瓷介電物料之任何滲透作用。

茲參照下列實施例及比較例更詳細地說明本發明，惟本發明決不受限於這些特定實例。

[實施例 1]

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝
訂
線

五、發明說明(9)

將平均粒度 $0.6 \mu\text{m}$ 之鎳微細粉末分散於純水中以製備漿狀物。於生成之漿狀物中，添加溶解草酸鈦鉀及氯化鉍(其用量以鎳微細粉末之量為準，以鈦酸鉍計，為 3 重量%)製備之溶液。此時，連續攪拌漿狀物，使鎳微細顆粒表面均勻地被覆鈦酸鉍之前驅物。接著過濾漿狀物，然後進行乾燥，以獲得黏附生成的鈦酸鉍前驅物之鎳微細粉末。利用 X-射線繞射法測定生成之鎳微細粉末，得到 X-射線繞射圖，如第 1 圖所示。由第 1 圖所示資料看出，該鎳微細粉末具有鎳之 X-射線繞射峰，惟未證實其他起始原料及具有鈣鈦礦結構的鈦酸鉍之任何 X-射線繞射峰之存在。然而，觀察到碳酸鉍之 X-射線繞射峰及未確認出之 X-射線繞射峰。

黏附著如此製備的鈦酸鉍前驅物之鎳微細粉末於 500°C 、氮氣氛圍中進行加熱處理。經加熱處理過之微細粉末利用 X-射線繞射法予以檢測，所得 X-射線繞射圖示於第 2 圖。第 2 圖所示資料清楚地顯示鎳及具有鈣鈦礦結構的鈦酸鉍之 X-射線繞射峰。

今生成之經具有鈣鈦礦結構的鈦酸鉍表面改質之鎳微細粉末在維持於 400°C 之空氣中靜置 2 小時，然後測定其由於氧化之重量增加率，所得結果總結於下表 1。

此外，取 0.5 g 經具有鈣鈦礦結構的鈦酸鉍表面改質之鎳微細粉末於 98 MPa 壓力壓製，使鎳微細粉末成為直徑 5 mm、高約 6 mm 之壓片。生成之壓片使用熱機械分析裝置(購自 Seiko 儀器公司之 TMA/SS6000)，於氮氣氛圍

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(10)

下，以 $10^{\circ}\text{C}/\text{分鐘}$ 之加熱速率加熱至 1100°C ，然後測定加熱後的壓片之熱收縮因子，所得結果列於下表 1。關於此點，熱收縮因子係相對於加熱前所觀測之值。

另外，於氮氣氛圍中，將上述製備之經具有鈣鈦礦結構的鈦酸鋇前驅物表面改質之鎳微細粉末於 300°C 進行加熱處理。經如此加熱處理過之鎳微細粉末利用 X-射線繞射法予以檢測，得到 X-射線繞射圖。根據此 X-射線繞射圖，證實該微細粉末與加熱處理前之微細粉末一樣，具有鎳之 X-射線繞射峰，惟未顯示其他起始原料及具有鈣鈦礦結構的鈦酸鋇之任何 X-射線繞射峰。然而，證實該微細粉末具有碳酸鋇之 X-射線繞射峰及未確認出之 X-射線繞射峰。此外，發現於 300°C 加熱處理後之鎳微細粉末，其前驅物與鎳微細顆粒間之黏附力，與於 300°C 加熱處理前之鎳微細粉末觀察所得相較下頗為增進。

[實施例 2]

將平均粒度 $0.5\ \mu\text{m}$ 之鎳微細粉末分散於純水中，以製備漿狀物。於生成之漿狀物中，添加溶解草酸鈦鉀及氯化鋇(其用量以鎳微細粉末之量為準，以鈦酸鋇計，為 3 重量%)製備之溶液。此時，連續攪拌漿狀物，使鎳微細顆粒表面均勻地被覆鈦酸鋇之前驅物。接著過濾漿狀物，然後進行乾燥，以獲得黏附生成的鈦酸鋇前驅物之鎳微細粉末。利用 X-射線繞射法測定生成之鎳微細粉末，得到 X-射線繞射圖。結果，證實該微細粉末具有鎳之 X-射線繞射峰，惟未顯示對應於其他起始原料及具有鈣鈦礦結構的鈦

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝
訂
線

五、發明說明 (11)

酸鋇之任何 X-射線繞射峰。然而，證實該微細粉末具有前述碳酸鋇之 X-射線繞射峰及未確認出之 X-射線繞射峰。

黏附著如此製備的鈦酸鋇前驅物之鎳微細粉末於 500 °C、氮氣氛圍中進行加熱處理。經加熱處理過之微細粉末利用 X-射線繞射法予以檢測，所得 X-射線繞射圖清楚地指示，該經加熱處理過之鎳微細粉末同時具有前述鎳及具有鈣鈦礦結構的鈦酸鋇之 X-射線繞射峰。

以實施例 1 所用之相同方法檢測生成之經具有鈣鈦礦結構的鈦酸鋇表面改質之鎳微細粉末由於氧化之重量增加率及熱收縮因子，所得結果總結於下表 1。

[實施例 3]

將平均粒度 $0.2 \mu\text{m}$ 之鎳微細粉末分散於純水中，以製備漿狀物。於生成之漿狀物中，添加溶解草酸鈦鉀及氯化鋇(其用量以鎳微細粉末之量為準，以鈦酸鋇計，為 5 重量%)製備之溶液。此時，連續攪拌漿狀物，使鎳微細顆粒表面均勻地被覆鈦酸鋇之前驅物。接著過濾漿狀物，然後進行乾燥，以獲得黏附生成的鈦酸鋇前驅物之鎳微細粉末。利用 X-射線繞射法測定生成之鎳微細粉末，得到 X-射線繞射圖。結果，證實該微細粉末具有鎳之 X-射線繞射峰，惟未顯示對應於其他起始原料及具有鈣鈦礦結構的鈦酸鋇之任何 X-射線繞射峰。然而，證實該微細粉末具有前述碳酸鋇之 X-射線繞射峰及未確認出之 X-射線繞射峰。

黏附著如此製備的鈦酸鋇前驅物之鎳微細粉末於 500 °C、氮氣氛圍中進行加熱處理。經加熱處理過之微細粉末

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(12)

利用 X-射線繞射法予以檢測，所得 X-射線繞射圖清楚地指出，該經加熱處理過之鎳微細粉末同時具有前述鎳及具有鈣鈦礦結構的鈦酸鋇之 X-射線繞射峰。

以實施例 1 所用之相同方法檢測生成之經具有鈣鈦礦結構的鈦酸鋇表面改質之鎳微細粉末由於氧化之重量增加率及熱收縮因子，所得結果總結於下表 1。

[比較例 1]

以實施例 1 所用之相同方法檢測其微細顆粒表面沒有任何被覆膜且平均粒度為 $0.5 \mu\text{m}$ 的鎳微細粉末由於氧化之重量增加率及熱收縮因子，所得結果列於下表 1。結果發現，與實施例 2 之微細粉末觀測所得相較下，該微細粉末具有高熱收縮因子及高重量增加率。若將整個鎳微細粉末氧化，則其重量增加應達到約 27%。因此，該微細粉末的氧化率經計算為約 81%。

[比較例 2]

以實施例 1 所用之相同方法檢測其微細顆粒表面沒有任何被覆膜且平均粒度為 $0.2 \mu\text{m}$ 的鎳微細粉末由於氧化之重量增加率及熱收縮因子，所得結果列於下表 1。結果發現，與實施例 3 之微細粉末觀測所得相較下，該微細粉末具有高熱收縮因子及高重量增加率。

[比較例 3]

利用機械處理方法，於平均粒度 $0.5 \mu\text{m}$ 之鎳微細粉末表面，被覆其用量以鎳微細粉末之量為準，為 3 重量%之具有鈣鈦礦結構的鈦酸鋇超微細顆粒(平均粒度為 0.05μ

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝
訂
線

五、發明說明 (13)

m)。以實施例 1 所用之相同方法檢測所得經鈦酸鋇表面改質之鎳微細粉末由於氧化之重量增加率及熱收縮因子，所得結果列於下表 1。結果發現，此機械處理可抑制熱收縮因子之增加，惟全然無法增進抗氧化性。

表 1

	由於氧化之重量增加率 (%)	熱收縮因子 (%)
實施例 1	4	1.0
實施例 2	6	1.5
實施例 3	10	0.5
比較例 1	22	14.5
比較例 2	22	14.5
比較例 3	22	8.0

如上文所詳述，根據本發明之經具有鈣鈦礦結構的鈦酸鋇表面改質之鎳微細粉末於燃燒時具有很小的熱收縮因子，及具有增進之抗氧化性，於燃燒時容許抑制鎳被氧化及經氧化之鎳滲入陶瓷介電物料中之任何現象，及適於作為導電糊劑之用，特別是，適於形成製造多層陶瓷電容器所用之導電糊劑。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

四、中文發明摘要(發明之名稱: 表面改質之鎳微細粉末及製備該表面改質鎳微細粉末之方法)

本發明揭示一種表面改質之鎳微細粉末，係將具有鈣鈦礦結構及由可溶性含鈦化合物與可溶性含鋇化合物的反應產物組成之鈦酸鋇前驅物黏附於各個鎳微細顆粒表面，其中該微細粉末利用 X-射線繞射法測定之 X-射線繞射圖具有鎳之 X-射線繞射峰，而沒有任何具鈣鈦礦結構之鈦酸鋇峰，但是當微細粉末在不小於 400°C 之溫度進行加熱處理之後，其 X-射線繞射圖則同時具有鎳及具鈣鈦礦結構的鈦酸鋇之 X-射線繞射峰。

本發明之鎳微細粉末於燃燒時具有很小的熱收縮因子，及具有增進之抗氧化性。該粉末於燃燒時容許抑制鎳

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

英文發明摘要(發明之名稱: SURFACE-MODIFIED NICKEL FINE POWDER AND METHOD FOR PREPARING THE SAME)

Herein disclosed is surface-modified nickel fine powder in which a precursor of barium titanate having a perovskite structure and consisting of a reaction product of a soluble titanium-containing compound and a soluble barium-containing compound is adhered to the surface of individual nickel fine particles, wherein the fine powder shows X-ray diffraction peaks of nickel and is free of any peak of barium titanate having a perovskite structure in the X-ray diffraction pattern determined by the X-ray diffraction method, but the fine powder shows X-ray diffraction peaks of both nickel and barium titanate having a perovskite structure in the X-ray diffraction pattern after the fine powder is subjected to a heat-treatment at a temperature of not less than 400°C.

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

四、中文發明摘要(發明之名稱:)

被氧化及經氧化之鎳滲入陶瓷介電物料中之任何現象。該粉末適於作為導電糊劑之用，特別是，適於形成製造多層陶瓷電容器所用之導電糊劑。

英文發明摘要(發明之名稱:)

The nickel fine powder has a small heat shrinkage factor upon firing and improved resistance to oxidation. The powder permits the inhibition of any such phenomenon that nickel is oxidized and the oxidized nickel penetrates into a ceramic dielectric material during firing. The powder is suitable for use as a material for a conductive paste and, in particular, for forming a conductive paste used in making a multilayer ceramic capacitor.

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

六、申請專利範圍

1. 一種表面改質之鎳微細粉末，係將具有鈣鈦礦結構及由可溶性含鈦化合物與可溶性含鋇化合物的反應產物組成之鈦酸鋇前驅物黏附於各個鎳微細顆粒表面，其中該微細粉末利用 X-射線繞射法測定之 X-射線繞射圖具有鎳之 X-射線繞射峰，而沒有任何具鈣鈦礦結構之鈦酸鋇峰，但是當微細粉末在不小於 400°C 之溫度進行加熱處理之後，其 X-射線繞射圖則同時具有鎳及具鈣鈦礦結構的鈦酸鋇之 X-射線繞射峰。
2. 一種製備如申請專利範圍第 1 項之經前驅物表面改質之鎳微細粉末之方法，包括使鎳微細顆粒與含有可溶性含鈦化合物與可溶性含鋇化合物之組合，而可經由溫度不小於 400°C 之加熱處理可形成具鈣鈦礦結構的鈦酸鋇之溶液接觸，因而於各個鎳微細顆粒表面黏附由可溶性含鈦化合物與可溶性含鋇化合物的反應產物組成之鈦酸鋇前驅物，然後乾燥該微細顆粒之步驟。
3. 如申請專利範圍第 2 項之方法，其中該前驅物係黏附於各個鎳微細顆粒表面，乾燥，然後於溫度小於 400°C 進行加熱處理。
4. 一種經具有鈣鈦礦結構的鈦酸鋇表面改質之鎳微細粉末，其中該具有鈣鈦礦結構之鈦酸鋇係黏附於各個鎳微細顆粒表面，及使其在維持於 400°C 之氛圍中靜置 2 小時後，微細顆粒重量增加率觀測值不多於未經處理的元素鎳微細粉末觀測值之 1/2 倍。
5. 一種製備經具有鈣鈦礦結構的鈦酸鋇表面改質之鎳微

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝
訂
線

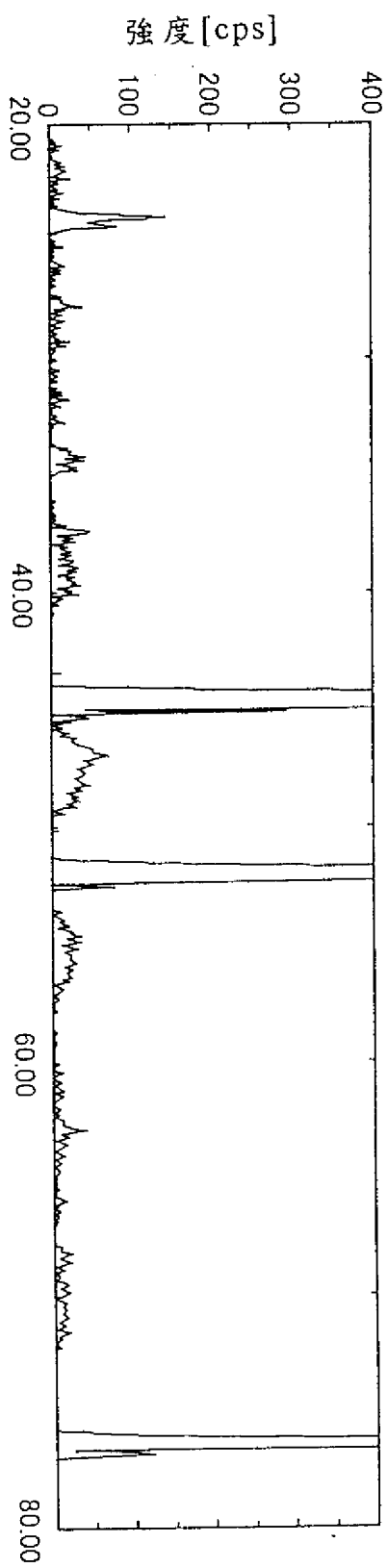
六、申請專利範圍

細粉末之方法，包括使鎳微細顆粒與含有可溶性含鈦化合物與可溶性含鋇化合物之組合、而可經由溫度不小於 400°C 之加熱處理可形成具鈣鈦礦結構的鈦酸鋇之溶液接觸，因而於各個鎳微細顆粒表面黏附由可溶性含鈦化合物與可溶性含鋇化合物的反應產物組成之鈦酸鋇前驅物，然後乾燥該微細顆粒及於不小於 400°C 之溫度加熱處理該微細顆粒之步驟。

6. 如申請專利範圍第5項之方法，其中該前驅物係黏附於各個鎳微細顆粒表面，乾燥，接著於溫度小於 400°C 進行加熱處理及接著於溫度不小於 400°C 進行加熱處理。
7. 如申請專利範圍第5項之方法，其中該加熱處理係於惰性氣體氛圍中或於減壓下進行。
8. 如申請專利範圍第6項之方法，其中該加熱處理係於惰性氣體氛圍中或於減壓下進行。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝
訂
線

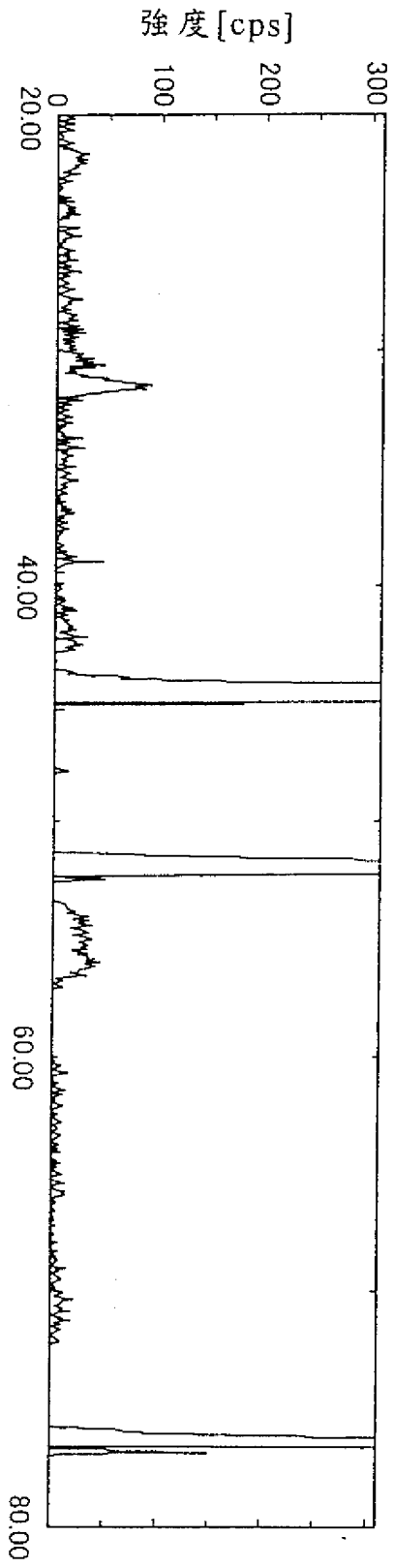


BaCO₃ 波峰資料

Ni 波峰資料

第 1 圖

467781



BaTiO₃ 波峰資料

Ni 波峰資料

第2圖