



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0029837

(51)^{2019.01} C23C 26/00; C09D 11/52; C22C 5/08; (13) B
H05K 3/12; H01B 13/00; C09D 11/037;
C22C 9/00

(21) 1-2020-01027

(22) 24/07/2018

(86) PCT/JP2018/027602 24/07/2018

(87) WO 2019/022039 31/01/2019

(30) 2017-144038 25/07/2017 JP

(45) 25/10/2021 403

(43) 25/06/2020 387ASC

(73) 1. Senju Metal Industry Co., Ltd. (JP)

23, Senju-Hashido-cho, Adachi-ku, Tokyo 1208555, Japan

2. Osaka University (JP)

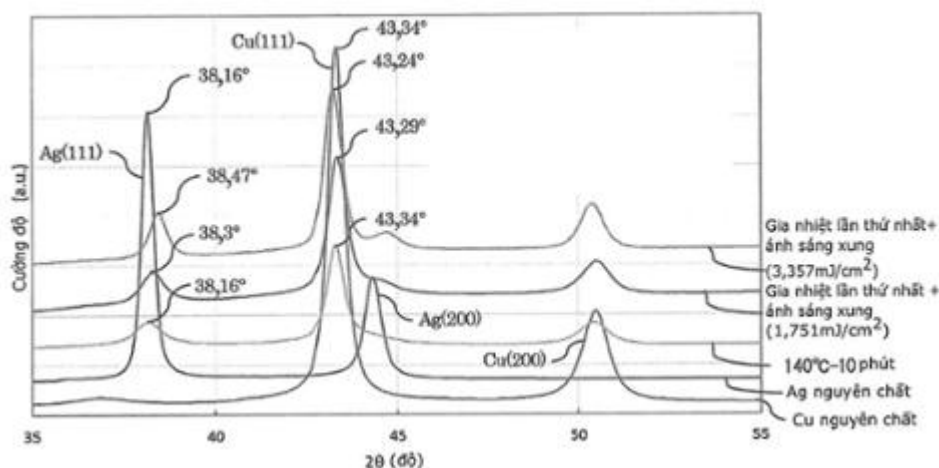
1-1, Yamadaoka, Suita-shi, Osaka 5650871, Japan

(72) JIU Jinting (CN); UESHIMA Minoru (JP); SUGANUMA Katsuaki (JP); LI Wanli (CN).

(74) Công ty TNHH Tầm nhìn và Liên danh (VISION & ASSOCIATES CO.LTD.)

(54) PHƯƠNG PHÁP TỔNG HỢP HỢP KIM ĐỒNG-BẠC, PHƯƠNG PHÁP TẠO THÀNH PHẦN DẪN, HỢP KIM ĐỒNG-BẠC VÀ PHẦN DẪN

(57) Sáng chế đề xuất phương pháp tổng hợp hợp kim đồng-bạc, bằng phương pháp này, hợp kim đồng-bạc có thể được tổng hợp dễ dàng ở nhiệt độ thấp và trong thời gian ngắn, phương pháp tạo thành phần dẫn và hợp kim đồng-bạc và phần dẫn. Sáng chế được đề xuất với bước tạo ra mực để thu được mực đồng-bạc bằng cách trộn các hạt muối đồng, dung môi gốc amin và các hạt muối bạc, bước phủ để phủ mực đồng-bạc lên thành phần cần được phủ, bước tạo hạt nhân để tạo ra các hạt nhân tinh thể của đồng có kích thước hạt nhỏ hơn hoặc bằng 0,2 μm và/hoặc các hạt nhân tinh thể bạc có kích thước hạt nhỏ hơn hoặc bằng 0,2 μm từ mực đồng-bạc và bước tổng hợp các hạt nhân tinh thể để tổng hợp các hạt nhân tinh thể của đồng và các hạt nhân tinh thể bạc.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp tổng hợp hợp kim đồng-bạc, bằng phương pháp này hợp kim đồng-bạc có thể được tổng hợp dễ dàng ở nhiệt độ thấp trong khoảng thời gian ngắn, và phương pháp tạo thành phần dẫn, hợp kim đồng-bạc và phần dẫn.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Ngày nay, các thiết bị đeo được đang phát triển nhanh chóng. Các thiết bị đeo được là các thiết bị được sử dụng ở trạng thái đeo trên cơ thể và được yêu cầu giảm kích thước hoặc độ dày. Các thành phần điện tử sử dụng trong các thiết bị này cũng cần phải thỏa mãn các yêu cầu tương tự để đáp ứng yêu cầu đó. Do sự giảm kích thước và độ dày của các thành phần điện tử đi kèm với việc giảm khả năng chịu nhiệt, các vật liệu dây dẫn có thể được tạo thành bởi quy trình đơn giản, chẳng hạn như gia nhiệt trong thời gian ngắn hoặc liên kết ở nhiệt độ thấp, đã được đề xuất. Các loại mực dẫn điện chẳng hạn như mực bằng đồng, mực bằng bạc và mực bằng đồng-bạc được sử dụng cho các vật liệu dây dẫn này và các nghiên cứu đang được tiến hành trên các loại mực dẫn điện và các công nghệ tạo thành dây dẫn sử dụng mực dẫn điện.

Tài liệu sáng chế 1 đề xuất phương pháp sản xuất phần dẫn điện bao gồm đồng là thành phần chính, phương pháp này có khả năng tạo thành phần dẫn điện ở vùng nhiệt độ thấp để có thể sử dụng nhựa thông làm vật liệu nền. Tài liệu sáng chế 1 bộc lộ rằng, theo phương pháp sản xuất được mô tả trong tài liệu, mực bằng đồng được in trên đế và sau đó xử lý nhiệt trong khoảng từ 10 đến 60 phút ở dải nhiệt độ từ 60°C đến 300°C. Tài liệu sáng chế 1 còn bộc lộ chế phẩm mực bao gồm: muối đồng gồm các axit carboxylic có chức năng khử và các ion đồng; hợp chất phối trí để ổn định chức năng khử; và bạc kim loại hoặc metacarboxylat bạc để tăng cường chức năng khử. Cụ thể, tài liệu sáng chế 1 mô tả trong ví dụ 7 là chế phẩm mực bao gồm các hạt muối đồng mịn, hexametylimin và các hạt bạc mịn được tạo ra và áp dụng vào vật liệu nền và sau đó, vật liệu nền được xử lý nhiệt ở 140°C trong 30 phút trong môi trường có khí nitơ đi qua, từ đó tạo thành phần dẫn.

Tài liệu sáng chế 2 đề xuất phương pháp tạo thành mẫu dẫn điện để sản xuất có hiệu quả mẫu của chế phẩm được in trên đế dẫn điện. Theo phương pháp này, chế phẩm bao gồm các hạt oxit kim loại có dạng phẳng, chất khử và nhựa gắn kết được sử dụng và chế phẩm này được chiếu ánh sáng xung hoặc các vi sóng. Tài liệu sáng chế 2 đề xuất, làm phương pháp tạo thành mẫu dẫn điện được mô tả trong tài liệu, phương pháp trong đó bột nhão thu được bằng cách trộn các hạt oxit đồng phẳng, chất khử và nhựa được in trên đế và bột nhão sau khi in được chiếu sáng một xung đơn với điều kiện điện áp là 250 V, độ rộng xung là 1600 μ s và năng lượng xung là 3,47 J/cm².

Tài liệu sáng chế 3 đề xuất phương pháp sản xuất hợp kim đồng-bạc không chứa eutectoit đồng-bạc. Cụ thể, tài liệu sáng chế 3 đề xuất phương pháp sản xuất, trong đó, dung dịch chứa các ion đồng và các ion bạc được trộn với dung dịch chứa chất khử để từ đó kết tủa các hạt hợp kim đồng-bạc có đường kính hạt nhỏ hơn hoặc bằng 50 nm và không chứa eutectoit. Mặc dù tài liệu sáng chế 3 không mô tả rõ ràng các phương pháp bất kỳ để tạo thành phần dẫn trên đế, tài liệu sáng chế 3 mô tả rằng vì bột hợp kim đồng-bạc có đường kính hạt nhỏ hơn hoặc bằng 50 nm được sử dụng, nên các mạch có thể được tạo thành trên đế nhựa bởi quy trình phủ nhiệt độ thấp và nung kết.

Danh mục tài liệu trích dẫn

Tài liệu sáng chế

Tài liệu sáng chế 1: JP 2015-147929 A

Tài liệu sáng chế 2: JP 2013-196881 A

Tài liệu sáng chế 3: WO 2013/073241 A1

Tài liệu không phải sáng chế

Tài liệu không phải sáng chế 1: được soạn thảo và viết bởi Seizo NAGASAKI và Makoto HIRABAYASHI, “Binary Alloy Phase Diagrams”, AGNE Gijutsu Center Inc., ngày 30 tháng 5, 2013, trang 4.

Theo sáng chế được mô tả trong tài liệu sáng chế 1, thời gian xử lý nhiệt và nhiệt độ xử lý nhiệt được xác định cho các mục đích làm bay hơi toàn bộ hợp chất

phối trí và khử các ion đồng. Tài liệu sáng chế 1 mô tả, để đạt được các mục đích này, các hạt mịn của hợp phần chứa các hạt kim loại hoặc muối kim loại, dùng để tăng tốc độ khử các ion đồng, với các hạt muối đồng mịn không được tạo thành. Do đó, sáng chế được mô tả trong tài liệu sáng chế 1 không sử dụng bất kỳ phương pháp tổng hợp nào chẳng hạn như phương pháp tạo hợp kim hai loại hạt.

Tài liệu sáng chế 1 mô tả thành phần dẫn điện làm từ đồng có thể được tạo thành bằng cách chỉ tiến hành xử lý nhiệt trong khoảng từ 10 đến 60 phút ở dải nhiệt độ từ 60°C đến 300°C. Do đó, các điều kiện gia nhiệt này có thể được coi là các điều kiện mà theo đó các hạt đồng mịn không được tạo thành hợp kim với các hạt bạc mịn. Do đó, thành phần dẫn được làm từ đồng thu được bằng phương pháp sản xuất được mô tả trong tài liệu sáng chế 1 có vấn đề là gây ra sự tăng điện trở suất của thành phần dẫn điện này do quá trình oxy hóa.

Sáng chế được mô tả trong tài liệu sáng chế 2 có thể chỉ hiệu quả đối với bước tạo chế phẩm cho sự tạo thành mẫu dẫn điện, nhưng các hạt oxit phẳng, chất khử và nhựa phải được điều chế. Tài liệu sáng chế 2 chỉ mô tả phương pháp sản xuất ra các hạt oxit phẳng và không rõ liệu các hạt phẳng của các oxit kim loại khác có thu được bằng phương pháp tương tự không. Trong trường hợp mà các hạt oxit kim loại chỉ thu được dưới dạng các hạt hình cầu, các hạt này phải được làm phẳng bằng máy nghiền bi hoặc cách tương tự, dẫn đến quy trình sản xuất phức tạp. Trong khi đó, việc chiếu ánh sáng xung theo tài liệu sáng chế 2 nhằm để loại bỏ các oxit có trên bề mặt của các hạt, cùng với chất khử. Do đó, mặc dù tài liệu sáng chế 2 mô tả rằng các hạt kim loại của hợp kim cũng có thể được sử dụng, sự tạo thành hợp kim đồng với ánh sáng xung không hề được giả định trong tài liệu này. Do đó, thành phần dẫn điện thu được bằng phương pháp sản xuất được mô tả trong tài liệu sáng chế 2 bao gồm đồng làm thành phần chính và do đó có một vấn đề là gây ra sự tăng điện trở suất của thành phần dẫn điện này do quá trình oxy hóa, như trong Tài liệu sáng chế 1.

Như được mô tả ở trên, đồng dễ bị oxy hóa và cần thiết, để nung kết đồng, phải tiến hành chiếu ánh sáng xung hoặc sử dụng độ chân không giảm hoặc áp suất giảm chẳng hạn như môi trường khí hydro. Ngoài ra, dây đồng được sản xuất có bề rộng của dây nhỏ và do đó dễ bị oxy hóa trong không khí. Trong khi đó, mực bằng

bạc đắt tiền và có những trường hợp mà dây dẫn được tạo thành từ đó gây đoản mạch do sự chuyển vị, như được mô tả trong tài liệu sáng chế 1.

Có vẻ hiệu quả khi pha trộn các hạt đồng mịn với các hạt bạc mịn trong mực được mô tả trong tài liệu sáng chế 1, để khắc phục những vấn đề này của bạc và đồng. Tuy nhiên, để tạo thành hợp kim đồng-bạc được phân tán đồng đều, cần tiến hành gia nhiệt dài hạn ở nhiệt độ cao khoảng 1200°C, như dễ thấy từ giản đồ pha hai cấu tử Ag-Cu được thể hiện trong tài liệu không phải sáng chế 1, mặc dù nó phụ thuộc vào đường kính hạt của hai loại hạt này. Ngoài ra, do đường kính hạt tinh thể quá lớn, không thể thu được cấu trúc đồng đều. Do đó, khó có thể ứng dụng nó vào các thiết bị đeo được từ các quan điểm về nhiệt độ tạo thành và cấu trúc của hợp kim. Ngoài ra, sáng chế được mô tả trong tài liệu sáng chế 1 và sáng chế được mô tả trong tài liệu sáng chế 2 có chung một mục đích là tạo thành dây đồng và do đó sự tạo hợp kim không được giả định trong các tài liệu này. Bởi vì điều này, sự tạo thành của hợp kim đồng-bạc không đạt được trên cơ sở hai sáng chế này.

Trong trường hợp mà các hạt đồng-bạc được tạo thành bằng phương pháp khử như trong tài liệu sáng chế 3, khó có thể khiến đồng và bạc đồng thời tham gia phản ứng khử vì sự khác biệt về điện thế oxy hóa-khử. Do đó, khó có thể tưởng tượng rằng chỉ trộn dung dịch chứa các ion đồng và các ion bạc với dung dịch chứa chất khử sẽ tạo ra hợp kim đồng-bạc như được bộc lộ trong tài liệu sáng chế 3. Các phương pháp khác nhau để giảm sự khác biệt về điện thế oxy hóa-khử là cần thiết và điều này có thể dẫn đến các quy trình phức tạp.

Ngoài ra, các sáng chế được mô tả trong Tài liệu sáng chế 2 và 3 bắt buộc phải sử dụng chất khử đặc biệt, gây khó khăn cho việc giảm chi phí sản xuất.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề kỹ thuật

Như được mô tả ở trên, rất khó để tổng hợp một cách dễ dàng hợp kim đồng-bạc ở nhiệt độ thấp trong khoảng thời gian ngắn hoặc để tạo thành phần dẫn sử dụng nó bằng bất kỳ phương pháp thông thường nào, phương pháp tổng hợp hợp kim và

tạo thành phần dẫn được mong đợi bởi sự phát triển nhanh chóng của các thiết bị đeo được.

Theo đó, mục đích của sáng chế là đề xuất phương pháp tổng hợp hợp kim đồng-bạc nhờ đó hợp kim đồng-bạc có thể được tổng hợp dễ dàng ở nhiệt độ thấp trong khoảng thời gian ngắn, phương pháp tạo thành phần dẫn, hợp kim đồng-bạc và phần dẫn.

Giải pháp kỹ thuật

Các tác giả sáng chế đã tiến hành nghiên cứu với tiền đề là hợp kim đồng-bạc được sử dụng để tránh vấn đề về sự oxy hóa đi kèm với đồng và vấn đề về sự chuyển vị đi kèm với bạc. Các tác giả sáng chế tập trung vào đặc tính của hợp kim đồng-bạc trong suốt quá trình nung kết để tạo thành hợp kim đồng-bạc mà không sử dụng chất khử như trong tài liệu sáng chế 3. Các tác giả sáng chế phát hiện rằng, sau khi hạt nhân tinh thể mịn của bạc và đồng được tạo thành, sự khuếch tán và sự phát triển của đồng và bạc xảy ra từ hạt nhân tinh thể như là điểm khởi đầu, từ đó tạo thành hợp kim đồng-bạc.

Ví dụ về các phương pháp thông thường để sản xuất hợp kim đồng-bạc bao gồm phương pháp tán nhỏ và dạng tương tự bên cạnh phương pháp nấu chảy ở nhiệt độ cao và phương pháp khử pha lỏng được mô tả ở trên. Tuy nhiên, mỗi phương pháp này đều sử dụng cách thức xử lý ở nhiệt độ cao và đòi hỏi quy trình phức tạp. Phương pháp trong đó chất khử được sử dụng có các vấn đề là làm tăng giá thành và tương tự. Do đó, khó để áp dụng bất kỳ phương pháp thông thường nào cho các đế hoặc bộ phận dẻo có khả năng chịu nhiệt thấp.

Các tác giả sáng chế, với việc tập trung vào sự tạo thành hạt nhân tinh thể mịn của bạc và đồng và sự tổng hợp hợp kim đồng-bạc từ đó, đã thực hiện nghiên cứu về phương pháp tổng hợp dựa trên việc gia nhiệt được thực hiện ở nhiệt độ thấp trong thời gian ngắn.

Đầu tiên, các tác giả sáng chế đã thêm muối bạc dưới dạng các hạt mịn để phân tán đều các hạt này trong mực và tạo ra hạt nhân tinh thể mịn của đồng kim loại và bạc kim loại bằng cách tiến hành gia nhiệt ở nhiệt độ xác định trong khoảng thời gian

xác định. Tuy nhiên, phương pháp này không thể tạo hợp kim đồng với bạc ở các điều kiện có thể áp dụng được cho các thiết bị đeo được, như phương pháp được mô tả trong Tài liệu sáng chế 1. Mặc dù có thể cho rằng việc tiến hành gia nhiệt ở nhiệt độ thấp trong khoảng thời gian dài có hiệu quả trong việc tạo hợp kim, việc gia nhiệt trong khoảng thời gian dài như vậy là không mong muốn theo quan điểm đơn giản hóa quy trình sản xuất. Ngay cả khi phương pháp khử được sử dụng, các quy trình phức tạp là cần thiết để giảm sự khác biệt điện thế oxy hóa- khử giữa đồng và bạc. Các tác giả sáng chế đã tạo ra hạt nhân tinh thể của đồng và bạc ở nhiệt độ thấp và sau đó chiếu ánh sáng xung có mật độ năng lượng xác định, thường được sử dụng để loại bỏ các màng oxit có chủ đích trong khoảng thời gian ngắn vào các hạt nhân tinh thể này. Kết quả là, bất ngờ phát hiện rằng các hạt nhân tinh thể này đã được tổng hợp bởi việc chiếu xạ này và hợp kim đồng-bạc được tạo thành. Trong trường hợp mà hạt nhân tinh thể có đường kính hạt nhỏ, hợp kim đồng-bạc thu được có cấu trúc đồng nhất, giúp nó có thể giảm điện trở của các phân dẫn.

Cũng được phát hiện rằng hợp kim đồng-bạc thu được bằng phương pháp tổng hợp như vậy có đường kính hạt tinh thể nhỏ hơn hoặc bằng 0,1 μm và thỏa mãn ít nhất một trong số yêu cầu là độ chênh lệch giữa góc ở đỉnh của mặt tinh thể (111) của Cu và góc ở đỉnh của mặt tinh thể (111) của Cu nguyên chất bằng ít nhất là 0,3% của góc ở đỉnh của mặt tinh thể (111) của đồng nguyên chất và yêu cầu là độ chênh lệch giữa góc ở đỉnh của mặt tinh thể (111) của Ag và góc ở đỉnh của mặt tinh thể (111) của Ag nguyên chất bằng ít nhất là 0,1% của góc ở đỉnh của mặt tinh thể (111) của Ag nguyên chất.

Các tác giả sáng chế đã phát hiện thêm rằng hạt nhân tinh thể của đồng có thể được ngăn không bị oxy hóa bằng cách tối ưu hóa các điều kiện tạo thành hạt nhân tinh thể. Ngoài ra, các tác giả sáng chế đã nhận thấy rằng bằng cách tối ưu hóa các điều kiện tạo thành hạt nhân tinh thể, hợp kim đồng-bạc có thể được tổng hợp trong khoảng thời gian ngắn và hạt nhân tinh thể có thể được ngăn không bị bay đi.

Sáng chế đạt được dựa trên các phát hiện này là như sau.

(1) Phương pháp tổng hợp hợp kim đồng-bạc, phương pháp này bao gồm các bước sau:

bước chuẩn bị mực gồm việc trộn hạt muối đồng, dung môi gốc amin và hạt muối bạc, từ đó thu được mực đồng-bạc;

bước phủ gồm việc phủ thành phần cần được phủ bởi mực đồng-bạc;

bước tạo hạt nhân tinh thể gồm việc tạo thành ít nhất một trong số hạt nhân tinh thể của đồng có đường kính hạt tinh thể nhỏ hơn hoặc bằng $0,2\ \mu\text{m}$ và hạt nhân tinh thể của bạc có đường kính hạt tinh thể nhỏ hơn hoặc bằng $0,2\ \mu\text{m}$ từ mực đồng-bạc; và

bước tổng hợp hạt nhân tinh thể gồm việc tổng hợp hạt nhân tinh thể của đồng và hạt nhân tinh thể của bạc.

(2) Phương pháp tổng hợp hợp kim đồng-bạc theo mục (1) ở trên, trong đó, trong bước tạo hạt nhân tinh thể, thực hiện bước gia nhiệt lần thứ nhất, gia nhiệt thành phần đã được phủ bằng mực đồng-bạc ở nhiệt độ từ 70°C đến 300°C trong khoảng từ 1 đến 300 phút.

(3) Phương pháp tổng hợp hợp kim đồng-bạc theo mục (1) hoặc (2) ở trên, trong đó, trong bước tổng hợp hạt nhân tinh thể, bước gia nhiệt lần thứ hai chiếu ánh sáng xung có mật độ năng lượng trong khoảng từ $0,5\ \text{J}/\text{cm}^2$ đến $5,0\ \text{J}/\text{cm}^2$ trong thời gian chiếu xạ từ 1 giây trở xuống vào các hạt nhân tinh thể của đồng và các hạt nhân tinh thể của bạc được thực hiện.

(4) Phương pháp tổng hợp hợp kim đồng-bạc theo mục bất kỳ từ (1) đến (3) ở trên, trong đó sau bước tạo hạt nhân tinh thể và trước bước tổng hợp hạt nhân tinh thể, thành phần được phủ được làm nguội đến vùng nhiệt độ thấp hơn 60°C .

(5) Phương pháp tổng hợp hợp kim đồng-bạc theo mục bất kỳ từ (1) đến (4) ở trên, trong đó mực đồng-bạc còn chứa môi trường phân tán.

(6) Phương pháp tổng hợp hợp kim đồng-bạc theo mục bất kỳ từ (1) đến (5) ở trên, bao gồm bước gia nhiệt sơ bộ, tiến hành gia nhiệt sơ bộ trong khoảng từ 25°C đến 70°C trong khoảng từ 0 đến 10 phút, sau bước phủ và trước bước tạo hạt nhân tinh thể.

(7) Phương pháp tạo thành phần dẫn, bao gồm phương pháp tổng hợp hợp kim đồng-bạc theo mục bất kỳ từ (1) đến (6) ở trên.

(8) Hợp kim đồng-bạc gồm có Cu và Ag,

có đường kính hạt tinh thể từ 0,1 μm trở xuống, và

thỏa mãn ít nhất một trong số yêu cầu là độ chênh lệch giữa góc ở đỉnh của mặt tinh thể (111) của Cu và góc ở đỉnh của mặt tinh thể (111) của Cu nguyên chất bằng ít nhất là 0,3% của góc ở đỉnh của mặt tinh thể (111) của Cu nguyên chất và yêu cầu là độ chênh lệch giữa góc ở đỉnh của mặt tinh thể (111) của Ag và góc ở đỉnh của mặt tinh thể (111) của Ag nguyên chất bằng ít nhất là 0,1% của góc ở đỉnh của mặt tinh thể (111) của Ag nguyên chất.

(9) Hợp kim đồng-bạc theo mục (8) ở trên, thỏa mãn yêu cầu là độ chênh lệch giữa góc ở đỉnh của mặt tinh thể (111) của Cu và góc ở đỉnh của mặt tinh thể (111) của Cu nguyên chất bằng ít nhất là 0,3% của góc ở đỉnh của mặt tinh thể (111) của Cu nguyên chất và yêu cầu là độ chênh lệch giữa góc ở đỉnh của mặt tinh thể (111) của Ag và góc ở đỉnh của mặt tinh thể (111) của Ag nguyên chất bằng ít nhất là 0,1% của góc ở đỉnh của mặt tinh thể (111) của Ag nguyên chất.

(10) Phần dẫn bao gồm hợp kim đồng-bạc theo mục (8) hoặc mục (9).

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig.1 là biểu đồ thể hiện các kết quả của thử nghiệm đo nhiễu xạ tia X (X-ray diffractometry, XRD) thu được trong ví dụ so sánh 1, ví dụ so sánh 2, ví dụ so sánh 6, ví dụ sáng chế 13 và ví dụ sáng chế 9.

Fig.2 thể hiện các hình ảnh SEM bề mặt của các phần dẫn thu được trong ví dụ so sánh 6, ví dụ sáng chế 13 và ví dụ sáng chế 9. Fig.2(a) là hình ảnh SEM bề mặt trong trường hợp ví dụ so sánh 6; Fig.2(b) là hình ảnh SEM bề mặt trong trường hợp ví dụ sáng chế 13; và Fig.2(c) là hình ảnh SEM bề mặt trong trường hợp ví dụ sáng chế 9.

Fig.3 là biểu đồ thể hiện các kết quả của sự tạo hợp kim trong các ví dụ so sánh từ 3 đến 7, ví dụ so sánh 9 và ví dụ so sánh 10.

Fig.4 là biểu đồ thể hiện các kết quả của sự tạo hợp kim trong ví dụ sáng chế 1, các ví dụ sáng chế từ 3 đến 5, ví dụ sáng chế 9, ví dụ sáng chế 14 và ví dụ sáng chế 15.

Fig.5 thể hiện các hình ảnh SEM bề mặt và các hình ảnh SEM bề mặt nứt gãy thu được trong ví dụ sáng chế 9 và ví dụ tham chiếu so sánh trong đó bạc kim loại được nấu chảy ở 1200°C trong môi trường khí trơ, đồng kim loại được đưa vào sau đó và bạc và đồng sau đó được trộn trong 30 phút và được tạo hợp kim. Fig.5(a) là hình ảnh SEM bề mặt trong trường hợp ví dụ sáng chế 9; Fig.5(b) là hình ảnh SEM bề mặt nứt gãy trong trường hợp ví dụ sáng chế 9; Fig.5(c) là hình ảnh SEM bề mặt trong trường hợp ví dụ tham chiếu so sánh; và Fig.5(d) là hình ảnh SEM bề mặt nứt gãy trong trường hợp ví dụ tham chiếu so sánh.

Fig.6 là biểu đồ thể hiện mối quan hệ giữa thời gian giữ và điện trở thu được đối với từng mẫu của ví dụ sáng chế 9, ví dụ sáng chế 10, ví dụ so sánh 1, ví dụ so sánh 5 và ví dụ so sánh 11, được giữ trong không khí ở 180°C.

Mô tả chi tiết sáng chế

1. Phương pháp tổng hợp hợp kim đồng-bạc

Phương pháp tổng hợp hợp kim đồng-bạc theo sáng chế bao gồm (1) bước chuẩn bị mực gồm việc trộn hạt muối đồng, dung môi gốc amin và hạt muối bạc, từ đó thu được mực đồng-bạc, (2) bước phủ gồm việc phủ thành phần cần được phủ bởi mực đồng-bạc, (3) bước tạo hạt nhân tinh thể gồm việc tạo thành ít nhất một trong số hạt nhân tinh thể của đồng có đường kính hạt tinh thể nhỏ hơn hoặc bằng 0,2 μm và hạt nhân tinh thể của bạc có đường kính hạt tinh thể nhỏ hơn hoặc bằng 0,2 μm từ mực đồng-bạc và (4) bước tổng hợp hạt nhân tinh thể gồm việc tổng hợp hạt nhân tinh thể của đồng và hạt nhân tinh thể của bạc. Từng bước được mô tả chi tiết dưới đây.

(1) Bước chuẩn bị mực gồm việc trộn hạt muối đồng, dung môi gốc amin và hạt muối bạc, từ đó thu được mực đồng-bạc

(1-1) Hạt muối đồng

Muối đồng được sử dụng trong phương pháp tổng hợp trong sáng chế gồm có các axit và các ion đồng. Axit không bị giới hạn cụ thể miễn là muối tan được trong dung môi gốc amin. Ví dụ, carboxylat đồng được mong muốn. Ví dụ về carboxylat đồng bao gồm các hạt format đồng mịn, các hạt hydroaxetat đồng mịn, các hạt

glyoxylat đồng mìn, các hạt lactat đồng mìn, các hạt oxalat đồng mìn, các hạt tatrát đồng mìn, các hạt malat đồng mìn và các hạt xitrat đồng mìn. Trong số đó, theo quan điểm chi phí thấp, các hạt format đồng được ưu tiên. Một trong số các muối đồng này có thể được sử dụng một mình, hoặc hai hoặc nhiều trong số các muối đồng này có thể được sử dụng kết hợp. Trong trường hợp sử dụng hai hoặc nhiều muối đồng kết hợp, các muối đồng này có thể được trộn theo tỷ lệ mong muốn bất kỳ.

Ion đồng có thể là các ion đồng bất kỳ có hóa trị một đến hóa trị ba.

Đường kính hạt cơ sở trung bình của các hạt muối đồng không bị giới hạn cụ thể, bởi vì các hạt muối đồng tan trong dung môi gốc amin.

Các hạt muối đồng được sử dụng trong sáng chế không bị giới hạn cụ thể và có thể là các hạt muối đồng có sẵn trên thị trường hoặc có thể được tổng hợp bằng phương pháp thông thường. Các phương pháp để sản xuất các hạt này cũng không bị giới hạn cụ thể.

(1-2) Dung môi gốc amin

Dung môi gốc amin được sử dụng trong phương pháp tổng hợp theo sáng chế không bị giới hạn cụ thể. Ví dụ, các amin béo, amin thơm và amin mạch vòng được ưu tiên từ các quan điểm rằng các hạt muối đồng và các hạt muối bạc được mô tả dưới đây dễ dàng tan trong các amin này và dung môi gốc amin có thể được loại bỏ dễ dàng trong quá trình tạo thành các phần dẫn.

Ví dụ về các amin béo bao gồm alkylamin, alkanoamin, alkylendiamin, amin mạch vòng và các hợp chất amidin. Được ưu tiên trong số đó là 2-ethylhexylamin. Ví dụ về các amin thơm bao gồm anilin, p-toluidin, 4-etylanilin, N-metylanilin, N-metyl-p-toluidin và N-metyl-4-etylanilin. Ví dụ về amin mạch vòng bao gồm pyrrolidin, pyrol, piperidin, pyridin, hexametylenimin, imidazon, pyrazon, piperazin, N-metylpiperazin, N-etylpiperazin và homopiperazin.

Trong chế phẩm mực dẫn điện theo sáng chế, dung môi gốc amin có thể là loại có trên thị trường hoặc có thể được tổng hợp bằng phương pháp thông thường.

(1-3) Hạt muối bạc

Muối bạc được sử dụng trong phương pháp tổng hợp theo sáng chế gồm có các axit và các ion bạc. Axit không bị giới hạn cụ thể miễn là muối tan được trong dung môi gốc amin. Ví dụ, axit carboxylic được mong muốn.

Theo quan điểm giảm nồng độ của vật liệu thô và các tạp chất bất kỳ còn lại trong quá trình tạo thành bạc kim loại, β -ketocarboxylat bạc được ưu tiên để làm carboxylat bạc.

Các ví dụ về bạc β -ketocarboxylat bao gồm bạc 2-methylaxetoaxetat, bạc axetoaxetat, bạc 2-ethylaxetoaxetat, bạc propionylaxetat, bạc isobutyrylaxetat, bạc pivaloylaxetat, bạc caproylaxetat, bạc 2-n-butylaxetoaxetat, bạc 2-benzylaxetoaxetat, bạc benzoylaxetat, bạc pivaloylaxetoaxetat, bạc rylaxetoaxetat, bạc 2-axetyl-pivaloylaxetat, bạc 2-axetyl-isobutyrylaxetat và bạc axetondicarboxylat.

Đường kính hạt cơ sở trung bình của các hạt muối bạc không bị giới hạn cụ thể, như đường kính hạt cơ sở trung bình của các hạt muối đồng, bởi vì các hạt muối bạc tan trong dung môi gốc amin.

Một loại hạt muối bạc có thể được sử dụng một mình, hoặc hai hoặc nhiều loại hạt muối bạc có thể được sử dụng kết hợp. Trong trường hợp sử dụng hai hoặc nhiều loại hạt muối bạc kết hợp, hai loại hạt có thể được trộn theo tỷ lệ mong muốn bất kỳ.

Các hạt muối bạc được sử dụng trong sáng chế không bị giới hạn cụ thể và có thể là các hạt muối đồng có trên thị trường hoặc có thể được tổng hợp bằng phương pháp thông thường. Các phương pháp để sản xuất các hạt này cũng không bị giới hạn cụ thể.

(1-4) Tỷ lệ trộn giữa hạt muối đồng, dung môi gốc amin và hạt muối bạc

Đối với tỷ lệ trộn giữa các hạt muối đồng và các hạt muối bạc, ưu tiên trộn hai loại hạt này để tạo ra tỷ lệ đồng/bạc nằm trong khoảng từ 5/95 đến 95/5 sau khi nung kết. Miễn là tỷ lệ trộn nằm trong phạm vi đó, thì có thể ngăn quá trình oxy hóa và chuyển vị và có thể ngăn quá trình oxy hóa và chuyển vị trong quá trình gia nhiệt. Tổng hàm lượng của các hạt muối đồng và các hạt muối bạc tốt hơn là nằm trong khoảng từ 5% đến 95% khối lượng trên tổng khối lượng của mực đồng-bạc. Hàm

lượng của dung môi gốc amin tốt hơn là nằm trong khoảng từ 5% đến 50% khối lượng trên tổng khối lượng của mực đồng-bạc.

(1-5) Môi trường phân tán

Mực đồng-bạc có thể còn chứa ít nhất một trong số các rượu chẳng hạn như metanol và etanol, các ete chẳng hạn như dietyl ete, các este chẳng hạn như metyl format, hydrocacbon béo chẳng hạn như n-hexan và hydrocacbon thơm chẳng hạn như benzen. Hàm lượng của môi trường phân tán như vậy tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0% đến 90% khối lượng trên tổng khối lượng mực đồng-bạc.

(1-6) Trộn để tạo ra mực đồng bạc

Các phương pháp trộn không bị giới hạn cụ thể. Phương pháp phù hợp có thể được lựa chọn từ các phương pháp thông thường chẳng hạn như phương pháp trộn bằng cách quay dụng cụ khuấy, bằng cánh khuấy hoặc dạng tương tự, phương pháp trộn sử dụng máy trộn, máy nghiền ba trục, máy nhào, máy nghiền hạt hoặc dạng tương tự và phương pháp trộn bằng sóng siêu âm.

Theo sáng chế, theo quan điểm ngăn phản ứng tráng gương của bạc, mong muốn tạo ra mực đồng-bạc bằng cách thêm một lượng muối đồng xác định vào dung môi gốc amin, trộn chúng, sau đó thêm một lượng muối bạc xác định và sau đó trộn chúng.

Nhiệt độ trong quá trình trộn không bị giới hạn cụ thể miễn là các thành phần không bị hỏng và nhiệt độ này tốt hơn là nằm trong khoảng từ -5°C đến 60°C . Điều mong muốn là nhiệt độ trong quá trình trộn được điều chỉnh phù hợp tùy thuộc vào loại và số lượng của các thành phần để hỗn hợp thu được bằng cách trộn các thành phần có độ nhớt phù hợp để khuấy.

Thời gian trộn không bị giới hạn cụ thể miễn là các thành phần cho mực đồng-bạc không bị hỏng. Thời gian trộn tốt hơn là từ 10 phút đến 1 giờ.

Độ nhớt của mực đồng-bạc thu được bằng cách trộn có thể là độ nhớt bất kỳ mà làm cho mực có thể in được và được điều chỉnh phù hợp tùy thuộc vào các phương pháp phủ.

(2) Bước phủ gồm việc phủ thành phần cần được phủ bởi mực đồng-bạc

Trong phương pháp tổng hợp theo sáng chế, các phương pháp để phủ vật liệu nền bằng mực đồng-bạc không bị giới hạn cụ thể và các phương pháp thông thường có thể được sử dụng. Các ví dụ về phương pháp phủ bao gồm in lụa, mạ nhúng, mạ phun, mạ quay, in phun mực và sử dụng với chất phân tán. Hình dạng của mực phủ không bị giới hạn cụ thể và hình dạng của mực phủ có thể là dạng mặt phẳng hoặc sắp xếp dấu chấm mà không gây bất kỳ vấn đề nào. Lượng mực đồng-bạc để phủ vật liệu nền có thể được điều chỉnh phù hợp tùy thuộc vào độ dày mong muốn của phần dẫn.

Trong phương pháp tổng hợp theo sáng chế, thành phần cần được phủ có thể là chất rắn, chất lỏng hoặc chất khí. Ví dụ về các thành phần này bao gồm các chất hữu cơ chẳng hạn như chất cản, nhựa và hàng may mặc, kim loại, gốm sứ, thủy tinh, đế, các nguyên tố bán dẫn, đá, gỗ và da và các ví dụ chính của chúng bao gồm các bề mặt và các lỗ xuyên qua của đế. Tuy nhiên, thành phần cần được phủ không bị giới hạn ở các ví dụ này.

(3) Bước gia nhiệt sơ bộ gồm việc tiến hành gia nhiệt sơ bộ ở nhiệt độ cao hơn hoặc bằng 25°C và thấp hơn 70°C trong thời gian từ 0 đến 10 phút sau bước phủ và trước bước tạo hạt nhân tinh thể.

Theo sáng chế, điều mong muốn là một số dung môi gốc amin và môi trường phân tán mà là thành phần của mực đồng-bạc sẽ được loại bỏ trước khi gia nhiệt. Vì vậy, bước gia nhiệt sơ bộ gồm việc gia nhiệt sơ bộ mực phủ ở nhiệt độ cao hơn hoặc bằng 25°C và thấp hơn 70°C trong thời gian từ 0 đến 10 phút có thể được tiến hành thêm sau bước phủ và trước bước tạo hạt nhân tinh thể. Bước gia nhiệt sơ bộ và quá trình gia nhiệt lần thứ nhất có thể được tiến hành lần lượt như trong các phương pháp thông thường. Trong trường hợp thiết bị gia nhiệt cho bước gia nhiệt sơ bộ khác với thiết bị gia nhiệt cho quá trình gia nhiệt lần thứ nhất trong bước tạo hạt nhân tinh thể được mô tả dưới đây, để có thể được làm nguội đến nhiệt độ phòng trước bước tạo hạt nhân tinh thể. Bước gia nhiệt sơ bộ có thể được tiến hành trong môi trường khí là môi trường không khí hoặc khí trơ, do nhiệt độ gia nhiệt thấp hơn 70°C. Trong bước gia nhiệt sơ bộ, không có hạt nhân tinh thể nào được tạo thành hoặc hạt nhân tinh thể

có thể được tạo thành với lượng nhỏ sao cho có thể kiểm soát hạt nhân tinh thể trong bước tạo hạt nhân tinh thể.

(4) Bước tạo các hạt nhân tinh thể gồm việc tạo thành ít nhất một trong số các hạt nhân tinh thể của đồng có đường kính hạt tinh thể nhỏ hơn hoặc bằng $0,2\ \mu\text{m}$ và các hạt nhân tinh thể của bạc có đường kính hạt tinh thể nhỏ hơn hoặc bằng $0,2\ \mu\text{m}$ từ mực đồng-bạc.

Việc sử dụng phương pháp tổng hợp theo sáng chế cho phép hạt nhân tinh thể mịn của bạc và đồng được tạo thành và làm cho sự khuếch tán và sự phát triển của đồng và bạc xảy ra từ hạt nhân tinh thể như là điểm khởi đầu để tạo thành hợp kim. Trong bước này, việc kiểm soát hạt nhân tinh thể là vô cùng quan trọng đối với sự tạo thành hợp kim. Trong trường hợp hạt nhân tinh thể được tạo thành với số lượng lớn không cần thiết, điều này dẫn đến sự mở rộng hạt nhân tinh thể tùy thuộc vào các điều kiện được sử dụng cho quá trình tạo thành. Trong khi đó, trong trường hợp sự tạo thành hạt nhân tinh thể là không đủ, sự tạo hợp kim là rất khó.

Vì vậy, miễn là hạt nhân tinh thể mịn chỉ được tạo thành với lượng cần thiết để tạo hợp kim, hợp kim đồng-bạc có thể được tổng hợp dễ dàng bằng bước tổng hợp hạt nhân tinh thể tiếp theo. Điều mong muốn là trong bước tạo hạt nhân tinh thể, hạt nhân tinh thể của đồng và hạt nhân tinh thể của bạc được tạo thành sao cho muối đồng và muối bạc trong mực đồng-bạc không bị sót lại.

Theo sáng chế, sự tạo thành của ít nhất là hạt nhân tinh thể của đồng hoặc hạt nhân tinh thể của bạc là đủ cho bước tạo hạt nhân tinh thể. Thậm chí nếu hạt nhân tinh thể của một trong số các kim loại này được tạo thành, hạt nhân tinh thể của kim loại còn lại có thể được tạo thành trong bước tổng hợp hạt nhân tinh thể được mô tả dưới đây, từ đó tạo thành hợp kim đồng-bạc. Tốt hơn nếu trong bước tạo hạt nhân tinh thể theo sáng chế, cả hạt nhân tinh thể của đồng và hạt nhân tinh thể của bạc đều được tạo thành.

Đường kính hạt của hạt nhân tinh thể phải nhỏ hơn hoặc bằng $0,2\ \mu\text{m}$ theo quan điểm về sự đồng nhất hóa hợp kim đồng-bạc. Do đường kính hạt của chúng nằm trong phạm vi đó, nên sự khuếch tán có thể dễ dàng xảy ra trong toàn bộ hạt nhân tinh thể để tổng hợp hợp kim trong bước tổng hợp hạt nhân tinh thể được mô tả dưới đây.

Ngoài ra, trong trường hợp có một lượng lớn hạt nhân tinh thể có đường kính hạt đó, các hạt nhân tinh thể này ngăn pha hợp kim đồng-bạc mở rộng thông qua sự khuếch tán lẫn nhau và sự phát triển, làm cho có thể tổng hợp hợp kim đồng-bạc mịn và đồng nhất. Đường kính hạt trung bình của hạt nhân tinh thể của đồng tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng $0,1\text{ }\mu\text{m}$ và đường kính hạt trung bình của hạt nhân tinh thể của bạc tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng $0,1\text{ }\mu\text{m}$. Mặc dù không có giới hạn dưới cụ thể đối với đường kính hạt trung bình, đường kính hạt trung bình của chúng tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 10nm . Trong trường hợp đường kính hạt trung bình của chúng nằm trong phạm vi đó, hạt nhân tinh thể có thể được ngăn không bị bay đi trong quá trình chiếu ánh sáng xung.

Theo sáng chế, đường kính hạt trung bình của hạt nhân tinh thể được xác định bằng cách chụp mười bức ảnh của các phần khác nhau của mẫu sử dụng kính hiển vi điện tử quét (SEM: Hitachi SU8020 FE-SEM), trích xuất một trăm đường kính hạt nhân tinh thể từ từng bức ảnh, đem tổng cộng 1000 đường kính hạt này đi phân tích hình ảnh để tính toán đường kính tròn tương đương của vùng nhô ra của mỗi hạt và tính toán trung bình số học của các giá trị đường kính này.

Theo quan điểm tạo thành hạt nhân tinh thể có đường kính hạt nhỏ hơn hoặc bằng $0,2\text{ }\mu\text{m}$, là giá trị cần thiết để tạo hợp kim, tốt hơn nếu quá trình gia nhiệt lần thứ nhất được thực hiện sao cho nhiệt độ gia nhiệt và thời gian gia nhiệt cho để được điều chỉnh để nằm trong khoảng dưới đây. Nhiệt độ gia nhiệt tốt hơn là nằm trong khoảng từ 70°C đến 300°C . Trong trường hợp nhiệt độ gia nhiệt thấp hơn 70°C , sự tạo thành hạt nhân tinh thể là không đủ để tạo hợp kim. Về giới hạn dưới của chúng, nhiệt độ gia nhiệt tốt hơn nếu cao hơn hoặc bằng 80°C . Trong khi đó, trong trường hợp nhiệt độ gia nhiệt vượt quá 300°C , hạt nhân tinh thể của đồng có thể oxy hóa, gây khó khăn cho việc thu được hợp kim đồng-bạc. Về giới hạn trên của chúng, nhiệt độ gia nhiệt tốt hơn nếu thấp hơn hoặc bằng 200°C , tốt hơn nữa nếu thấp hơn hoặc bằng 160°C , đặc biệt tốt hơn nếu thấp hơn hoặc bằng 140°C , tốt nhất nếu thấp hơn hoặc bằng 130°C .

Thời gian gia nhiệt trong quá trình gia nhiệt lần thứ nhất là từ 1 đến 300 phút theo quan điểm kiểm soát hạt nhân tinh thể. Trong trường hợp thời gian gia nhiệt ít

hơn 1 phút, sự tạo thành của hạt nhân tinh thể là không đủ để tạo hợp kim. Về giới hạn dưới của chúng, thời gian gia nhiệt tốt nhất là dài hơn hoặc bằng 2 phút, tốt hơn nếu dài hơn hoặc bằng 3 phút. Trong khi đó, trong trường hợp thời gian gia nhiệt vượt quá 300 phút, chi phí sản xuất tăng lên và có các trường hợp mà đồng oxy hóa để ngăn sự tạo hợp kim. Về giới hạn trên của chúng, thời gian gia nhiệt tốt nhất là ngắn hơn hoặc bằng 100 phút, tốt hơn nếu ngắn hơn hoặc bằng 30 phút, tốt hơn nữa nếu ngắn hơn hoặc bằng 10 phút, đặc biệt tốt hơn nếu ngắn hơn hoặc bằng 9 phút.

Môi trường khí cho quá trình gia nhiệt lần thứ nhất có thể là môi trường không khí hoặc khí trơ chẳng hạn như khí nitơ. Theo quan điểm ngăn quá trình oxy hóa của đồng, tốt hơn nếu thực hiện quá trình gia nhiệt trong môi trường khí trơ.

Trong trường hợp tiến hành quá trình gia nhiệt lần thứ nhất trong không khí, điều mong muốn là nhiệt độ gia nhiệt nằm trong khoảng từ 70°C đến 140°C và thời gian gia nhiệt từ 1 đến 10 phút, theo quan điểm ngăn quá trình oxy hóa của đồng để kiểm soát hạt nhân tinh thể. Trong trường hợp tiến hành quá trình gia nhiệt lần thứ nhất trong môi trường khí trơ chẳng hạn như khí nitơ, không cần tính đến sự oxy hóa của đồng và do đó, nhiệt độ gia nhiệt và thời gian gia nhiệt có thể là giá trị bất kỳ trong phạm vi được mô tả ở trên.

Các thiết bị gia nhiệt cho bước gia nhiệt thứ nhất không bị giới hạn cụ thể và thiết bị bất kỳ như trong các phương pháp thông thường, chẳng hạn như tấm nóng hoặc lò sấy, đều có thể được sử dụng. Mức đồng-bạc có thể được chiếu ánh sáng xung có mật độ năng lượng giảm.

(5) Bước làm nguội để làm nguội thành phần được phủ đến vùng nhiệt độ thấp hơn 60°C sau bước tạo hạt nhân tinh thể và trước bước tổng hợp hạt nhân tinh thể.

Theo sáng chế, tốt hơn nếu làm nguội để đến vùng nhiệt độ thấp hơn 60°C sau bước tạo hạt nhân tinh thể và trước bước tổng hợp hạt nhân tinh thể được mô tả dưới đây, để ngăn đồng không bị oxy hóa và ngăn hạt nhân tinh thể to được tạo thành. Bước làm nguội này cũng có thể áp dụng được trong trường hợp thiết bị gia nhiệt dùng cho quá trình gia nhiệt lần thứ nhất khác với thiết bị gia nhiệt dùng cho quá trình gia nhiệt lần thứ hai và mẫu đã đi qua bước tạo hạt nhân tinh thể cần được lấy ra tạm thời và chắc chắn dẫn đến bước làm nguội. Nhiệt độ làm nguội tốt hơn là thấp hơn

hoặc bằng 40°C và đặc biệt ưu tiên nếu làm nguội để đến nhiệt độ phòng, theo quan điểm đơn giản hóa quy trình sản xuất.

(6) Bước tổng hợp hạt nhân tinh thể gồm việc tổng hợp hạt nhân tinh thể của đồng và hạt nhân tinh thể của bạc.

Trong phương pháp tổng hợp theo sáng chế, miễn là hạt nhân tinh thể mong muốn được tạo thành trong bước tạo hạt nhân tinh thể, hạt nhân tinh thể khuếch tán và phát triển trong bước tổng hợp hạt nhân tinh thể và hợp kim đồng-bạc có thể được tổng hợp dễ dàng.

Trong bước tổng hợp hạt nhân tinh thể theo sáng chế, tốt hơn nếu tiến hành quá trình gia nhiệt thứ hai gồm việc chiếu ánh sáng xung có mật độ năng lượng nằm trong khoảng từ 0,5 J/cm² đến 5,0 J/cm² với thời gian chiếu xạ ngắn hơn hoặc bằng 1 giây vào hạt nhân tinh thể của đồng và hạt nhân tinh thể của bạc. Việc chiếu ánh sáng xung ở các điều kiện nằm trong khoảng nêu trên cho phép tổng hợp đồng và bạc ngay lập tức mà không cần phải xử lý để ngăn quá trình oxy hóa của đồng và không tính đến sự khác biệt về điện thế oxy hóa- khử, là trở ngại trong các phương pháp khử.

Miễn là thời gian chiếu ngắn hơn hoặc bằng 1 giây, sự tạo hợp kim sẽ được hoàn thành. Về giới hạn dưới, thời gian chiếu tốt nhất là dài hơn hoặc bằng 1 micro giây (μ s) theo các quan điểm để đạt được sự khuếch tán và sự phát triển vừa đủ và ngăn hạt nhân tinh thể không bị bay đi do mật độ năng lượng tăng cao. Thời gian chiếu xạ dài hơn hoặc bằng 1 micro giây (μ s) là thuận lợi ngay cả khi chỉ có hạt nhân tinh thể của đồng hoặc hạt nhân tinh thể của bạc được tạo thành trong bước tạo hạt nhân tinh thể, hạt nhân tinh thể của kim loại còn lại có thể được tạo thành đủ trong bước tổng hợp hạt nhân tinh thể. Theo quan điểm giảm chi phí sản xuất, về giới hạn trên, thời gian chiếu xạ tốt hơn là ngắn hơn hoặc bằng 0,1 giây.

Số lần chiếu là từ 1 đến 10, tốt hơn nếu từ 1 đến 5 và đặc biệt tốt hơn nếu là 1 theo các quan điểm về giảm chi phí và đơn giản hóa quy trình.

Môi trường khí để thực hiện quá trình gia nhiệt lần thứ hai không bị giới hạn cụ thể bởi vì sự tạo hợp kim có thể đạt được trong khoảng thời gian cực kỳ ngắn như

được mô tả ở trên. Theo quan điểm đơn giản hóa quy trình, môi trường khí để thực hiện quá trình gia nhiệt lần thứ hai tốt nhất là không khí.

Trong trường hợp mật độ năng lượng của ánh sáng xung là trong khoảng từ $0,5 \text{ J/cm}^2$ đến $5,0 \text{ J/cm}^2$, sự tạo hợp kim được hoàn thành. Trong trường hợp mật độ năng lượng quá thấp và thời gian chiếu quá ngắn, điều này có thể dẫn đến sự khuếch tán và sự phát triển không đủ. Về giới hạn dưới, mật độ năng lượng tốt nhất là cao hơn hoặc bằng $1,0 \text{ J/cm}^2$. Trong khi đó, về giới hạn trên, mật độ năng lượng tốt hơn là thấp hơn hoặc bằng $4,0 \text{ J/cm}^2$ từ các quan điểm để giảm chi phí sản xuất và ngăn hạt nhân tinh thể không bị bay đi.

Ánh sáng xung mong muốn được sử dụng theo sáng chế có bước sóng trong khoảng, ví dụ, từ 1 m đến 1 mm (tần số trong khoảng từ 300 MHz đến 300 GHz). Trong trường hợp số lần chiếu là 1, thời gian chiếu tương ứng với độ rộng xung.

(7) Hợp kim đồng-bạc

Hợp kim đồng-bạc thu được bằng phương pháp tổng hợp theo sáng chế bao gồm các hạt tinh thể bạc và đồng, có đường kính nhỏ đến mức không thể nhận ra ranh giới hạt trên ảnh SEM. Cụ thể, hợp kim đồng-bạc có đường kính hạt tinh thể nhỏ hơn hoặc bằng $0,1 \mu\text{m}$.

Theo sáng chế, góc ở đỉnh được xác định từ profin nhiễu xạ tia X và sự tạo hợp kim được đánh giá trên cơ sở (các) sự khác biệt giữa (các) góc ở đỉnh của đồng nguyên chất và/hoặc bạc nguyên chất. Trong hợp kim đồng-bạc thu được theo sáng chế, một đỉnh được gán cho đồng và một đỉnh được gán cho bạc được quan sát và do đó, cả pha bạc và pha đồng đều có mặt. Hợp kim đồng-bạc được tổng hợp trong sáng chế có khả năng chống oxy hóa tuyệt vời và có thể ngăn khỏi sự chuyển vị.

Cụ thể, yêu cầu liên quan đến (các) sự khác biệt giữa (các) góc ở đỉnh của đồng nguyên chất và/ hoặc bạc nguyên chất nghĩa là hợp kim là hợp kim đồng-bạc gồm có Cu và Ag và thỏa mãn yêu cầu về độ chênh lệch giữa góc ở đỉnh của mặt tinh thể (111) của Cu và góc ở đỉnh của mặt tinh thể (111) của Cu nguyên chất bằng ít nhất là 0,3% của góc ở đỉnh của mặt tinh thể (111) của đồng nguyên chất và/ hoặc yêu cầu về độ chênh lệch giữa góc ở đỉnh của mặt tinh thể (111) của Ag và góc ở đỉnh

của mặt tinh thể (111) của Ag nguyên chất bằng ít nhất là 0,1% góc ở đỉnh của mặt tinh thể (111) của Ag nguyên chất. Tốt nhất là, độ chênh lệch giữa góc ở đỉnh của mặt tinh thể (111) của Cu và góc ở đỉnh của mặt tinh thể (111) của Cu nguyên chất bằng ít nhất là 0,3% góc ở đỉnh của mặt tinh thể (111) của đồng nguyên chất và độ chênh lệch giữa góc ở đỉnh của mặt tinh thể (111) của Ag và góc ở đỉnh của mặt tinh thể (111) của Ag nguyên chất bằng ít nhất là 0,1% của góc ở đỉnh của mặt tinh thể (111) của Ag nguyên chất.

Trong trường hợp độ chênh lệch giữa góc ở đỉnh của mặt tinh thể (111) của Cu và góc ở đỉnh của mặt tinh thể (111) của Cu nguyên chất bằng ít nhất là 0,812% góc ở đỉnh của mặt tinh thể (111) của đồng nguyên chất và/ hoặc độ chênh lệch giữa góc ở đỉnh của mặt tinh thể (111) của Ag và góc ở đỉnh của mặt tinh thể (111) của Ag nguyên chất bằng ít nhất là 0,231% góc ở đỉnh của mặt tinh thể (111) của Ag nguyên chất, sau đó hợp kim này có khả năng chống oxy hóa tuyệt vời hơn và được ngăn khỏi sự chuyển vị tốt hơn.

2. Phương pháp tạo thành phần dẫn và phân dẫn

Bằng phương pháp tổng hợp của sáng chế, phân dẫn có thể được tạo thành trên đế. Ví dụ, thuật ngữ “phân dẫn” trong sáng chế có nghĩa là dây dẫn, phần kết nối để kết nối dây dẫn với thiết bị đầu cuối, hoặc dạng tương tự. Ví dụ, thuật ngữ này có nghĩa phân dẫn bất kỳ của tất cả các phân dẫn của thiết bị đeo được.

Phân dẫn thu được trong sáng chế bao gồm pha đồng và pha bạc và, mặc dù vậy, hai pha này ở trạng thái được phân tán mịn và đều. Phân dẫn thể hiện khả năng chống oxy hóa tuyệt vời và điện trở suất thấp.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Các ví dụ cụ thể trong sáng chế được cho ở bên dưới, nhưng sáng chế không bị giới hạn ở đó.

1. Tạo ra mực đồng-bạc

Đầu tiên, 2-ethylhexylamin (được sản xuất bởi Wako Pure Chemical Industries, Ltd.) được đưa vào cốc thí nghiệm. Tiếp theo, tetrahydrat format đồng (II) (được sản xuất bởi Wako Pure Chemical Industries, Ltd.; Loại No. LKJ3210; đường kính hạt

cơ sở trung bình: 20 μm) được thêm vào và các thành phần được trộn với nhau trong 30 phút sử dụng máy khuấy từ để hòa tan format đồng. Sau đó, bạc axetoaxetat được thêm vào và được trộn trong 30 phút, sử dụng máy khuấy từ để hòa tan bạc axetoaxetat, từ đó thu được mực đồng-bạc. Thành phần của format đồng, 2-ethylhexylamin, bạc axetoaxetat và etanol là như được thể hiện trong Bảng 1.

Trong ví dụ sáng chế 2, mực đồng-bạc thu được theo cách giống như được mô tả ở trên, ngoại trừ 2-amino-2-metyl-1-propanol (được sản xuất bởi Wako Pure Chemical Industries, Ltd.) được đưa vào cốc thí nghiệm.

2. Phủ đế

Các loại mực đồng-bạc được thể hiện trong Bảng 1 được in trên màng polyimide (độ dày: 25 μm) (được sản xuất bởi Du Pont-Toray Co., Ltd.; loại No. Kapton 100N) bằng cách in lụa để tạo thành mẫu hình vuông 2 cm $\times$ 2 cm.

3. Gia nhiệt sơ bộ

Tiếp theo, đế này được gia nhiệt sơ bộ trong cùng môi trường như quá trình gia nhiệt lần thứ nhất trong lò sấy với các điều kiện được thể hiện trong Bảng 1.

4. Gia nhiệt lần thứ nhất

Đế đã trải qua quá trình xử lý gia nhiệt sơ bộ, ở trạng thái được giữ trong lò sấy được sử dụng trong quá trình gia nhiệt sơ bộ, để gia nhiệt lần thứ nhất với các điều kiện được thể hiện trong Bảng 1. Tỷ lệ khối lượng Cu:Ag sau quá trình gia nhiệt được tính toán từ thành phần muối đồng và muối bạc có trong mực đồng-bạc.

5. Làm nguội

Đế được lấy ra khỏi lò sấy và được làm nguội đến nhiệt độ phòng.

6. Gia nhiệt lần hai

Đế đã được làm nguội được chiếu sóng xung 1, sóng xung 2, hoặc sóng xung 3 trong không khí được thể hiện dưới đây, sử dụng thiết bị Pulse Forge 3300, được sản xuất bởi Novacentrix.

- “Sóng xung 1”: thực hiện một lần chiếu với điều kiện điện áp là 300 V, độ rộng xung là 2100 μs và năng lượng xung là 3,357 J/cm²

- “Sóng xung 2”: thực hiện bốn lần chiếu với điều kiện điện áp là 240 V, độ rộng xung là 2100 μs và năng lượng xung là 1,751 J/cm², sau đó thực hiện chiếu một lần với điều kiện điện áp là 300 V, độ rộng xung là 2100 μs và năng lượng xung là 3,357 J/cm²

- “Sóng xung 3”: thực hiện chiếu một lần với điều kiện điện áp là 240 V, độ rộng xung là 2100 μs và năng lượng xung là 1,751 J/cm²

Do vậy, các mẫu dẫn điện được tạo thành đều có độ dày 25 μm .

7. Đánh giá

(1) Xác định thành phần hợp kim

Các mẫu đã tổng hợp đều được kiểm tra bằng XRD (phổ nhiễu xạ tia X: máy đo phổ nhiễu xạ tia X cong RINT RAPID II, được sản xuất bởi Rigaku Corp.; các điều kiện đo: quét liên tục với giá đỡ tiêu chuẩn; ống tia X, Cu (40 kV/30 mA); ống chuẩn trực, f 0,8 mm; ω , 20°; f, 1/giây; thời gian quét, 360 giây; khe nhận (RS), 0,15 mm). Ở đây, các góc ở đỉnh của mặt tinh thể (111) của Ag và các góc ở đỉnh của mặt tinh thể (111) của Cu được xác định. Trong trường hợp sự chênh lệch từ góc ở đỉnh của bạc nguyên chất bằng ít nhất 0,3% so với góc ở đỉnh của bạc nguyên chất và sự chênh lệch từ góc ở đỉnh của đồng nguyên chất bằng ít nhất 0,1% so với góc ở đỉnh của đồng nguyên chất, thì được coi là đồng và bạc đã được hợp kim hóa. Trường hợp sự tạo hợp kim đã đạt được được đánh dấu “○” và trường hợp sự tạo hợp kim không đạt được được đánh dấu “×”.

(2) Điện trở suất

Điện trở suất được đo bằng phương pháp bốn điểm sử dụng thiết bị đo Iozesta-GP MCP-T610, được sản xuất bởi Mitsubishi Chemical Corp. Bốn đầu dò được sử dụng trong phép đo là đầu dò ESP (MCP-TP08P, No. 014052B).

Các kết quả được thể hiện trong Bảng 1.

Bảng 1

	Mức đồng-bạc				Quá trình gia nhiệt sơ bộ	
	Lượng muối đồng (g)	Lượng dung môi gốc amin (g)	Lượng muối bạc (g)	Lượng etanol (g)	Nhiệt độ (°C)	Thời gian (phút)
Ví dụ sáng chế 1	2,79	3,47	0,47		25	5
Ví dụ sáng chế 2	2,79	3,47	0,47		25	5
Ví dụ sáng chế 3	2,79	3,47	0,47		25	5
Ví dụ sáng chế 4	2,79	3,47	0,47		25	5
Ví dụ sáng chế 5	2,79	3,47	0,47		25	5
Ví dụ sáng chế 6	9,32	11,2	0,47		25	5
Ví dụ sáng chế 7	7,45	9,09	0,47		25	5
Ví dụ sáng chế 8	3,72	4,82	0,47		25	5
Ví dụ sáng chế 9	2,79	3,74	0,47		25	5
Ví dụ sáng chế 10	0,47	1,07	0,47		25	5
Ví dụ sáng chế 11	0,47	2,07	1,85		25	5
Ví dụ sáng chế 12	2,79	3,74	0,47		25	5
Ví dụ sáng chế 13	2,79	3,47	0,47		25	5
Ví dụ sáng chế 14	2,79	3,74	0,47		25	5
Ví dụ sáng chế 15	2,79	3,74	0,47		25	5
Ví dụ sáng chế 16	2,79	3,74	0,47	0,5	25	5
Ví dụ so sánh 1	2,79	3,74	—		25	5
Ví dụ so sánh 2	—	3,74	0,47		25	5
Ví dụ so sánh 3	2,79	3,74	0,47		25	5
Ví dụ so sánh 4	2,79	3,74	0,47		25	5
Ví dụ so sánh 5	2,79	3,74	0,47		25	5
Ví dụ so sánh 6	2,79	3,74	0,47		25	5
Ví dụ so sánh 7	2,79	3,74	0,47		25	5
Ví dụ so sánh 8	2,79	3,74	0,47		25	5
Ví dụ so sánh 9	2,79	3,74	0,47		25	5
Ví dụ so sánh 10	2,79	3,74	0,47		25	5
Ví dụ so sánh 11	2,79	3,74	0,47		25	5

Bảng 1 (tiếp tục)

	Gia nhiệt lần thứ nhất			Quá trình làm nguội	Gia nhiệt lần thứ hai		Cu:Ag (tỷ lệ khối lượng) sau khi gia nhiệt	Đánh giá	
	Nhiệt độ (°C)	Thời gian (phút)	Môi trường		phương pháp chiếu	thứ hai		Tạo hợp kim	Điện trở suất ($\mu\Omega\text{cm}$)
Ví dụ sáng chế 1	80	10	N ₂	Nhiệt độ phòng	Sóng xung 1		78:22	○	3,7
Ví dụ sáng chế 2	80	10	N ₂	Nhiệt độ phòng	Sóng xung 1		78:22	○	4,8
Ví dụ sáng chế 3	140	5	N ₂	Nhiệt độ phòng	Sóng xung 1		78:22	○	3,5
Ví dụ sáng chế 4	140	30	N ₂	Nhiệt độ phòng	Sóng xung 1		78:22	○	3,9
Ví dụ sáng chế 5	140	100	N ₂	Nhiệt độ phòng	Sóng xung 1		78:22	○	3,5
Ví dụ sáng chế 6	140	10	N ₂	Nhiệt độ phòng	Sóng xung 1		92:8	○	4,5
Ví dụ sáng chế 7	140	10	N ₂	Nhiệt độ phòng	Sóng xung 1		90:10	○	4,3
Ví dụ sáng chế 8	140	10	N ₂	Nhiệt độ phòng	Sóng xung 1		82:18	○	4
Ví dụ sáng chế 9	140	10	N ₂	Nhiệt độ phòng	Sóng xung 1		78:22	○	3,5
Ví dụ sáng chế 10	140	10	N ₂	Nhiệt độ phòng	Sóng xung 1		37:63	○	3,5
Ví dụ sáng chế 11	140	10	N ₂	Nhiệt độ phòng	Sóng xung 1		13:87	○	8
Ví dụ sáng chế 12	140	10	Không khí	Nhiệt độ phòng	Sóng xung 2		78:22	○	5,3
Ví dụ sáng chế 13	140	5	N ₂	Nhiệt độ phòng	Sóng xung 3		78:22	○	6,3
Ví dụ sáng chế 14	300	5	N ₂	Nhiệt độ phòng	Sóng xung 1		78:22	○	3,6
Ví dụ sáng chế 15	300	30	N ₂	Nhiệt độ phòng	Sóng xung 1		78:22	○	3,7
Ví dụ sáng chế 16	140	5	N ₂	Nhiệt độ phòng	Sóng xung 1		78:22	○	3,6
Ví dụ so sánh 1	140	5	N ₂	Nhiệt độ phòng	Sóng xung 1		100:0	—	57
Ví dụ so sánh 2	140	5	N ₂	Nhiệt độ phòng	Sóng xung 1		0:100	—	18
Ví dụ so sánh 3	70	5	N ₂	Nhiệt độ phòng	=		78:22	×	×
Ví dụ so sánh 4	70	30	N ₂	Nhiệt độ phòng	=		78:22	×	×
Ví dụ so sánh 5	140	5	N ₂	Nhiệt độ phòng	=		78:22	×	43
Ví dụ so sánh 6	140	10	N ₂	Nhiệt độ phòng	=		78:22	×	38
Ví dụ so sánh 7	140	30	N ₂	Nhiệt độ phòng	=		78:22	×	32
Ví dụ so sánh 8	140	10	Không khí	Nhiệt độ phòng	=		78:22	×	×
Ví dụ so sánh 9	300	5	N ₂	Nhiệt độ phòng	=		78:22	×	27
Ví dụ so sánh 10	300	30	N ₂	Nhiệt độ phòng	=		78:22	×	24
Ví dụ so sánh 11	=	=	=	=	Sóng xung 1		78:22	×	×

Rõ ràng từ các kết quả trong Bảng 1, hợp kim đồng-bạc trong đó hạt nhân tinh thể của đồng và hạt nhân tinh thể bạc đã được tạo hợp kim với nhau đã thu được trong các ví dụ sáng chế. Các hợp kim đồng-bạc này đều thể hiện điện trở suất thấp. Theo ví dụ sáng chế 12, quá trình gia nhiệt lần thứ nhất được thực hiện trong không khí và, mặc dù vậy, hợp kim đồng-bạc vẫn thu được và hợp kim này đã cho thấy điện trở suất thấp. Các hợp kim thu được trong các ví dụ sáng chế đã được xác nhận đều có đường kính hạt trung bình của các hạt nhân tinh thể nhỏ hơn hoặc bằng 0,2 μm , như được mô tả dưới đây. Ngoài ra, các mẫu dẫn điện được cấu thành từ các hợp kim đồng-bạc của các ví dụ sáng chế đều thể hiện khả năng chống oxy hóa tuyệt vời.

Trong khi đó, trong ví dụ so sánh 1 và ví dụ so sánh 2, vật liệu thô để tổng hợp hợp kim đồng-bạc không được hợp nhất.

Trong các ví dụ so sánh từ 3 đến 10, hợp kim đồng-bạc không thu được vì quá trình gia nhiệt lần thứ hai bị bỏ qua. Trong số các ví dụ so sánh 3 và 4, mẫu dẫn điện không được tạo thành vì nhiệt độ gia nhiệt trong quá trình gia nhiệt lần thứ nhất thấp và các thành phần hữu cơ không bị phân hủy và không thể đo được điện trở suất. Các ví dụ so sánh từ 5 đến 7, 9 và 10 đưa ra các mẫu dẫn điện trong đó hạt nhân tinh thể ở trạng thái tiếp xúc vật lý với nhau và cho thấy điện trở suất cao, vì quá trình gia nhiệt lần thứ hai bị bỏ qua mặc dù nhiệt độ gia nhiệt trong quá trình gia nhiệt lần thứ nhất cao và các thành phần hữu cơ đã được phân hủy đủ.

Trong ví dụ so sánh 8, quá trình gia nhiệt lần thứ nhất chỉ được thực hiện trong không khí và do đó, mẫu dẫn điện không được tạo thành do quá trình oxy hóa của đồng. Không thể đo được điện trở suất.

Trong ví dụ so sánh 11, quá trình gia nhiệt lần thứ nhất bị bỏ qua và chỉ tiến hành quá trình gia nhiệt lần thứ hai. Bởi vì điều này, mực đồng-bạc bị lùi lên, làm cho không thể duy trì mẫu được in và hợp kim đồng-bạc không được tổng hợp. Do đó, việc đo điện trở suất rất khó.

Giải thích thêm được nêu chi tiết trên cơ sở kết quả được đưa ra trong Bảng 1.

Fig.1 là biểu đồ thể hiện các kết quả của thí nghiệm nhiễu xạ tia X (X-ray diffractometry, XRD) thu được trong ví dụ so sánh 1, ví dụ so sánh 2, ví dụ so sánh 6, ví dụ sáng chế 13 và ví dụ sáng chế 9. Trên Fig.1, “Cu nguyên chất” chỉ ra trường hợp của ví dụ so sánh 1, “Ag nguyên chất” chỉ ra trường hợp của ví dụ so sánh 2, “140°C–10 phút” chỉ ra trường hợp của ví dụ so sánh 6, “Gia nhiệt lần thứ nhất + ánh sáng xung ($1,751 \text{ mJ/cm}^2$)” chỉ ra trường hợp của ví dụ sáng chế 13 và “Gia nhiệt lần thứ nhất + ánh sáng xung ($3,357 \text{ mJ/cm}^2$)” chỉ ra trường hợp của ví dụ sáng chế 9.

Các ví dụ sau trở nên rõ ràng từ Fig.1. Trong ví dụ sáng chế 13 và ví dụ sáng chế 9, các đỉnh của mặt tinh thể Ag (111) được tìm thấy đã chuyển dịch về phía góc lớn hơn từ $38,16^\circ$ đối với Ag nguyên chất. Sự chênh lệch của góc ở đỉnh của mặt tinh thể (111) của Ag là $(|38,3-38,16| \div 38,16) \times 100 \approx 0,366\%$ và được tìm thấy sẽ trong khoảng từ 0,3% trở lên. Đỉnh của mặt tinh thể Cu (111) được tìm thấy đã chuyển dịch từ $43,34^\circ$ sang phía góc nhỏ hơn. Sự chênh lệch của góc ở đỉnh của mặt tinh thể (111) của Cu là $(|43,29-43,34| \div 43,34) \times 100 \approx 0,115\%$ và được tìm thấy sẽ từ 0,1% trở lên. Do đó, rõ ràng là hợp kim đồng-bạc đã được tạo thành trong các ví dụ sáng chế.

Cụ thể là, trong ví dụ sáng chế 9, sự chênh lệch của góc ở đỉnh của mặt tinh thể (111) của Ag được tìm thấy sẽ là $(|38,47-38,16| \div 38,16) \times 100 \approx 0,812\%$. Sự chênh lệch của góc ở đỉnh của mặt tinh thể (111) của Cu là $(|43,24-43,34| \div 43,34) \times 100 \approx 0,231\%$, thể hiện rằng góc ở đỉnh đã chuyển dịch đáng kể.

Trong khi đó, trong ví dụ so sánh 6, các góc ở đỉnh của mặt tinh thể Ag (111) và Cu (111) tương ứng giống như đối với Ag nguyên chất và Cu nguyên chất, thể hiện rằng bạc và đồng không được hợp kim hóa. Điều này là do quá trình gia nhiệt lần thứ hai bị bỏ qua trong ví dụ so sánh 6.

Các ví dụ sáng chế và ví dụ so sánh khác đã được kiểm tra tương tự để tạo hợp kim và đã thu được các kết quả như được trình bày ở trên.

Tiếp theo, các trạng thái bề mặt tương ứng trong trường hợp ví dụ so sánh 6, trong trường hợp ví dụ sáng chế 13 và trong trường hợp ví dụ sáng chế 9 được kiểm

tra. Fig.2 thể hiện các hình ảnh SEM bề mặt của các phần dẫn thu được trong ví dụ so sánh 6, ví dụ sáng chế 13 và ví dụ sáng chế 9. Fig.2(a) là hình ảnh SEM bề mặt trong trường hợp ví dụ so sánh 6; Fig.2(b) là hình ảnh SEM bề mặt trong trường hợp ví dụ sáng chế 13; và Fig.2(c) là hình ảnh SEM bề mặt trong trường hợp ví dụ sáng chế 9.

Rõ ràng từ Fig.2, có thể xác định rằng hạt nhân tinh thể trong ví dụ sáng chế 13 và ví dụ sáng chế 9 đã được khuếch tán và phát triển. Nhận thấy rằng, trong ví dụ so sánh 6, các hạt nhân tinh thể của đồng và các hạt nhân tinh thể bạc có mặt như nhân riêng biệt và sự khuếch tán, sự phát triển không được xác định. Do vậy, đồng và bạc trong ví dụ so sánh 6 được tìm thấy chưa được tạo thành hợp kim. Đường kính hạt trung bình của hạt nhân tinh thể trong các ví dụ sáng chế về cơ bản giống như trong ví dụ so sánh 6, trong đó quá trình gia nhiệt lần thứ hai bị bỏ qua và đường kính hạt trung bình của các hạt nhân tinh thể của đồng và hạt nhân tinh thể bạc tương ứng nhỏ hơn hoặc bằng $0,2\ \mu\text{m}$. Đường kính hạt trung bình của hạt nhân tinh thể được xác định bằng cách chụp mười ảnh của các phần khác nhau của mẫu, trích xuất một trăm đường kính hạt nhân tinh thể từ từng bức ảnh, đem tổng cộng 1000 đường kính hạt này đi phân tích hình ảnh, để tính toán đường kính tròn tương đương của vùng nhô ra của mỗi hạt và tính toán trung bình số học của các giá trị đường kính này.

Tiếp theo, các kết quả thu được trong các ví dụ so sánh trong đó chỉ thực hiện quá trình gia nhiệt lần thứ nhất và các kết quả thu được trong các ví dụ sáng chế trong đó cả quá trình gia nhiệt lần thứ nhất và quá trình gia nhiệt lần thứ hai đều được thực hiện được giải thích bằng tham chiếu đến các hình vẽ để thể hiện rõ hơn mối quan hệ giữa sự có mặt và không có mặt của quá trình gia nhiệt lần thứ hai và sự tạo hợp kim.

Fig.3 là biểu đồ thể hiện các kết quả của sự tạo hợp kim trong các ví dụ so sánh từ 3 đến 7, ví dụ so sánh 9 và ví dụ so sánh 10. Fig.4 là biểu đồ thể hiện các kết quả của sự tạo hợp kim trong ví dụ sáng chế 1, các ví dụ sáng chế từ 3 đến 5, ví dụ sáng chế 9, ví dụ sáng chế 14 và ví dụ sáng chế 15. Rõ ràng từ Fig.3, hợp kim đồng-bạc không thu được trong các ví dụ so sánh không quan tâm đến nhiệt độ hoặc thời gian gia nhiệt trong quá trình gia nhiệt lần thứ nhất. Do vậy, nhận thấy rằng sự tạo

thành đơn thuần của hạt nhân tinh thể không dẫn đến sự tạo thành hợp kim. Trong khi đó, rõ ràng từ Fig.4, các hợp kim đồng-bạc thu được trong các ví dụ sáng chế không quan tâm đến các điều kiện gia nhiệt của quá trình gia nhiệt lần thứ nhất, bởi vì mực phủ đồng-bạc đã trải qua cả quá trình gia nhiệt lần thứ nhất và quá trình gia nhiệt lần thứ hai.

Fig.5 thể hiện các hình ảnh SEM bề mặt và các hình ảnh SEM bề mặt nứt gãy thu được trong ví dụ sáng chế 9 và ví dụ tham chiếu so sánh trong đó bạc kim loại được nấu chảy ở 1200°C trong môi trường khí trơ, đồng kim loại được đưa vào sau đó và bạc và đồng sau đó được trộn trong 30 phút và được tạo thành hợp kim. Fig.5(a) là hình ảnh SEM bề mặt trong ví dụ sáng chế 9; Fig.5(b) là hình ảnh SEM bề mặt nứt gãy trong ví dụ sáng chế 9; Fig.5(c) là hình ảnh SEM bề mặt trong ví dụ tham chiếu so sánh; và Fig.5(d) là hình ảnh SEM bề mặt đứt gãy trong ví dụ tham chiếu so sánh.

Rõ ràng từ Fig.5, nhận thấy rằng trong ví dụ sáng chế 9, hợp kim đồng-bạc có các hạt tinh thể quá mịn để có thể quan sát được trên ảnh SEM có thang đo 0,1 μm đã được tạo thành. Trong khi đó, nhận thấy rằng trong ví dụ tham chiếu so sánh, hợp kim đồng-bạc đã thu được nhưng pha đồng và pha bạc có đường kính hạt lớn và sự tạo hợp kim không đạt được bằng sự khuếch tán và sự phát triển của hạt nhân tinh thể.

Tiếp theo, một số mẫu dẫn điện đã được sản xuất được đánh giá khả năng chống oxy hóa. Fig.6 là biểu đồ thể hiện mối quan hệ giữa thời gian giữ và điện trở thu được cho các mẫu của ví dụ sáng chế 9, ví dụ sáng chế 10, ví dụ so sánh 1, ví dụ so sánh 5 và ví dụ so sánh 11, được giữ trong không khí ở 180°C. Rõ ràng từ Fig.6, các mẫu của các ví dụ sáng chế 9 và 10 ít có khả năng oxy hóa và được ngăn không bị tăng điện trở, bởi vì các mẫu này là hợp kim đồng-bạc. Trong khi đó, các mẫu của các ví dụ so sánh đều phát hiện có khả năng chống oxy hóa.

Như được mô tả ở trên, phương pháp tổng hợp của sáng chế có thể dễ dàng từ phần dẫn có khả năng chống oxy hóa tuyệt vời, ở nhiệt độ thấp trong khoảng thời gian ngắn, như được so sánh với các phương pháp thông thường. Do đó, sáng chế

có thể được áp dụng cho các thiết bị mà việc tạo thành dây dẫn tốt là cần thiết, chẳng hạn như, cụ thể là các thiết bị đeo được.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp tổng hợp hợp kim đồng-bạc, phương pháp này bao gồm các bước:

bước chuẩn bị mực bao gồm việc trộn hạt muối đồng, dung môi gốc amin và hạt muối bạc, từ đó thu được mực đồng-bạc;

bước phủ bao gồm việc phủ thành phần cần được phủ bởi mực đồng-bạc;

bước tạo hạt nhân tinh thể bao gồm việc tạo thành ít nhất một trong số hạt nhân tinh thể của đồng có đường kính hạt tinh thể nhỏ hơn hoặc bằng $0,2\ \mu\text{m}$ và hạt nhân tinh thể của bạc có đường kính hạt tinh thể nhỏ hơn hoặc bằng $0,2\ \mu\text{m}$ từ mực đồng-bạc; và

bước tổng hợp hạt nhân tinh thể bao gồm việc tổng hợp hạt nhân tinh thể của đồng và hạt nhân tinh thể của bạc.

2. Phương pháp tổng hợp hợp kim đồng-bạc theo điểm 1, trong đó trong bước tạo hạt nhân tinh thể, quá trình gia nhiệt lần thứ nhất bao gồm việc gia nhiệt thành phần đã được phủ bằng mực đồng-bạc ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 70°C đến 300°C trong khoảng từ 1 đến 300 phút được thực hiện.

3. Phương pháp tổng hợp hợp kim đồng-bạc theo điểm 1 hoặc 2, trong đó trong bước tổng hợp hạt nhân tinh thể, quá trình gia nhiệt lần thứ hai bằng cách chiếu ánh sáng xung có mật độ năng lượng trong khoảng từ $0,5\ \text{J}/\text{cm}^2$ đến $5,0\ \text{J}/\text{cm}^2$ trong thời gian chiếu ngắn hơn hoặc bằng 1 giây vào các hạt nhân tinh thể của đồng và các hạt nhân tinh thể của bạc được thực hiện.

4. Phương pháp tổng hợp hợp kim đồng-bạc theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó sau bước tạo hạt nhân tinh thể và trước bước tổng hợp hạt nhân tinh thể, thành phần được phủ được làm nguội đến vùng nhiệt độ thấp hơn 60°C .

5. Phương pháp tổng hợp hợp kim đồng-bạc theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó mực đồng-bạc còn chứa môi trường phân tán.

6. Phương pháp tổng hợp hợp kim đồng-bạc theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, trong đó phương pháp này bao gồm bước gia nhiệt sơ bộ bằng cách tiến

hành gia nhiệt sơ bộ ở khoảng nhiệt độ từ 25°C đến 70°C trong khoảng từ 0 đến 10 phút, sau bước phủ và trước bước tạo hạt nhân tinh thể.

7. Phương pháp tạo thành phần dẫn, phương pháp này bao gồm phương pháp để tổng hợp hợp kim đồng-bạc theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6.

8. Hợp kim đồng-bạc bao gồm Cu và Ag,

có đường kính hạt tinh thể nhỏ hơn hoặc bằng 0,1 μm , và

thỏa mãn ít nhất một trong số yêu cầu là độ chênh lệch giữa góc ở đỉnh của mặt tinh thể (111) của Cu và góc ở đỉnh của mặt tinh thể (111) của Cu nguyên chất bằng ít nhất là 0,3% của góc ở đỉnh của mặt tinh thể (111) của Cu nguyên chất và yêu cầu là độ chênh lệch giữa góc ở đỉnh của mặt tinh thể (111) của Ag và góc ở đỉnh của mặt tinh thể (111) của Ag nguyên chất bằng ít nhất là 0,1% của góc ở đỉnh của mặt tinh thể (111) của Ag nguyên chất.

9. Hợp kim đồng-bạc theo điểm 8, trong đó hợp kim này thỏa mãn yêu cầu là độ chênh lệch giữa góc ở đỉnh của mặt tinh thể (111) của Cu và góc ở đỉnh của mặt tinh thể (111) của Cu nguyên chất ít nhất là 0,3% của góc ở đỉnh của mặt tinh thể (111) của Cu nguyên chất và yêu cầu là độ chênh lệch giữa góc ở đỉnh của mặt tinh thể (111) của Ag và góc ở đỉnh của mặt tinh thể (111) của Ag nguyên chất ít nhất là 0,1% của góc ở đỉnh của mặt tinh thể (111) của Ag nguyên chất.

10. Phần dẫn bao gồm hợp kim đồng-bạc theo điểm 8 hoặc điểm 9.

Fig. 1

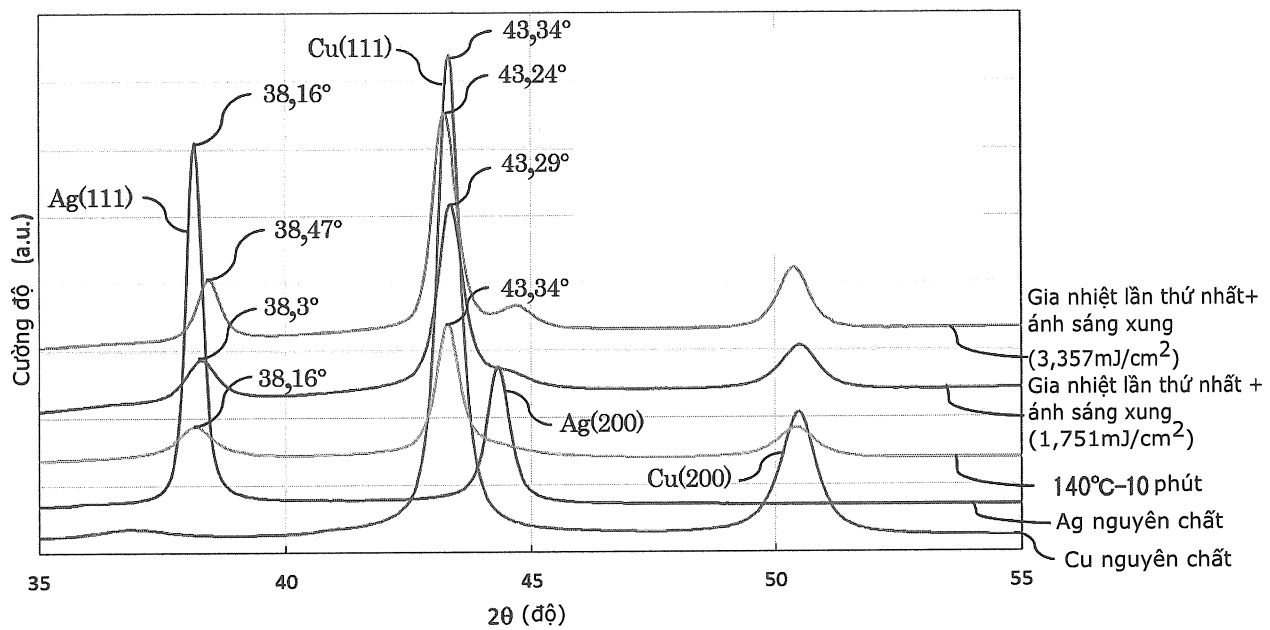


Fig. 2

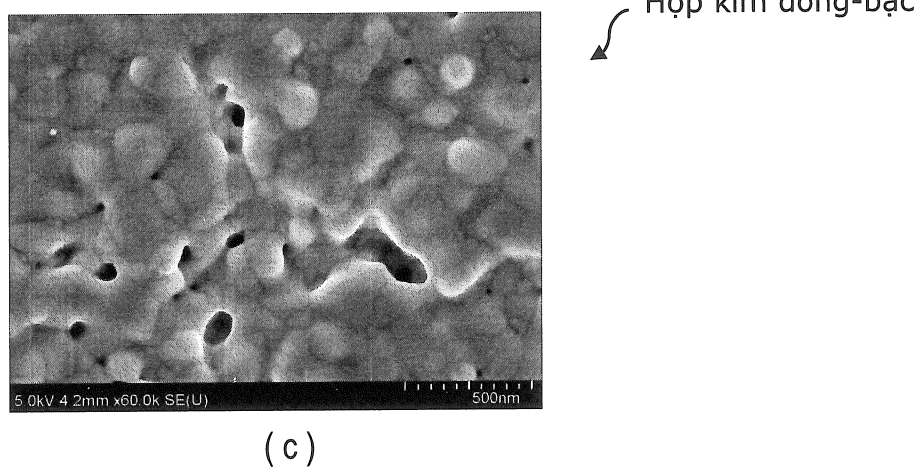
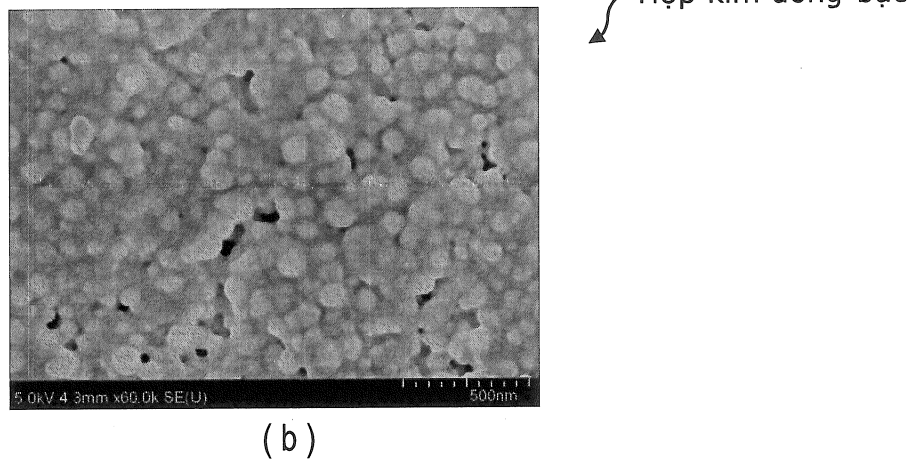
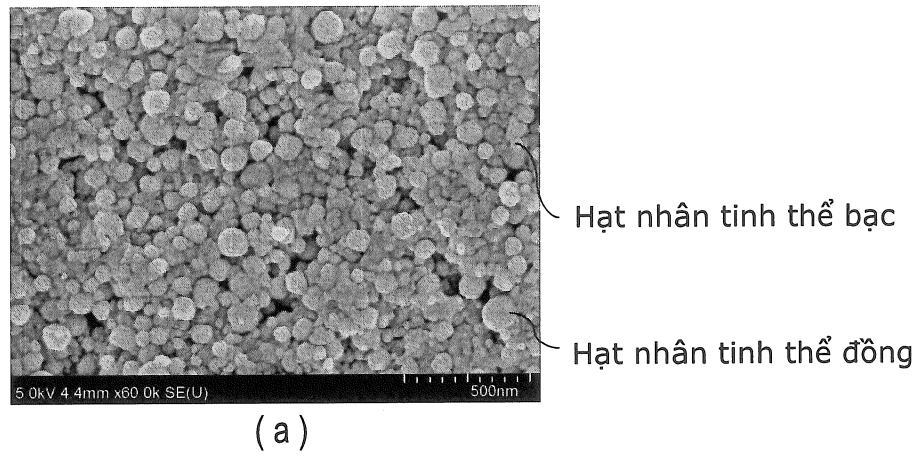


Fig. 3

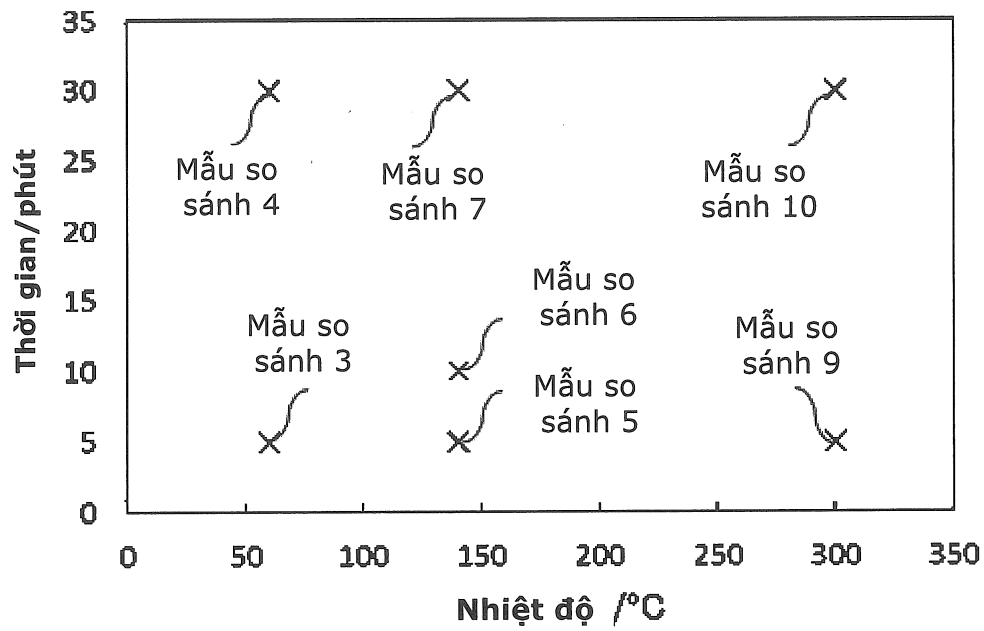


Fig. 4

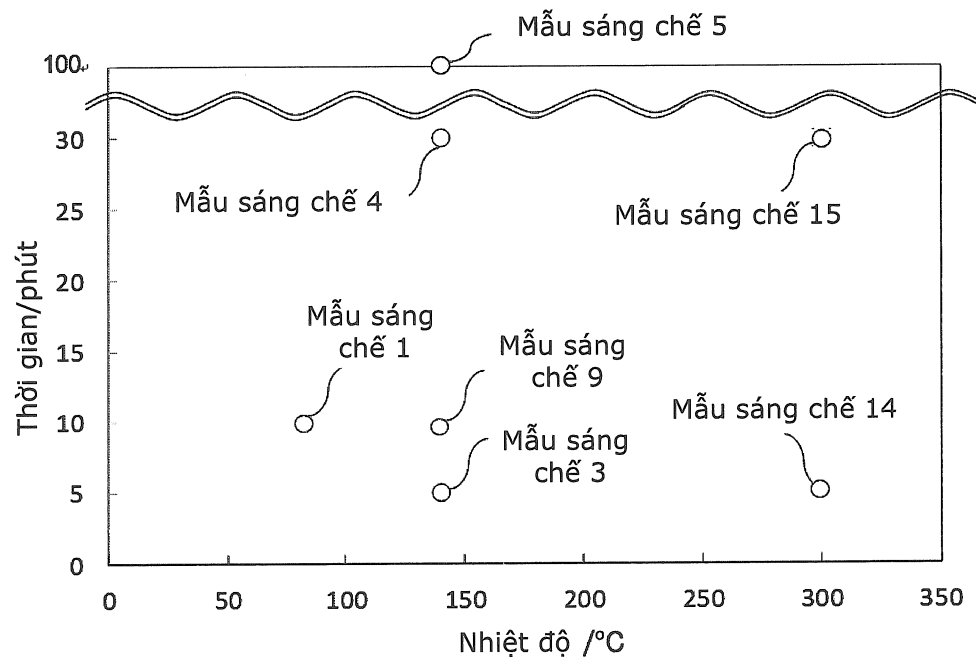


Fig. 5

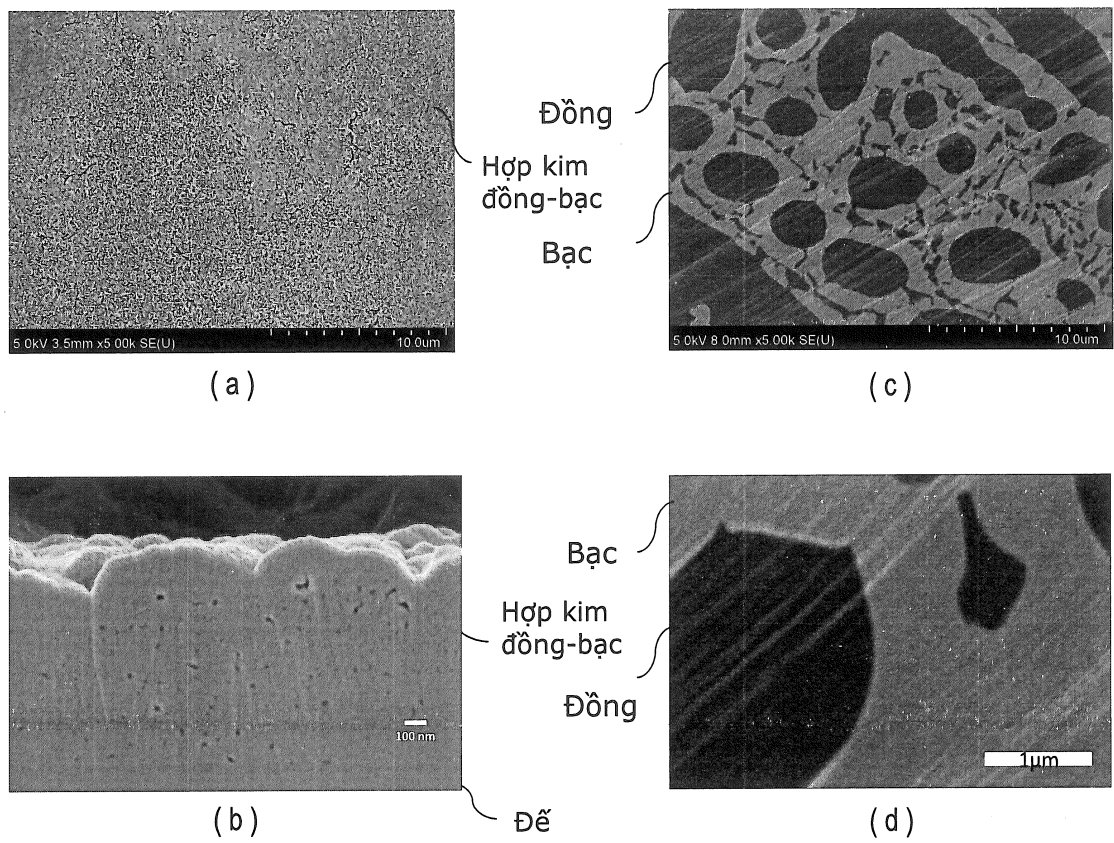


Fig. 6

