

doi: 10.3969/j.issn.1001-3849.2023.03.003

液相还原法制备微米级银粉及其性能研究

吴凡, 张治国, 索艳格*

(浙江科技学院 机械与能源工程学院, 浙江 杭州 310023)

摘要: 为解决导电银浆用银粉烧结温度高和电阻率大的问题, 以硝酸银(AgNO_3)为原料, 硫酸亚铁($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)为还原剂, 柠檬酸($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$)为添加剂制备银粉。采用正交实验探究不同工艺参数对银粉尺寸和形貌的影响。通过X射线衍射仪(XRD)、扫描电子显微镜(SEM)、四探针测试仪等对制备产物的晶体结构、形貌、烧结温度、电阻率等进行了表征。结果表明: 改变柠檬酸的浓度可以调整银粉的尺寸大小和形貌, 无柠檬酸条件下可以得到尺寸大小约为 $3\text{ }\mu\text{m}$ 的球形银粉, 且在最佳烧结温度 $550\text{ }^\circ\text{C}$ 下电阻率为 $2.39 \times 10^{-7} \Omega \cdot \text{m}$; 浓度为 $0.015\text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 条件下可以得到尺寸大小约为 $3.5\text{ }\mu\text{m}$ 的片状银粉, 且在最佳烧结温度 $150\text{ }^\circ\text{C}$ 下电阻率为 $4.77 \times 10^{-6} \Omega \cdot \text{m}$; 浓度为 $0.060\text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 条件下可以得到尺寸大小约为 $0.5\text{ }\mu\text{m}$ 的球形银粉, 且在最佳烧结温度 $250\text{ }^\circ\text{C}$ 下电阻率为 $1.92 \times 10^{-6} \Omega \cdot \text{m}$ 。因此, 本研究制备的银粉具有低的烧结温度和电阻率, 可满足实际应用要求。

关键词: 液相还原法; 微米级银粉; 球形; 片状; 烧结温度; 电阻率

中图分类号: TQ423

文献标识码: A

Preparation and properties of micron-sized silver powder by liquid phase reduction

Wu Fan, Zhang Zhiguo, Suo Yange*

(School of Mechanical and Engineering, Zhejiang University of Science and Technology, Hangzhou 310023, China)

Abstract: To solve the problem of high sintering temperature and high resistivity of silver powder for conductive silver paste, silver powder is prepared with silver nitrate (AgNO_3) as precursor, ferrous sulphate ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) as reducing agent and citric acid ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$) as additive. The effect of different experimental parameters on the particle size and morphology of the silver powder was investigated using orthogonal tests. The crystalline structure, morphology, sintering temperature and resistivity of the prepared products were characterized by X-ray diffractometer (XRD), scanning electron microscope (SEM) and four-probe tester. The results show that the size and morphology of silver powder can be adjusted by changing the concentration of citric acid. A spherical silver powder with a particle size of about $3\text{ }\mu\text{m}$ and a resistivity of $2.39 \times 10^{-7} \Omega \cdot \text{m}$ at a sintering temperature of $550\text{ }^\circ\text{C}$ was obtained without $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$. At a concentration of $0.015\text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$, flake silver powder with a particle size of about $3.5\text{ }\mu\text{m}$ and a resistivity of $4.77 \times 10^{-6} \Omega \cdot \text{m}$ at a sintering temperature of $150\text{ }^\circ\text{C}$ was obtained. At a concentration of $0.060\text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$, a spherical silver powder with a particle size of about $0.5\text{ }\mu\text{m}$ and a resistivity of $1.92 \times 10^{-6} \Omega \cdot \text{m}$ at a sintering temperature of $250\text{ }^\circ\text{C}$ was obtained. Therefore, the silver powder pre-

收稿日期: 2022-07-20

修回日期: 2022-08-09

作者简介: 吴凡(1998—), 男, 硕士研究生, email: 1564723743@qq.com

通信作者: 索艳格(1982—), 女, 博士, 副教授, email: suoyg@126.com

基金项目: 国家自然科学基金项目(21805244)

pared in this study has a low sintering temperature and resistivity, which can meet the requirements of practical applications.

Keywords: liquid phase reduction; micron-sized silver powder; spherical; flakes; sintering temperature; resistivity

众所周知,太阳能是人类取之不尽、用之不竭的可再生能源,在长期的能源战略中具有重要地位。近年来,随着中共中央、国务院印发的《关于完整准确全面贯彻新发展理念做好碳达峰碳中和工作的意见》的发布,太阳能电池引起了越来越多的关注^[1-2]。导电银浆是太阳能电池生产中最重要原材料之一,对太阳能电池的光电转化效率有着直接影响^[3-4]。导电银浆是一种以银粉为基材通过高温烧结生成的功能性材料,其中导电银粉是导电银浆的核心组成部分,银粉的形貌和结构直接影响导电银浆的烧结温度和导电性能^[5-6]。因此,对导电银粉形貌和结构的研究非常重要。近二十年来,国内银粉的制备都取得了长足的发展,但在银粉产品形貌和结构方面,和国外相比还存在较大的差距,导致目前国内光伏^[7]、电子^[8]、航天^[9]等工业所需的高品质导电银粉、导电银浆主要依赖进口^[10-11]。所以,优质银粉的国产化对于光伏产业具有重要的现实意义。

目前,银粉的主要制备方法为液相还原法^[12-14],在制备过程中多使用高分子聚合物,如聚乙烯吡咯烷酮(PVP)^[15]、阿拉伯树胶(AG)^[16]、明胶(GEL)^[17]等作为添加剂,防止制备过程中出现银粉的;但是,在液相还原法中通过这些添加剂制备的银粉球形度不高,且在后续的洗涤过程中难以去除,残留的添加剂会强烈地结合在银晶体的表面,减少银粉间接触面积,从而降低银粉的导电性,难以满足导电银浆、光伏产业等领域的需求。与此同时,目前绿色化学合成银粉的研究较少,Cerchier等^[18]使用葡萄糖浆还原 Ag^+ ,制备了分散良好的微米银粉。Paul等^[19]使用菜蕨还原 Ag^+ ,制备了尺寸大小为10~45 nm的银粉。李代颖等^[20]利用抗坏血酸还原 Ag^+ ,制备了尺寸均一的超细银粉。采用这些合成方法制备的银粉大多为类球形。此外,目前导电银浆采用的银粉烧结温度较高,约为850℃^[21],较高的烧结温度会极大地影响电子元器件的寿命和性能。因此,研制低烧结温度 and 低电阻率的银粉迫在眉睫。

柠檬酸($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$)作为一种具有亲水基团和

疏水基团的化合物,可以有效防止颗粒的团聚。并且,柠檬酸无毒无害,可用于食品制造业^[22],且能以任意比例和水/乙醇互溶,容易洗去。因此,本研究以柠檬酸为添加剂,硝酸银(AgNO_3)为原料,硫酸亚铁($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)为还原剂,通过正交实验优化银粉的制备工艺,探讨了原料浓度、添加剂浓度、还原剂浓度、反应时间和温度对银粉尺寸和形貌的影响,确定了最佳制备工艺,并探讨了不同形貌银粉形成机理,进而评估了银粉的烧结温度和电阻率。

1 实验部分

1.1 实验原料

硝酸银(AgNO_3 ,纯度99.8%),国药集团化学试剂有限公司;硫酸亚铁($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$,分析纯),无锡市展望化工试剂有限公司;柠檬酸($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$,分析纯,纯度99.5%),上海麦克林生化科技有限公司。

1.2 样品制备

准确称取一定质量的 AgNO_3 ,将其加入到30 mL去离子水中,再加入定量 $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$,将其放置在磁力搅拌器上加热至指定温度,搅拌均匀后得到前驱体溶液(记为溶液A)。另准确称取一定质量的 $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$,用30 mL去离子水溶解在50 mL烧杯中(记为溶液B)。在磁力搅拌条件下,将溶液B快速加入溶液A中,反应一段时间(t),室温静置1 h,用去离子水抽滤清洗3次,乙醇抽滤清洗3次,在真空干燥箱中60℃干燥过夜。液相还原法制备银粉实验如图1所示。

取0.03 g的银粉平铺于刻蚀有20 mm×1 mm×1 mm的槽的玻璃片上,将玻璃片放入马弗炉中进行烧结。当烧结温度为150℃、250℃、350℃时,需保温30 min;当烧结温度为450℃、550℃、650℃时,需保温10 min,待马弗炉冷却至室温后,取出银材料,利用四探针测试仪测试其电阻率。

1.3 测试与表征

采用扫描电子显微镜(JEOL, JSM-7800F)观察所制备银粉的形貌和烧结温度,并测量银粉的平均

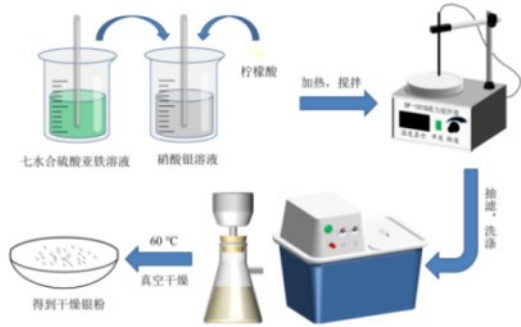


图1 液相还原法制备银粉示意图

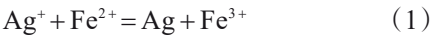
Fig.1 Schematic illustration of preparation of silver powder by liquid phase reduction method

尺寸,并用能量色散谱仪(EDS)测试样品的成分;采用X射线衍射仪(Ultima-IV)分析制备银粉的晶体结构,测试条件为Cu K α 辐射,管电压为40 kV,管电流为40 mA,功率为1.6 kW,扫描速率为10 °/min;采用多功能数字式四探针测试仪(ST-2258C)测量银粉的电阻率。

2 结果与讨论

2.1 正交实验分析

硫酸亚铁还原硝酸银制备银颗粒的反应方程式如下:



在实验过程中,为了使银离子充分反应,硫酸亚铁需过量。添加剂柠檬酸的用量会影响到银粉的尺寸大小以及形貌。反应温度和时间也是重要的影响因素。因此,设计了如表1所示的正交实验(5因素4水平)。正交实验方案和结果见表2。

由表2可看出,选择的5个因素对银粉尺寸的影响程度依次为:柠檬酸浓度>温度>硫酸亚铁浓度>

表1 正交实验的因素和水平

Tab.1 Factors and levels for orthogonal experiment

水平	因素				
	A	B	C	D	E
	AgNO ₃ / (mol·L ⁻¹)	FeSO ₄ / (mol·L ⁻¹)	C ₆ H ₈ O ₇ / (mol·L ⁻¹)	t/min	T/°C
1	0.10	0.10	0.000	20	25
2	0.15	0.15	0.015	40	40
3	0.20	0.20	0.030	60	60
4	0.25	0.40	0.060	80	80

表2 L₁₆(4⁵)正交设计实验方案与结果

Tab.2 Project design and results of L₁₆(4⁵) orthogonal experiment

序号	因素					平均尺寸, $D_{50}/\mu\text{m}$
	A	B	C	D	E	
1	0.10	0.10	0.000	20	25	2.121
2	0.10	0.15	0.015	40	40	2.003
3	0.10	0.20	0.030	60	60	0.423
4	0.10	0.40	0.060	80	80	0.387
5	0.15	0.10	0.015	60	80	1.323
6	0.15	0.15	0.000	80	60	3.255
7	0.15	0.20	0.060	20	40	0.592
8	0.15	0.40	0.030	40	25	2.668
9	0.20	0.10	0.030	80	40	0.549
10	0.20	0.15	0.060	60	25	0.658
11	0.20	0.20	0.000	40	80	1.860
12	0.20	0.40	0.015	20	60	3.452
13	0.25	0.10	0.060	40	60	0.483
14	0.25	0.15	0.030	20	80	0.505
15	0.25	0.20	0.015	80	25	3.905
16	0.25	0.40	0.000	60	40	3.048
K_{1j}	4.934	4.476	10.284	6.670	9.352	$\bar{D}_{50} = \sum_{i=1}^{16} D_{50i} = 1.702$
K_{2j}	7.838	6.421	10.683	7.014	6.192	
K_{3j}	6.519	6.780	4.145	5.452	7.613	
K_{4j}	7.941	9.555	2.120	8.096	4.075	
k_{1j}	1.234	1.119	2.571	1.668	2.338	$K = \sum_{i=1}^4 K_{ij} = 27.232$
k_{2j}	1.960	1.605	2.671	1.754	1.548	
k_{3j}	1.630	1.695	1.036	1.363	1.903	
k_{4j}	1.985	2.389	0.530	2.024	0.585	
R	0.751	1.270	2.141	0.661	1.753	$k_{ij} = K_{ij}/4$

硝酸银浓度>反应时间。因此,此体系下尺寸最小的银粉制备工艺为 $A_1B_1C_4D_3E_4$,即硝酸银的浓度为 $0.1\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$,还原剂硫酸亚铁的浓度为 $0.1\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$,添加剂柠檬酸的浓度为 $0.060\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$,反应时间为 80 min ,温度为 $80\text{ }^\circ\text{C}$,此时制备的银粉为球形。同时观察到添加剂柠檬酸对银粉形貌的影响非常明显。没有柠檬酸时银粉呈现出较明显的球形形貌,随着浓度的增大,球形银粉有向片状结构转变的趋势,当浓度升至 $0.015\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$,球形银粉全部转变为片状银粉,随着柠檬酸浓度继续提升,片状银粉再次出现有向球形结构转变的趋势,且尺寸更小,当浓度升至 $0.060\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$,片状银粉全部转变为球形银粉。

2.2 银粉的SEM分析

图2为不同柠檬酸浓度下制备的银粉的SEM图。由图2(a)可以观察到,无柠檬酸条件(反应条件如表2的序号16)下制备的银粉球形度高,分散性好,且尺寸大小约为 $3\text{ }\mu\text{m}$ 。每一个球形银粉是由许

多更小的小颗粒通过自组装形成的二级结构。由图2(b)可以观察到,浓度为 $0.015\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 条件(反应条件如表2的序号12)下制备的银粉呈片状结构,形貌单一,且尺寸大小约为 $3.5\text{ }\mu\text{m}$,说明银粉在添加剂柠檬酸的影响下发生了定向生长,同时颗粒与颗粒发生了一定程度的团聚,可能是高温下导致银粉的快速生长影响了分散性。由图2(c)可以观察到,浓度为 $0.060\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 条件(反应条件如表2的序号7)下制备的银粉呈球形,尺寸更小,且尺寸大小约为 $0.5\text{ }\mu\text{m}$ 。因此,柠檬酸浓度的增大不仅会使银粉的形貌发生变化,也会使银粉尺寸逐渐减小,说明柠檬酸起到了促进银颗粒生长的作用。分析认为,添加剂柠檬酸对银颗粒(111)晶面具有选择性吸附作用^[23],从而促使了片状银粉的生成。并且,随着柠檬酸浓度的进一步增加,添加剂彻底裹覆在银颗粒表面,抑制了银颗粒在所有晶面的生长,进而导致了球形银粉的生成。

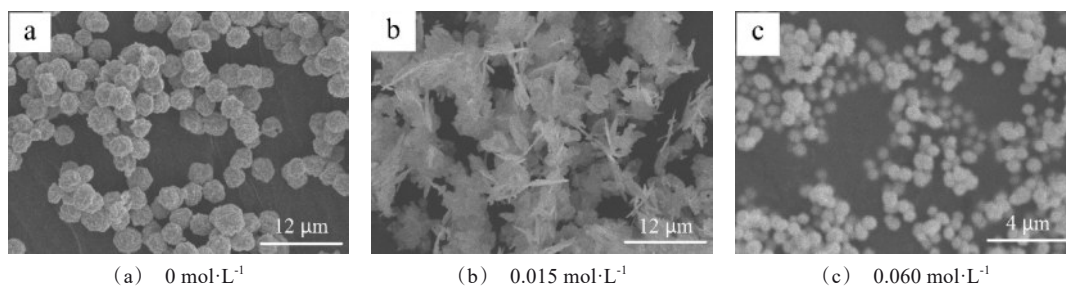


图2 不同柠檬酸浓度下的银粉SEM图

Fig.2 SEM images of silver powders prepared at different concentrations of citric acid

2.3 银粉的XRD分析

图3为制备的微米球形、微米片状和亚微米球形银粉的XRD谱图。可以观测到5个特征衍射峰,微米球形银粉的 2θ 分别位于 38.06° 、 44.22° 、 64.38° 、 77.30° 、 81.46° ,微米片状银粉的 2θ 分别位于 38.04° 、 44.20° 、 64.36° 、 77.34° 、 81.50° ,亚微米球形银粉的 2θ 分别位于 38.02° 、 44.16° 、 64.32° 、 77.32° 、 81.38° 。与银的标准卡片号JCPDS No.87—0597进行对照,分别对应于银的(111)、(200)、(220)、(311)和(222)晶面,表明所制备的微米球形、微米片状和亚微米球形银粉均为面心立方(fcc)结构,且无其他杂质物相衍射峰,为单质银。另外,衍射峰非常尖锐,表明制备的球形和片状银粉结晶性较好。

2.4 银粉的EDS分析

图4为制备的银粉的EDS分析图。表明无论是微米球形银粉(图4(a)~(c)),微米片状银粉(图4(d)~(f)),还是亚微米球形银粉(图4(g)~(i)),都只含有银元素(氧元素来自于导电胶带),证明了制备的样品为金属单质银。同时,从图中也均未发现Fe元素,表明硫酸亚铁在后续的抽滤洗涤中被完全去除。

2.5 银粉的烧结温度和电阻率分析

图5、6和7显示了三种自制银粉在不同烧结温度下的SEM图。由图5可以看出,当烧结温度为 $450\text{ }^\circ\text{C}$ 时,微米球形银粉出现了部分烧结;在 $550\text{ }^\circ\text{C}$ 条件下,完全烧结;在 $650\text{ }^\circ\text{C}$ 条件下,烧结现象更加明显。由图6可以看出,微米片状银粉在 $150\text{ }^\circ\text{C}$ 条

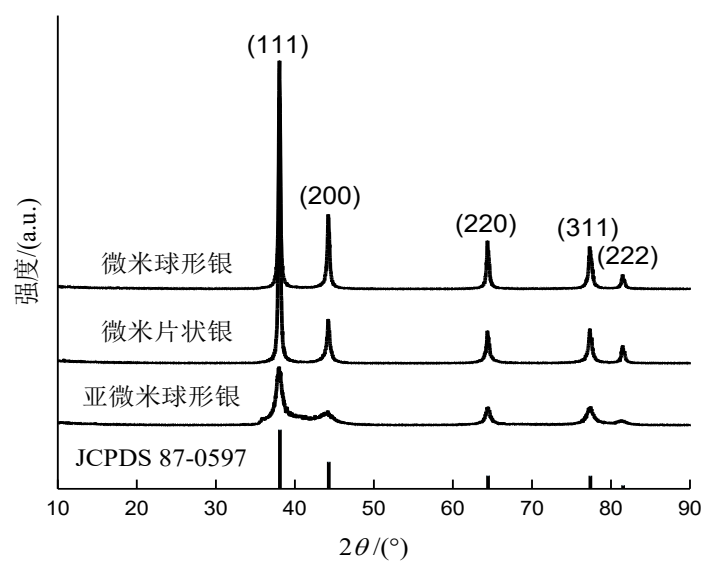


图3 银粉的XRD谱图

Fig.3 XRD patterns of silver powders

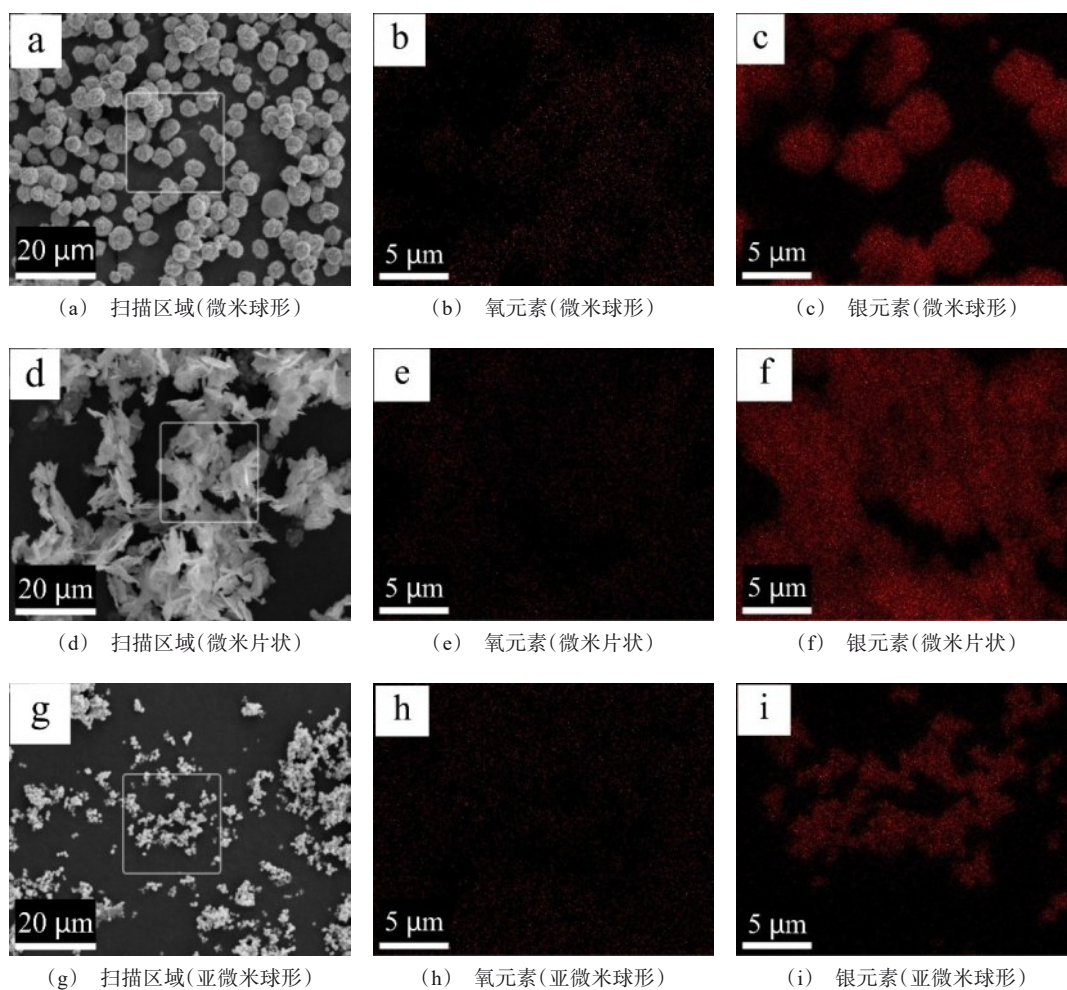


图4 银粉的EDS分析

Fig.4 EDS analysis of silver powders

件下已完全烧结,相比微米球形银粉,烧结温度有了大幅的降低。由图 7 可以看出,亚微米球形银粉在 250 °C 条件下已完全烧结。表明亚微米球形银粉的烧结温度低于微米球形银粉,说明了球形银粉尺寸越小,烧结温度越低。在三个样品中,片状银粉的烧结温度最低,说明形貌也是影响银粉烧结温度的重

要因素。分析认为银粉烧结温度与尺寸效应^[24]有关,颗粒尺寸越小,比表面积越大,比表面能越高,导致颗粒表面的活性越高,表面烧结越容易。另外,片状银粉较低的烧结温度可能是由于其比表面积和表面能远大于球形。因此,添加剂柠檬酸的加入可以调控银粉的形貌和尺寸,从而调控其烧结温度。

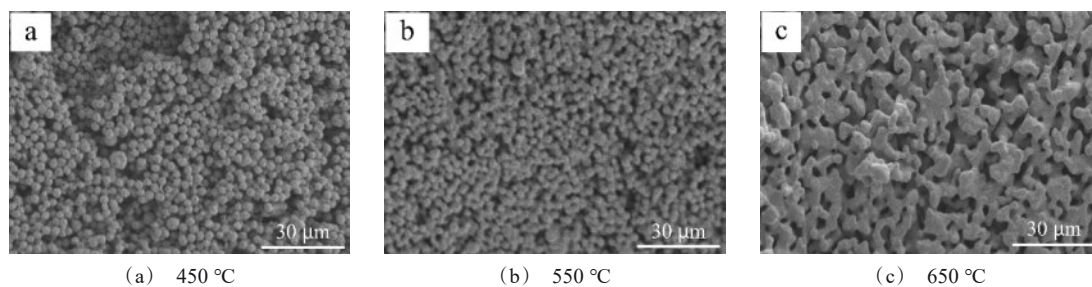


图 5 不同温度下微米球形银粉 SEM 图

Fig.5 SEM images of micron spherical silver powders at different temperatures

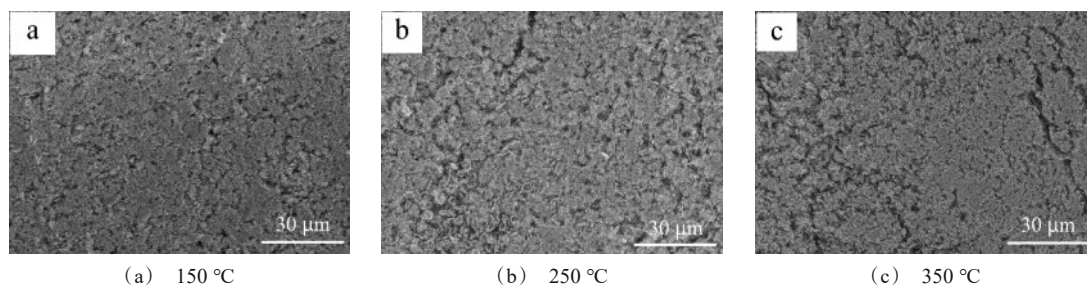


图 6 不同温度下微米片状银粉 SEM 图

Fig.6 SEM images of micron flake silver powders at different temperatures

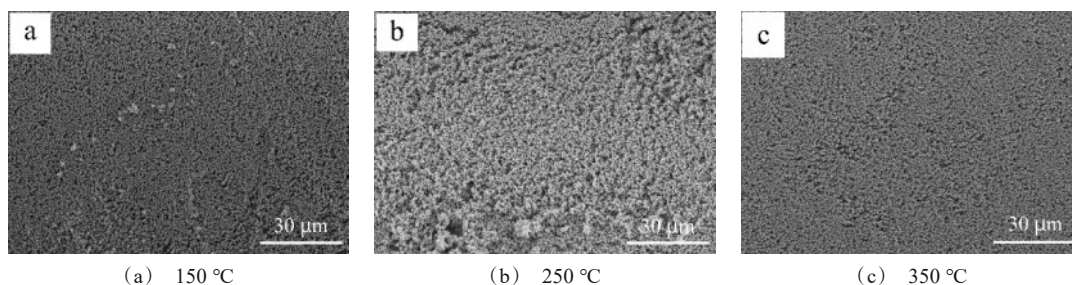


图 7 不同温度下亚微米球形银粉 SEM

Fig.7 SEM images of submicron spherical silver powders at different temperatures

图 8 给出了三种银粉在不同烧结温度下的电阻率。随着烧结温度的升高,银粉的电阻率显著下降。微米球形银粉在 550 °C 烧结温度下的电阻率为

$2.39 \times 10^{-7} \Omega \cdot m$;微米片状银粉在 150 °C 烧结温度下的电阻率为 $4.77 \times 10^{-6} \Omega \cdot m$;亚微米球形银粉在 250 °C 烧结温度下的电阻率为 $1.92 \times 10^{-6} \Omega \cdot m$ 。结果

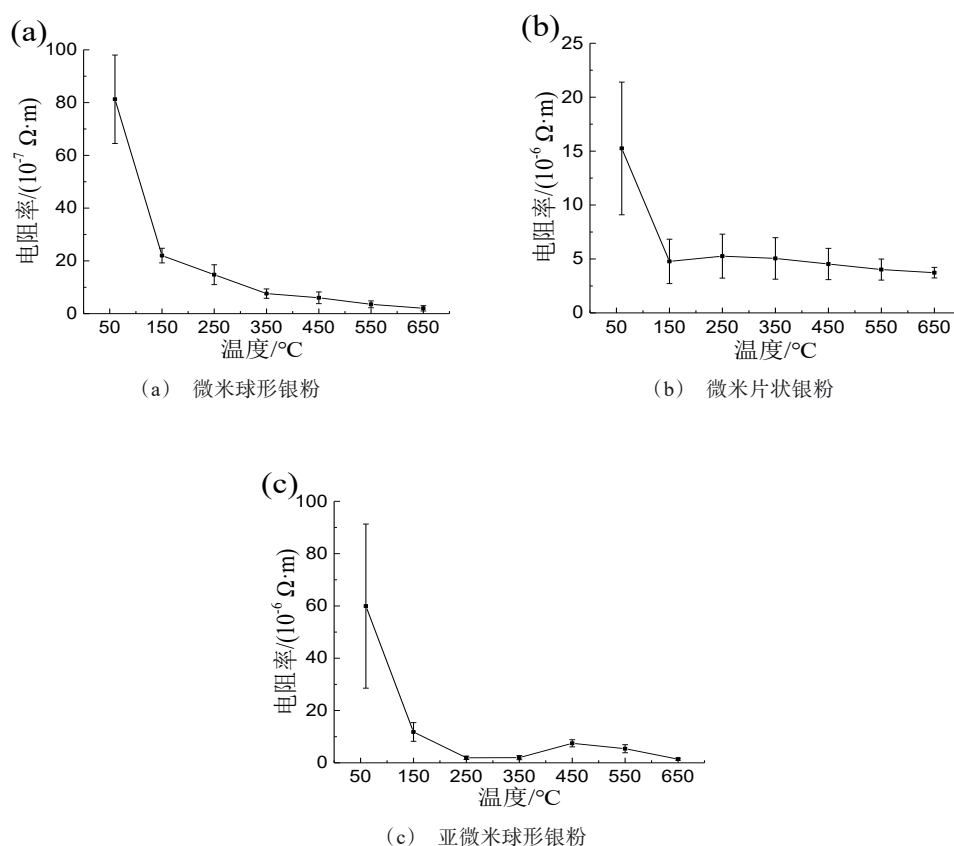


图8 银粉的电阻率

Fig.8 Resistivity of silver powders

表明微米球形银粉的烧结温度最高,而电阻率最低;微米片状银粉烧结温度最低,电阻率却最高。分析认为烧结颈^[25-26]的存在具有改善粉末导电性的特征。随着烧结温度的升高,微米球形银粉颗粒间产生烧结颈,并形成连续型致密网络结构,增强了颗粒间的导电性,进而导致了电阻率最低。相反,片状银粉经烧结后并未生成烧结颈,且颗粒间存在明显间隙,减弱了颗粒间的导电性,从而导致了电阻率最高。因此,对银产品而言选择合适烧结温度 and 低电阻率的银粉非常重要。

3 结论

(1)通过正交实验,以硝酸银为原料,硫酸亚铁为还原剂,柠檬酸为添加剂,制备了微米球形、微米片状和亚微米球形银粉。微米球形银粉形貌单一,球形度较好,分散均匀。微米片状银粉形貌单一,但略有团聚。亚微米球形银粉形貌单一,尺寸较小。

(2)添加剂柠檬酸是影响银粉尺寸大小和形貌的关键因素,无柠檬酸条件下制备的球形银粉的尺寸大小约为 $3 \mu m$,是由许多更小的小颗粒通过自组装形成的二级结构;柠檬酸浓度为 $0.015 \text{ mol} \cdot L^{-1}$ 条件下制备的片状银粉的尺寸大小约为 $3.5 \mu m$;柠檬酸浓度为 $0.060 \text{ mol} \cdot L^{-1}$ 条件下制备球形银粉的尺寸大小约为 $0.5 \mu m$ 。

(3)通过对银粉进行烧结和电阻率测试,确定了微米球形银粉的最佳烧结温度为 $550^{\circ}C$,电阻率为 $2.39 \times 10^{-7} \Omega \cdot m$;微米片状银粉的最佳烧结温度为 $150^{\circ}C$,电阻率为 $4.77 \times 10^{-6} \Omega \cdot m$;亚微米球形银粉的最佳烧结温度为 $250^{\circ}C$,电阻率为 $1.92 \times 10^{-6} \Omega \cdot m$ 。

参考文献

- [1] 梁启超, 乔芬, 杨健, 等. 太阳能电池的研究现状与进展[J]. 中国材料进展, 2019, 38(5): 505-511.
- [2] 杨英, 林飞宇, 朱从潭, 等. 无机钙钛矿太阳能电池稳定

- 性研究进展[J]. 化学学报, 2020, 78(3): 21-231.
- [3] 台玉萍, 陈天意, 赵萌萌, 等. 无铅导电银浆的制备及对电池性能的影响[J]. 河南科技大学学报(自然科学版), 2019, 40(3): 30-34, 6.
- [4] 余向磊, 甘国友, 滕媛, 等. 太阳能电池导电银浆的烧结工艺研究[J]. 贵金属, 2016, 37(S1): 75-79.
- [5] Wang H Y, Tai Y P, Li R X, et al. Effect of the mass ratio of micron and submicron silver powder in the front electrode paste on the electrical performance of crystalline silicon solar cells[J]. RSC Advances, 2016, 6(34): 28289-28297.
- [6] 董弋, 郭少青, 李鑫, 等. 银粉性质对太阳能电池浆料的影响[J]. 功能材料, 2021, 52(4): 4030-4037.
- [7] 钟景明, 王立惠, 施文峰, 等. 光伏银浆用银粉的研究[J]. 粉末冶金工业, 2015, 25(6): 6-13.
- [8] 何学敏, 王欣, 史皓峻, 等. 空气超音速火焰喷涂、冷喷涂与电镀制备电触头银层的组织结构与摩擦磨损性能对比[J]. 材料保护, 2022, 55(2): 9-14, 29.
- [9] 薛光荣, 叶爱平. 原子吸收分光光度法在航天材料活性银粉分析上的应用[J]. 上海计量测试, 1994(4): 19-21.
- [10] 谈发堂, 王辉, 王维, 等. 球形导电银粉的形貌与粒径控制[J]. 电子元件与材料, 2011, 30(10): 52-55, 59.
- [11] 黄浩. 国银新材公司技术创新战略研究[D]. 长沙: 湖南大学, 2019.
- [12] 李向果, 姚国佳, 马勇, 等. 表面活性剂对微米银粉的粒径与形貌的影响研究[J]. 电镀与精饰, 2022, 44(5): 50-56.
- [13] 王琳, 王晓霞, 王欣, 等. 冷喷涂铝/银纳米线复合涂层的海洋耐蚀防污性能研究[J]. 材料保护, 2022, 55(1): 27-33.
- [14] 陈明. 一种 PA6 纤维表面化学镀银方法[J]. 材料保护, 2021, 54(1): 127-130.
- [15] Hu Y C, Du Z F, Yao Y B, et al. Effects of organic additives on the microstructural, rheological and electrical properties of silver paste for LTCC applications[J]. Journal of Materials Science: Materials in Electronics, 2021, 32: 14368-14384.
- [16] Tian Q H, Deng D, Yu L, et al. Preparation of ultrafine silver powders with controllable size and morphology[J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2018, 28(3): 524-533.
- [17] Sannohe K, Ma T L, Hayase S. Synthesis of monodispersed silver particles: Synthetic techniques to control shapes, particle size distribution and lightness of silver particles[J]. Advanced Powder Technology, 2019, 30(12): 3088-3098.
- [18] Cerchier P, Pezzato L, Brunelli K, et al. Antibacterial effect of PEO coating with silver on AA7075[J]. Materials Science and Engineering C, 2017, 75: 554-564.
- [19] Paul B, Bhuyan B, Purkayastha D D, et al. Green synthesis of silver nanoparticles using dried biomass of *Diplazium esculentum* (retz.) sw. and studies of their photocatalytic and anticoagulative activities[J]. Journal of Molecular Liquids, 2015, 212: 813-817.
- [20] 李代颖, 张圣欢, 朱文晰. 超细银粉的液相化学法可控制备及反应机理[J]. 船电技术, 2020, 40(2): 48-52.
- [21] 鲁业海, 贾巍, 钱峰伟, 等. 银粉粒径与比表面积对导电胶浆导电性影响的显著性对比研究[J]. 电工材料, 2022(2): 37-39.
- [22] Shafie M H, Gan C Y. Could choline chloride-citric acid monohydrate molar ratio in deep eutectic solvent affect structural, functional and antioxidant properties of pectin?[J]. International Journal of Biological Macromolecules, 2020, 149: 835-843.
- [23] Wang Y X, Fang J Y. Selective epitaxial growth of silver nanoplates[J]. Angewandte Chemie, 2011, 50(5): 992-993.
- [24] Olson E A, Efremov M Y, Zhang M, et al. Size-dependent melting of Bi nanoparticles[J]. Journal of Applied Physics, 2005, 97(3): 034304.
- [25] 黄培云. 粉末冶金原理[M]. 北京: 冶金工业出版社, 1997.
- [26] 张学清, 郭顺, 杨国启, 等. 煅烧工艺对钽粉微观结构和电性能的影响[J]. 稀有金属, 2018, 42(1): 67-74.