



电极银浆用微纳米银粉的制备与性能研究

黎应芬[✉], 童子文, 陈 雷, 朱义祥

贵州理工学院材料与能源工程学院, 贵阳 550003

[✉]通信作者, E-mail: lyf350857423@163.com

摘 要 以硝酸银为前驱体, 抗坏血酸为还原剂, 单宁为分散剂, 采用液相化学还原法制备了微纳米超细银颗粒。通过 X 射线衍射仪、扫描电子显微镜、激光粒度分析仪、振实密度仪及太阳能性能测试仪等设备研究了反应物浓度、分散剂剂量、pH 值等工艺参数对银颗粒形貌、平均粒径及振实密度的影响。结果表明, 当硝酸银浓度为 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$, 抗坏血酸浓度为 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$, 单宁浓度为 $0.01 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$, pH 值为 1, 反应温度为 25°C 时, 能够获得分散性良好的球状银颗粒; 将平均粒径为 $1.16 \mu\text{m}$ 和 $0.66 \mu\text{m}$ 的两种银粉按照一定质量比进行混合, 制备得到的混合银粉最高振实密度可达到 $6.1 \text{ g} \cdot \text{mL}^{-1}$; 通过研究基于不同振实密度银粉的银电极表面形貌和电池性能, 可以得出基于振实密度 $6.1 \text{ g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 混合银粉所制的银电极相对密度最好, 太阳能电池的光电转换效率最高, 达到 17.16%。

关键词 银颗粒; 微纳米尺寸; 振实密度; 电极; 化学还原法

分类号 TG142.7

Preparation and performance of silver micro-nanoparticles for electrode silver paste

LI Ying-fen[✉], TONG Zi-wen, CHEN Lei, ZHU Yi-xiang

School of Materials and Energy Engineering, Guizhou Institute of Technology, Guiyang 550003, China

[✉]Corresponding author, E-mail: lyf350857423@163.com

ABSTRACT The silver particles in micro-nanometer size were prepared by solution chemical reduction method using AgNO_3 as the precursor, $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$ as the reducing agent, and tannin as the dispersant. The effects of reactant concentration, dispersant dosage, and pH value on the morphology, average particle size, and tap density of the silver powders were studied by X-ray diffractometer, scanning electron microscope, laser particle size analyzer, tapping apparatus, and solar energy performance tester. The results show that, the well-dispersed silver powders with spherical shape are synthesized under the optimal conditions as the pH value of 1, the AgNO_3 concentration of $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$, the $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$ concentration of $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$, the tannin concentration of $0.01 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$, and the reaction temperature of 25°C . The silver powders with the maximum tap density of $6.1 \text{ g} \cdot \text{mL}^{-1}$ can be obtained by mixing the silver powders in an average particle size of $1.16 \mu\text{m}$ and $0.66 \mu\text{m}$. According to the surface morphology and battery performance of silver electrode, the

收稿日期: 2019-03-15

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(51802050); 贵州省教育厅青年科技人才成长项目(黔教合 KY 字[2017]223); 贵州省科技计划资助项目(黔科合平台人才[2017]5789-04); 贵州理工学院大学生创新创业训练计划资助项目(0417181, 201814440085)

DOI: 10.19591/j.cnki.cn11-1974/tf.2019030009; <http://journals.ustb.edu.cn>

silver electrode based on the mixed silver powders in the tap density of $6.1 \text{ g}\cdot\text{mL}^{-1}$ shows the best relative density, and the photoelectric conversion efficiency of the solar cell is the highest, reaching 17.16%.

KEY WORDS silver particles; micro-nanometer size; tap density; electrode; chemical reduction method

金属(金、银、铜、镍等)微纳米颗粒因具有优良的物理化学性能,而被广泛应用于电子、催化、抗菌、传感等领域。银微纳米颗粒的导电和导热性能良好,常被用作电极银浆和电子墨水的导电功能相。研究表明,具有球状或者类球状、分散性良好、粒度约为 $1 \mu\text{m}$ 的银微纳米颗粒能够赋予银厚膜良好的致密性和导电性^[1-3],因此银微纳米颗粒的制备工艺与性能优化受到科研界和工业界的广泛关注。

目前,制备银微纳米颗粒的方法有很多,例如:液相化学还原法、微乳法、喷雾热分解法、水热法、溶剂热法等^[4-6]。其中,液相化学还原法因为具有操作简易、设备简单、工艺可控性强等优点,受到广大科研人员的青睐。通过液相还原法制备的银微纳米颗粒通常是由纳米级基元颗粒组装长大而成,与其他工艺相比,该工艺所制的银粉烧结活性高、分散性好,而且所得到的银电极相对密度高且电阻较低。液相化学还原法制备银微纳米颗粒是利用硝酸银或者银氨溶液作为前驱体,抗坏血酸、水合肼、硼氢化钠等还原性物质作为还原剂,聚乙烯醇、聚乙烯吡咯烷酮、阿拉伯树胶等高分子作为分散剂,在前驱体和还原剂的氧化还原作用下,在分散剂的物理和化学分散作用下,形成分散性良好的球状银颗粒^[4-6]。李碧渊等^[1]利用硼氢化钠为还原剂,硝酸银为前驱体,聚乙烯吡咯烷酮为分散剂,制备了粒径均匀、粒度为 $1.5 \mu\text{m}$ 的球形银粉。Guo 等^[7]以抗坏血酸为还原剂,硝酸银为前驱体,聚乙烯醇为分散剂,制备了平均粒径为 $1.05 \mu\text{m}$ 的类球形银粉,并发现聚乙烯醇的分散机理为化学吸附和空间位阻作用。尽管微纳米银粉的制备工艺已经取得一定进展,但是研究主要集中在银颗粒的制备工艺、银颗粒的分散性和分散剂的分散机理,关于银粉的振实密度对银电极和电池性能的报道比较少。

本文采用液相化学还原法,以硝酸银为前驱体,抗坏血酸为还原剂,单宁作为分散剂,制备了微纳米超细银颗粒。考察了反应物浓度、分散剂浓度、反应温度等工艺条件对银颗粒形貌、平均粒径和振实密度的影响。另外,利用不同平均粒径的银颗粒混合得到的高振实密度银粉制备得到了电极银浆,并分析了银电极的表面形貌和太阳能电池的光电性能。

1 实验材料及方法

1.1 实验试剂

实验原料均为分析纯,硝酸银(AgNO_3)为天津市科密欧化学试剂有限公司生产;抗坏血酸($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$)为湖南汇虹化学试剂有限公司生产;单宁($\text{C}_{76}\text{H}_{52}\text{O}_{46}$)为上海国药化学试剂公司生产;硝酸(HNO_3)为长沙化学试剂厂生产;去离子水(H_2O)为实验室自制。

1.2 银颗粒的制备

微纳米银颗粒制备实验如下:将 1.7 g 硝酸银和 1.7 g 单宁溶于去离子水中,得到体积为 100 mL 的硝酸银($0.1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$)和单宁($0.01 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$)混合溶液 A;将 2.64 g 抗坏血酸溶于去离子水,得到抗坏血酸($0.15 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$)溶液 B;将溶液 A 和 B 水浴加热到 25°C 后,把溶液 A 快速倒入溶液 B 中,并持续搅拌 15 min ;所得产物过滤后用去离子水和无水乙醇各洗涤 3 次,并最终分散在无水乙醇中。

1.3 银电极的制备

将平均粒径为 $1.16 \mu\text{m}$ 和 $0.66 \mu\text{m}$ 的银粉进行混合,得到不同振实密度的混合银颗粒;将混合银颗粒、玻璃粉、有机载体按照质量比 86:4:10 进行研磨混合得到电极银浆;然后,通过丝网印刷、红外烘干、烧结等工序在硅晶片上制备正面银电极。

1.4 测试方法

通过 FEI QUANTA-200 型扫描电子显微镜(scanning electron microscope, SEM)观察银颗粒和银电极的表面形貌;采用日本理学 D/Max2550VB+ 型 X 射线衍射仪(X-ray diffraction, XRD)研究银颗粒的物相组成;使用 Mastersize2000 型激光粒度分析仪测量银粉的平均粒径;利用 PF-100B 型智能振实密度仪测量银颗粒的振实密度;采用 DLSK-FXJ7 太阳能性能测试仪测试电池片性能。

2 结果与讨论

2.1 硝酸银浓度的影响

当其他反应条件不变时,不同硝酸银浓度所制的微纳米银颗粒的形貌如图 1 所示。硝酸银浓度对银颗粒的形貌和分散性影响不大,但是银颗粒的粒

径却跟硝酸银浓度成正比关系。如表 1 所示, 随着硝酸银浓度由 $0.03 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 提高至 $0.15 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$, 银颗粒的平均粒径由 $0.66 \mu\text{m}$ 增大至 $2.35 \mu\text{m}$, 而银颗粒的振实密度则先升高再降低。微纳米银粉的形核过程主要分为两步: (1) 纳米级基元银颗粒的成核长大; (2) 基元颗粒在分散剂的诱导性下组装成尺寸更大的微纳米银颗粒。在氧化还原反应过程中,

提高硝酸银浓度会增大成核期的过饱和度, 单位体积内产生更多的基元银颗粒, 并导致基元银颗粒在新生银原子的快速扩散中长大。在分散剂浓度不变的情况下, 为了降低反应体系的自由能, 基元银颗粒会迅速地聚合在一起而形成二次微纳米银颗粒。由于自由能随着粒径增大而下降, 所以银颗粒随着硝酸银浓度提高而增大^[8-10]。

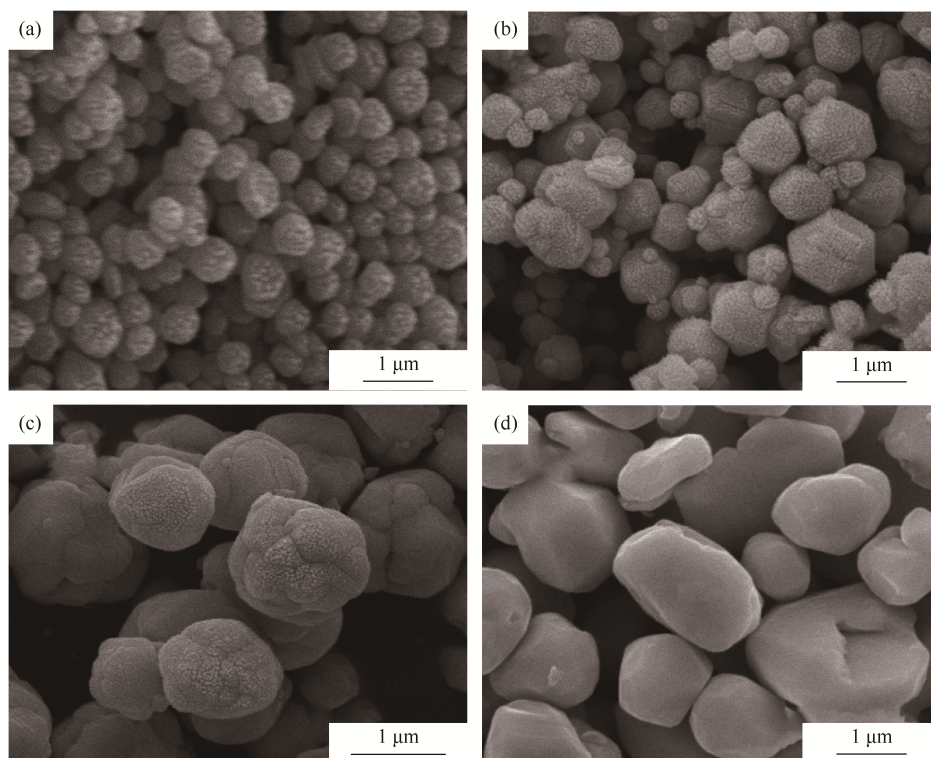


图 1 不同硝酸银浓度所制备的银颗粒扫描电子显微形貌: (a) $0.03 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$; (b) $0.06 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$; (c) $0.10 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$; (d) $0.15 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$

Fig.1 SEM images of silver particles prepared by different AgNO_3 concentrations: (a) $0.03 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$; (b) $0.06 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$; (c) $0.10 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$; (d) $0.15 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$

表 1 不同硝酸银浓度所制银粉特性

Table 1 Characteristics of silver powders prepared by different AgNO_3 concentrations

硝酸银 / ($\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$)	平均粒径 / μm	振实密度 / ($\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$)
0.03	0.66	4.10
0.06	0.96	4.43
0.10	1.16	5.20
0.15	2.35	4.95

2.2 抗坏血酸浓度的影响

当其他反应条件不变时, 不同抗坏血酸浓度对银颗粒形貌的影响如图 2 所示。与硝酸银的影响不同, 随着抗坏血酸浓度的提高, 微纳米银颗粒的粒径变小, 分散性变差。如表 2 所示, 银颗粒的振实密度

和平均粒径都随着抗坏血酸浓度的提高而降低。当抗坏血酸浓度为 $0.10 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 和 $0.15 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 时, 银颗粒的分散性良好, 平均粒径为 $1.16 \mu\text{m}$ 和 $0.66 \mu\text{m}$; 当抗坏血酸浓度提高到 $0.20 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 时, 产物中开始出现亚微米级的银颗粒, 分散性开始弱化; 当抗坏血酸浓度为 $0.25 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 时, 银颗粒的分散性比较差。抗坏血酸浓度的增大, 会提高反应的速率, 单位时间内所产生更多银原子。由于硝酸银浓度不变, 提高抗坏血酸的浓度没有提高单位体积内新生银原子的浓度, 导致晶核数量增多而颗粒长大受到新生银原子浓度的限制, 所以降低了银颗粒的尺寸。当分散剂浓度不变的情况下, 分散剂的空间位阻作用难以对大量的小颗粒实现分隔, 所以提高抗坏血酸浓度会降低颗粒粒径, 但是不利于提高产物的分散性^[11-12]。

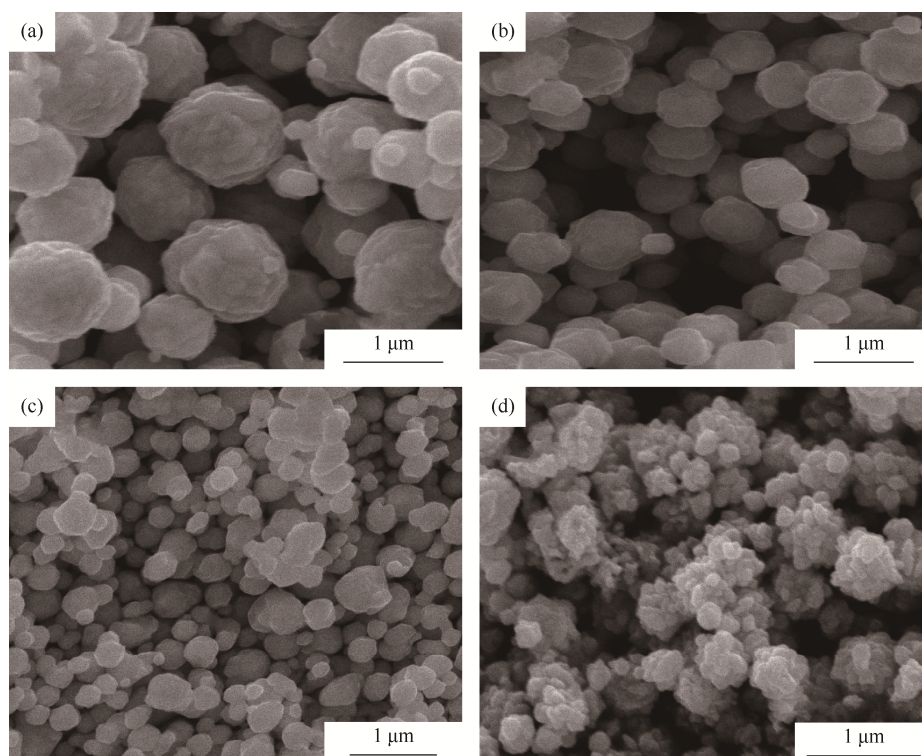


图 2 不同抗坏血酸浓度所制备的银颗粒扫描电子显微形貌 : (a) $0.10 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$; (b) $0.15 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$; (c) $0.20 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$; (d) $0.25 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$

Fig.2 SEM images of silver particles prepared by different $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$ concentrations: (a) $0.10 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$; (b) $0.15 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$; (c) $0.20 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$; (d) $0.25 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$

表 2 不同抗坏血酸浓度所制银粉特性

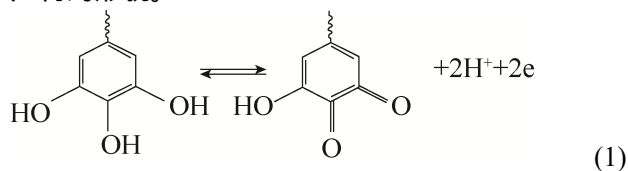
Table 2 Characteristics of silver powders prepared by different $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$ concentrations

抗坏血酸 / ($\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$)	平均粒径 / μm	振实密度 / ($\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)
0.10	1.16	5.20
0.15	0.66	4.50
0.20	0.43	3.60
0.25	0.25	3.10

2.3 单宁浓度的影响

图 3 是其他反应条件不变时, 不同单宁浓度对银颗粒形貌的影响。由图 3 和表 3 可知, 银颗粒的分散性随着单宁的浓度提高而提高, 银颗粒的振实密度随着单宁浓度提高而变小, 平均粒径则呈现先减小再增大的趋势; 如果单宁浓度过高, 银颗粒的形状则由类球状转变为正方体。单宁具有丰富的酚羟基官能团, 它不仅具有分散作用, 而且具有还原性和封端效应。Tian 等^[13]利用中性单宁溶液直接还原硝酸银制备了单晶银纳米线; Yi 等^[14]利用碱性单

宁溶液还原硝酸银制备了六角形纳米盘; 本课题组曾经报道过以单宁为还原剂、柠檬酸钠为封端剂、银氨溶液为前驱体制备得到矩形银微米线^[15]。单宁的氧化还原反应如式 (1) 所示, 每个酚羟基团的 3 个羟基中只有 2 个参加反应, 而且酚羟基团的氧化还原特性受到溶液 pH 值的影响; 氢离子浓度较高会阻碍式 (1) 正向进行, 所以在酸性条件下, 单宁主要表现出分散性和封端性。以单宁作为分散剂制备微纳米银粉, 其分散原理在于单宁以自身的酚羟基与银离子络合而生成配合物, 在硝酸银和抗坏血酸发生氧化还原反应过程中, 单宁吸附在银原子的表面并充当软模板^[13-14,16], 使得球状微纳米银颗粒得以形成。上述结果表明, 与聚乙烯吡咯烷酮、柠檬酸钠等分散剂类似, 单宁的分散性和封端性主要取决于其浓度, 通过调节单宁的浓度, 可以调控产物的形貌。



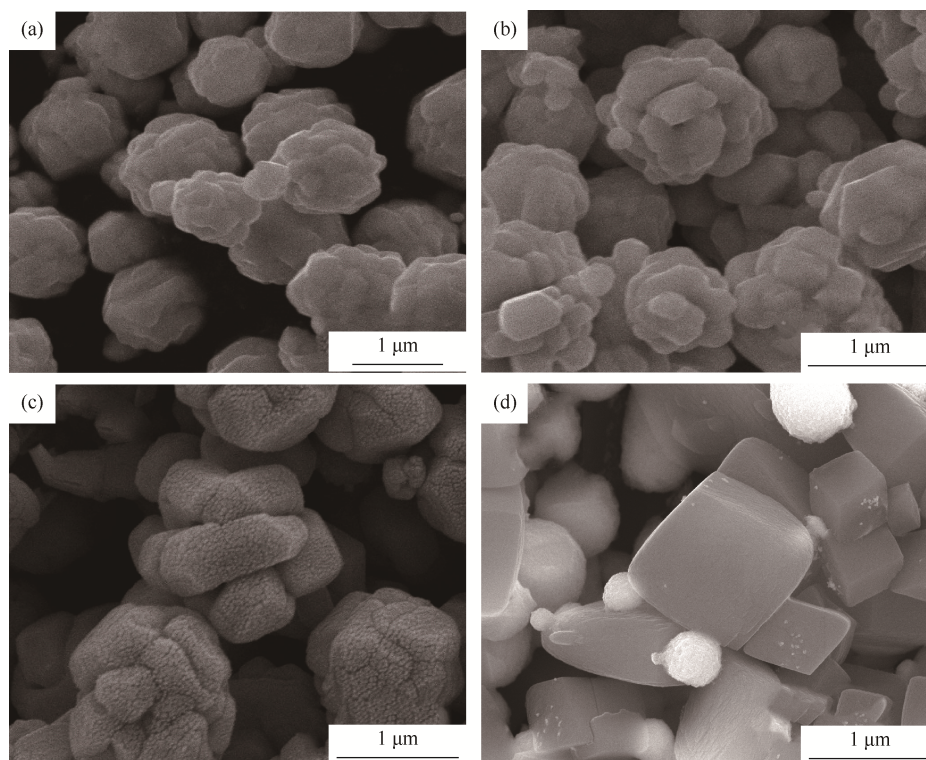


图 3 不同单宁浓度所制备的银颗粒扫描电子显微形貌:(a) $0.01 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$; (b) $0.05 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$; (c) $0.10 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$; (d) $0.20 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$

Fig.3 SEM images of silver particles prepared by different tannin concentrations: (a) $0.01 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$; (b) $0.05 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$; (c) $0.10 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$; (d) $0.20 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$

表 3 不同单宁浓度所制银粉的特性

Table 3 Characteristics of silver powders prepared by different tannin concentrations

单宁 / ($\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$)	平均粒径 / μm	振实密度 / ($\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$)
0.01	1.16	5.20
0.05	0.87	4.20
0.10	0.95	3.80
0.20	1.25	3.20

2.4 pH 值的影响

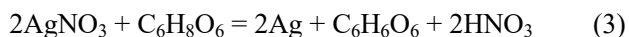
图 4 是其他反应条件不变时, pH 值对银颗粒形貌的影响。随着反应物的 pH 值由 1 逐渐提高至 7, 银颗粒的分散性变差, 颗粒的平均粒径和振实密度也随之变小, 如表 4 所示。当 pH 值较低时, 银颗粒表面比较光滑、致密; 当 pH 值较高时, 颗粒变得松散, 表面比较粗糙, 能明显地看到微米级颗粒是由纳米级的一次颗粒聚合而成的。在氧化还原反应过程中, 溶液 pH 值主要起到调节反应物氧化还原电位的作用, 根据抗坏血酸的氧化还原电位 (式 (2)) 可知, pH 值越高, 氧化还原电位越低, 抗坏

血酸的还原性越强, 那么硝酸银和抗坏血酸的化学反应速率越快。

$$E = E_0 - 0.059A \quad (2)$$

式中, E 为实验条件下的电极电势, E_0 为标准电极电势, A 为 pH 值。

从化学平衡的角度分析, 提高反应体系的 pH 值会消耗反应系统生成的硝酸, 如式 (3) 所示, 导致氧化还原反应快速正向进行。与抗坏血酸浓度的影响相类似, 过快的反应速率会降低颗粒尺寸, 但是不利于提高银颗粒的分散性。



2.5 银粉的 X 射线衍射图

综上所述, 设置实验条件为硝酸银浓度 $0.1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 、抗坏血酸浓度 $0.1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 、单宁浓度 $0.01 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 、pH 值 1、反应温度 25°C , 在该最优条件下制备银颗粒, 其 X 射线衍射曲线如图 5 所示。由图可知, 银颗粒的特征衍射峰对应标准银晶体的 (111)、(200)、(220) 和 (311) 晶面, 衍射曲线圆滑, 说明所制的银颗粒晶体结构为面心立方结构, 结晶度比较好。

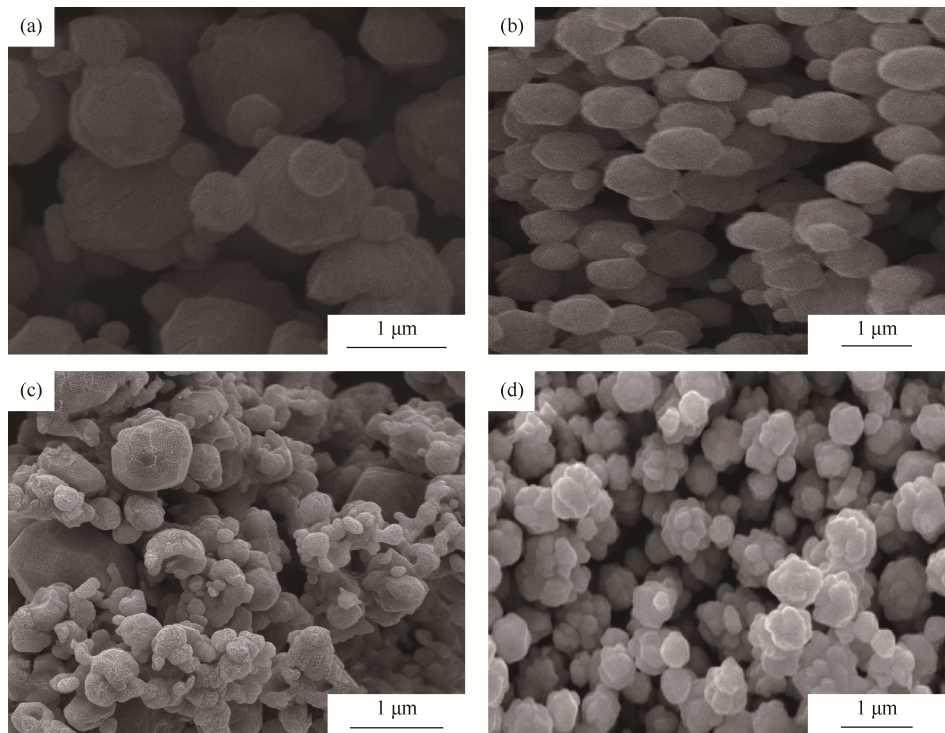


图 4 不同 pH 值所制备的银颗粒扫描电子显微形貌 : (a) 1 ; (b) 3 ; (c) 5 ; (d) 7

Fig.4 SEM images of silver particles prepared in different pH values: (a) 1; (b) 3; (c) 5; (d) 7

表 4 不同 pH 值所制银粉的特性

Table 4 Characteristics of silver powders prepared in different pH values

pH 值	平均粒径 / μm	振实密度 / $(\text{g}\cdot\text{mL}^{-1})$
1	1.16	5.20
3	1.07	4.00
5	0.90	3.50
7	0.78	2.80

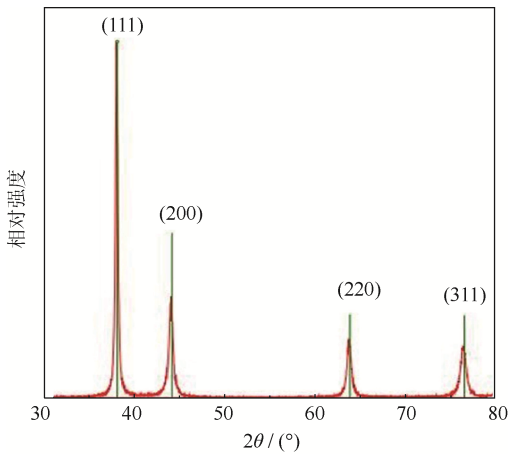


图 5 最优条件下制备银颗粒的 X 射线衍射图

Fig.5 XRD pattern of silver particles prepared under the optimal conditions

2.6 银粉的性能

通过上述实验结果可知 ,虽然采用液相化学法所制备的银粉分散性优良 ,但是其振实密度比较低 ,最高仅为 $5.2\text{ g}\cdot\text{mL}^{-1}$,难以满足高效晶硅太阳能电池技术的要求。如表 5 所示 ,将平均粒径为 $1.16\mu\text{m}$ 和 $0.66\mu\text{m}$ 的两种银粉按照不同质量比进行混合(两种银粉振实密度分别为 $5.2\text{ g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 和 $4.5\text{ g}\cdot\text{mL}^{-1}$),可以得到最高振实密度为 $6.1\text{ g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 的混合银粉。将混合银粉与有机载体、玻璃粉进行混合研磨得到正银浆料 ,并通过丝网印刷、烘干、烧结获得晶硅太阳能电池片。银电极的表面形貌如图 6 所示 ,由图可知 ,混合银粉振实密度越高 ,电极银浆的烧结活性越好 ,银电极的相对密度越高 ,孔洞数量越少。太阳能电池的填充因子、光电转换效率随着银粉振实密度的提高而提高 ,而电阻则随着银粉振实密度的提高而下降 ,如表 6 所示。振实密度提高有利于提高银粉银电极的相对密度、导电性能 ,从而增强了电池的光电转换性能。

表 5 混合银粉的特性

Table 5 Characteristics of the mixed silver powders

银粉质量比*	平均粒径 / μm	振实密度 / $(\text{g}\cdot\text{mL}^{-1})$
9:1	1.13	5.6
8:2	1.08	5.8
7:3	1.02	6.1
6:4	0.98	5.9

注 : 比号前面为平均粒径为 $1.16\mu\text{m}$ 的银粉 , 比号后面为平均粒径为 $0.66\mu\text{m}$ 的银粉

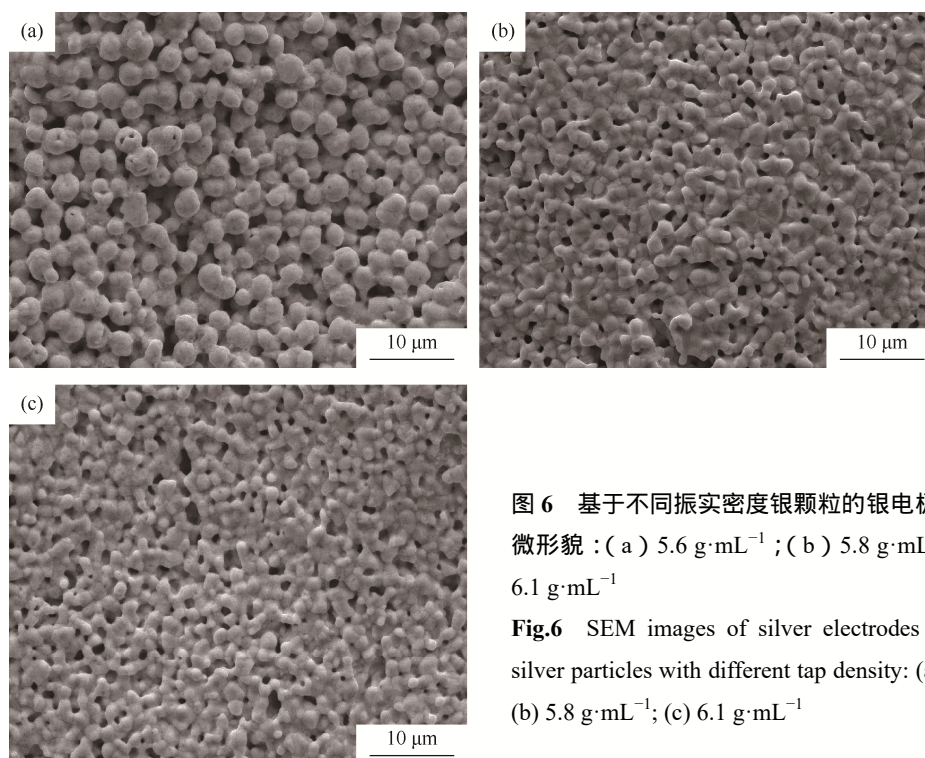


图 6 基于不同振实密度银颗粒的银电极扫描电子显微形貌:(a) $5.6 \text{ g}\cdot\text{mL}^{-1}$; (b) $5.8 \text{ g}\cdot\text{mL}^{-1}$; (c) $6.1 \text{ g}\cdot\text{mL}^{-1}$

Fig.6 SEM images of silver electrodes based on the silver particles with different tap density: (a) $5.6 \text{ g}\cdot\text{mL}^{-1}$; (b) $5.8 \text{ g}\cdot\text{mL}^{-1}$; (c) $6.1 \text{ g}\cdot\text{mL}^{-1}$

表 6 用不同振实密度银粉所制的太阳能电池光电性能

Table 6 Photoelectric performances of the silicon solar cells based on the silver powders with different tap density

银粉振实密度 / ($\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$)	开路电压 / V	短路电流 / A	串联电阻 / Ω	填充因子 / %	光电转换效率 / %
5.6	0.6008	5.5773	0.0175	77.51	15.36
5.8	0.6278	5.6083	0.0156	72.61	16.39
6.1	0.6257	5.6198	0.0086	76.12	17.16

3 结论

(1) 当硝酸银浓度为 $0.1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$, 抗坏血酸浓度为 $0.1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$, 单宁浓度为 $0.01 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$, pH 值为 1, 反应温度为 25 时, 采用液相化学还原法能够制得分散性良好的球状银颗粒。

(2) 通过液相化学还原法制备的银粉的振实密度低于 $5.5 \text{ g}\cdot\text{mL}^{-1}$, 把平均粒径为 $1.16 \mu\text{m}$ 和 $0.66 \mu\text{m}$ 的两种银粉按一定比例进行混合, 能够显著提高银粉的振实密度, 混合银粉最高振实密度可达到 $6.1 \text{ g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 。

(3) 由于高振实密度混合银粉能够使银电极更加致密, 太阳能电池的电阻随着银粉振实密度的提高而下降, 而填充因子、光电转换效率则随银粉振实密度的提高而提高, 基于振实密度为 $6.1 \text{ g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 的混合银粉能够使太阳能电池获得 17.16% 的光电转换效率。

参 考 文 献

[1] Li B Y, Gan W P, Li Y F, et al. Morphology and particle

size of micro spherical silver fabricated by multistep reduction. *Mater Sci Eng Powder Metall*, 2016, 21(1): 109 (李碧渊, 甘卫平, 黎应芬, 等. 分步还原法制备电子浆料用球形银粉及其形貌与粒径. 粉末冶金材料科学与工程, 2016, 21(1): 109)

[2] Zhang X Y, Zhong X, Chen X G, et al. Research on the process of grinding flake silver powder by ball-stirring mill. *Powder Metall Technol*, 2019, 37(2): 134

(张晓烨, 钟翔, 陈学刚, 等. 搅拌球磨磨制片状银粉工艺研究. 粉末冶金技术, 2019, 37(2): 134)

[3] Li H Y, Fu M, Wang Y, et al. Effects of silver powder on properties of front-side Ag contacts for silicon solar cells. *Acta Energ Solar Sin*, 2017, 38(1): 206

(李宏勇, 付明, 王玥, 等. 银粉对硅太阳能电池正银电极性能的影响. 太阳能学报, 2017, 38(1): 206)

[4] Tian Q H, Deng D, Li Y, et al. Preparation of ultrafine silver powders with controllable size and morphology. *Trans Nonferrous Met Soc China*, 2018, 28(3): 524

[5] Zhang X M, Zhao G, Li Q L, et al. Preparation and characterization of ultrafine silver powders and conductive composite materials. *J Chem Eng Chin Univ*, 2018, 32(2):

- 421
(张小敏, 赵国, 李起龙, 等. 超细银粉及导电复合材料制备与表征. 高校化学工程学报, 2018, 32(2): 421)
- [6] Ha M, Dong N L, Zhong X. Influence of dispersants on the properties of flake silver powders by milling. *Powder Metall Technol*, 2019, 37(1): 36
(哈敏, 董宁利, 钟翔. 分散剂对磨制片状银粉性能的影响. 粉末冶金技术, 2019, 37(1): 36)
- [7] Guo G Q, Gan W P, Luo J, et al. Preparation and dispersive mechanism of highly dispersive ultrafine silver powder. *Appl Surf Sci*, 2010, 256(22): 6683
- [8] Guo X Y, Deng D, Li Y, et al. Preparation of spherical microsized silver powder by liquid reduction method and its dispersion mechanism. *Chin J Nonferrous Met*, 2015, 25(9): 2484
(郭学益, 邓多, 李宇, 等. 液相还原法制备微米级球形银粉及其分散机理. 中国有色金属学报, 2015, 25(9): 2484)
- [9] Tian Q H, Deng D, Jiao C Y, et al. Preparation of ultra-fine spherical silver powder with reduction of tollens reagent by ascorbic acid. *J Central South Univ Sci Technol*, 2015, 46(12): 4404
(田庆华, 邓多, 焦翠燕, 等. 银氨体系抗坏血酸还原制备超细球形银粉. 中南大学学报(自然科学版), 2015, 46(12): 4404)
- [10] Yan F C, Teng Y, Yan J K, et al. Impact of dispersion on morphology and particle size of micron grade silver powder. *Chin J Rare Met*, 2017, 41(2): 173
(闫方存, 滕媛, 严继康, 等. 分散体系对微米银粉微观形貌及粒径影响研究. 稀有金属, 2017, 41(2): 173)
- [11] Tang L. Study of the influence of reducing agent and dispersant on the particle size and microstructure of silver powders. *Mater Rev*, 2015, 29(26): 13
(唐鹿. 还原剂和分散剂对银粉粒径及微观形貌影响的研究. 材料导报, 2015, 29(26): 13)
- [12] Teng Y, Yan F C, Li W L, et al. Review of preparation of silver powder used in silver paste. *Mater Rev*, 2015, 29(25): 172
(滕媛, 闫方存, 李文琳, 等. 银浆用银粉制备工艺的综述. 材料导报, 2015, 29(25): 172)
- [13] Tian X L, Li J, Pan S L. Facile synthesis of single-crystal silver nanowires through a tannin-reduction process. *J Nanopart Res*, 2009, 11: 1839
- [14] Yi Z, Li X B, Xu X B, et al. Green, effective chemical route for the synthesis of silver nanoplates in tannic acid aqueous solution. *Colloids Surf A*, 2011, 392(1): 131
- [15] Li Y F, Gan W P, Zhou J, et al. Synthesis of rectangular silver microwires by solution-phase chemical method. *Chin J Nonferrous Met*, 2014, 24(12): 3088
(黎应芬, 甘卫平, 周健, 等. 液相化学法制备矩形银微米线. 中国有色金属学报, 2014, 24(12): 3088)
- [16] Sun D W. *The Chemistry of Vegetable Tannin*. Beijing: China Forestry Press, 1992
(孙达旺. 植物单宁化学. 北京: 中国林业出版社, 1992)