



(19) 中華民國智慧財產局

(12) 發明說明書公開本

(11) 公開編號：TW 202301382 A

(43) 公開日：中華民國 112 (2023) 年 01 月 01 日

(21) 申請案號：111112303

(22) 申請日：中華民國 111 (2022) 年 03 月 30 日

(51) Int. Cl. :

*H01B1/20 (2006.01)**H01B5/14 (2006.01)**C09D5/24 (2006.01)**C09D7/61 (2018.01)**C09D183/04 (2006.01)*

(30) 優先權：2021/03/30 日本

2021-057036

(71) 申請人：日商日揮觸媒化成股份有限公司 (日本) JGC CATALYSTS AND CHEMICALS LTD.

(JP)

日本

(72) 發明人：港康佑 MINATO, KOSUKE (JP) ; 荒金宏忠 ARAKANE, HIROTADA (JP) ; 村口

良 MURAGUCHI, RYO (JP)

(74) 代理人：許世正

申請實體審查：無 申請專利範圍項數：6 項 圖式數：0 共 21 頁

(54) 名稱

導電粒子分散液及其製造方法、導電膜形成用塗布液及帶導電覆膜的基材

(57) 摘要

本發明涉及含有銻摻雜氧化錫的導電粒子的分散液。導電粒子包含由初級粒子連接形成的鏈狀粒子的團簇，該分散液中包含 1 質量%~20 質量%的導電粒子，並且，相對於導電粒子的含量包含 0.05%~0.5% 質量的團簇形成劑。在用動態光散射式粒度分布計測定的該分散液的粒徑分布中，體積平均粒徑為 10nm~50nm；以體積為基準，從粒徑小的一側累積到 16% 時的粒徑  $D_{16}$  與累積到 84% 時的粒徑  $D_{84}$  之差 ( $D_{84}-D_{16}$ ) 為 3nm~50nm。根據這樣的導電粒子能夠實現導電膜的低電阻化。

## 【發明摘要】

【中文發明名稱】 導電粒子分散液及其製造方法、導電膜形成用塗布液及帶導電覆膜的基材

【中文】

本發明涉及含有銻摻雜氧化錫的導電粒子的分散液。導電粒子包含由初級粒子連接形成的鏈狀粒子的團簇，該分散液中包含 1 質量%~20 質量%的導電粒子，並且，相對於導電粒子的含量包含 0.05%~0.5%質量的團簇形成劑。在用動態光散射式粒度分布計測定的該分散液的粒徑分布中，體積平均粒徑為 10nm~50nm；以體積為基準，從粒徑小的一側累積到 16%時的粒徑  $D_{16}$  與累積到 84%時的粒徑  $D_{84}$  之差 ( $D_{84}-D_{16}$ ) 為 3nm~50nm。根據這樣的導電粒子能夠實現導電膜的低電阻化。

【指定代表圖】 無。

【代表圖之符號簡單說明】

無。

【特徵化學式】

無。

## 【發明說明書】

【中文發明名稱】 導電粒子分散液及其製造方法、導電膜形成用塗布液及帶導電覆膜的基材

### 【技術領域】

【0001】 本發明涉及包含導電性鏈狀粒子的分散液、使用該分散液製備的導電膜形成用塗布液以及帶導電覆膜的基材。

### 【先前技術】

【0002】 以往使用包含導電粒子的塗布液在基板上形成導電膜。透明的導電膜被用於顯示裝置、觸控面板、太陽能電池等。為了兼顧導電膜的透明性和低電阻，使用了含有鏈狀導電粒子的塗布液。例如，在日本特開 2019-157026 號公報（專利文獻 1）中，已知為了提高膜的強度，含有容易與鏈狀導電粒子結合的烷氧基矽烷低聚物作為黏合劑成分的塗布液。

【0003】 此外，在日本特開 2006-339113 號公報（專利文獻 2）中，已知使用鏈狀粒子來獲得防靜電和電磁波屏蔽優異的膜。在專利文獻 2 中，通過在對導電性初級粒子的分散液進行離子交換處理後對 pH 進行調節以使初級粒子排列成鏈狀的工序，以及通過添加醇對有機矽化合物進行水解以使初級粒子連接的工序，來製造鏈狀粒子。

### 【發明內容】

【0004】 在專利文獻 1 的塗布液中，絕緣性黏合劑成分逐漸

覆蓋鏈狀導電粒子的表面，在形成膜時，在鏈狀導電粒子之間存在絕緣性成分的結構，因此難以形成多個導電路徑。即，存在導電性隨著時間降低、無法得到與由初始塗布液形成的膜相同的導電性這樣的技術問題。

【0005】 進而，近年來要求導電膜低電阻化，對於專利文獻 1 和專利文獻 2 中公開的鏈狀導電粒子，不能兼顧低電阻化和高硬度。

【0006】 因此，本發明的目的在於提供能夠實現導電膜的低電阻化的導電粒子。

【0007】 本發明涉及含有銻摻雜氧化錫（アンチモンドープ酸化スズ，ATO）的導電粒子的分散液。導電粒子包含由初級粒子連接形成的鏈狀粒子的團簇（クラスター）。分散液中包含 1 質量%~20 質量%的導電粒子，並且相對於導電粒子的含量包含 0.05%~0.5%質量的團簇形成劑。在用動態光散射式粒度分布計測定的該分散液的粒徑分布中，體積平均粒徑為 10nm~50nm；以體積為基準，從粒徑小的一側累積到 16%時的粒徑  $D_{16}$  與累積到 84%時的粒徑  $D_{84}$  之差（ $D_{84}-D_{16}$ ）為 3nm~50nm。添加團簇形成劑以使鏈狀粒子團簇化。作為團簇形成劑，使用酸或高分子凝集劑。

【0008】 此外，本發明所述的導電粒子的分散液的製造方法包括：準備由初級粒子連接而成的鏈狀粒子的分散液的工序，所述初級粒子含有 ATO；相對於在該分散液中以初級粒子狀態存在

的導電粒子的質量和以鏈狀粒子狀態存在的導電粒子的質量之和，添加 0.05%~0.5%質量的分散劑的工序。

【圖式簡單說明】

【0009】 無。

【實施方式】

【0010】 本發明是含有 ATO 的導電粒子的分散液，導電粒子包含由初級粒子連接形成的鏈狀粒子的團簇。該分散液中包含 1 質量%~20 質量%的導電粒子，並且相對於導電粒子的含量，包含 0.05%~0.5%質量的團簇形成劑。在用動態光散射式的粒度分布計測定該分散液的粒徑分布時，體積平均粒徑為 10nm~50nm；以體積為基準，從粒徑小的一側累積到 16%時的粒徑  $D_{16}$  與累積到 84%時的粒徑  $D_{84}$  之差 ( $D_{84}-D_{16}$ ) 為 3nm~50nm。另外，在此之後，將該粒徑差 ( $D_{84}-D_{16}$ ) 稱為粒徑分布的寬度。此時，初級粒子的平均粒徑優選為 3nm~10nm。

【0011】 如果導電粒子超過 20 質量%，則難以形成適當大小的團簇，也難以以其大小穩定地存在。當小於 1 質量%時，導電粒子的量過少而不實用。此外，為了使團簇形成，團簇形成劑需要為導電粒子含量的 0.05%以上的質量，如果超過 0.5%，則有可能顯著降低導電性。

【0012】 可從通過動態光散射方法測定的粒度分布，獲知由鏈狀粒子形成的團簇是如何存在的。即，如果存在大量團簇，則

體積平均粒徑變大，並且粒徑分布也變寬。如果體積平均粒徑和粒徑分布的寬度在上述範圍內，則可以獲得因團簇的存在而產生的效果。例如，由於導電路徑形成良好，因此能夠實現低電阻。在使用這種分散液的塗布液中，導電粒子與其它成分（黏合劑等）接觸（反應）的面積較少，因此抑制了隨時間的變化。由於通過該塗布液得到的膜控制了團簇的尺寸，因此能夠抑制光散射（霧度），也不會損壞光學特性。

**【0013】** 進一步地，相對於導電粒子的含量，通過添加 3%~25%質量的烷氧基矽烷，將團簇的結構固定。因此，即使對分散液進行攪拌和施加超聲波（超音波印加），團簇也難以再分散。如果烷氧基矽烷的量過少，則有可能無法使團簇固定化。此外，過多時，烷氧基矽烷會過量覆蓋團簇的表面，有可能降低導電性。烷氧基矽烷的添加量優選為 3%~15%。烷氧基矽烷通常用“ $R^1n-Si(OR^2)_{4-n}$ [式 1]”表示。在本文中， $R^1$  和  $R^2$  為氫原子、鹵素原子、碳數 1~10 的未取代或取代的烴基，它們可以彼此相同或不同。此外， $n$  為 0~3 的整數。在表 1 中示出了烷氧基矽烷的具體例。

**【0014】** [表 1]

烷氧基矽烷	
n=0	四甲氧基矽烷、四乙氧基矽烷等四烷氧基矽烷類
n=1	甲基三甲氧基矽烷、甲基三乙氧基矽烷、甲基三乙醯氧基矽烷、

	<p>甲基三丙氧基矽烷、乙基三甲氧基矽烷、乙基三乙氧基矽烷、</p> <p>乙烯基三甲氧基矽烷、乙烯基三乙氧基矽烷、乙烯基三乙醯氧基矽烷、</p> <p>苯基三甲氧基矽烷、苯基三甲氧基矽烷、苯基三乙氧基矽烷、</p> <p>苯基三乙醯氧基矽烷、<math>\gamma</math>-氯丙基三甲氧基矽烷、</p> <p><math>\gamma</math>-氯丙基三乙氧基矽烷、<math>\gamma</math>-氯丙基三丙氧基矽烷、</p> <p><math>\gamma</math>-環氧丙氧基丙基三甲氧基矽烷、<math>\gamma</math>-環氧丙氧基丙基三乙氧基矽烷、</p> <p><math>\gamma</math>-(<math>\beta</math>-環氧丙氧基乙氧基)丙基三甲氧基矽烷、</p> <p><math>\gamma</math>-甲基丙烯醯氧基丙基三甲氧基矽烷、<math>\gamma</math>-氨基丙基三甲氧基矽烷、</p> <p><math>\gamma</math>-巰基丙基三乙氧基矽烷等三烷氧基或三醯氧基矽烷類</p>
n=2	<p>二甲基二甲氧基矽烷、二甲基二乙氧基矽烷、苯基甲基二乙氧基矽烷、</p> <p><math>\gamma</math>-環氧丙氧基丙基甲基二甲氧基矽烷、<math>\gamma</math>-環氧丙氧基丙基苯基二乙氧基矽烷、</p> <p><math>\gamma</math>-氯丙基甲基二甲氧基矽烷、二甲基二乙醯氧基矽烷、</p> <p><math>\gamma</math>-甲基丙烯醯氧基丙基甲基二甲氧基矽烷、<math>\gamma</math>-巰基丙基甲基二甲氧基矽烷、</p>

	$\gamma$ -氨基丙基甲基二甲氧基矽烷等二烷氧基矽烷或二醯氧基矽烷類
n=3	三甲基甲氧基矽烷、三甲基乙氧基矽烷、三乙基乙氧基矽烷等單烷氧基矽烷類

**【0015】** 此外，鏈狀粒子是 3 個以上含有 ATO 作為成分的初級粒子以鏈狀連接而成的粒子。粒子可以存在分支連接的部分。即，主鏈部分中為 3 個以上的初級粒子連接而成的結構，也可以存在分支部分。初級粒子是單分散狀態的無機粒子。初級粒子的平均粒徑優選為 3nm~10nm。從透射電子顯微鏡 (TEM) 拍攝的圖像來看，對任意 100 個初級粒子進行粒徑測定，將其平均值設為初級粒子的平均粒徑。此外，從該圖像中選擇 50 個任意粒子，測定各粒子的連接數。50 個粒子的連接數的平均值是平均連接數。平均連接數優選為 3 以上，特別優選為 5 以上。如果初級粒子的平均連接數少，則有可能無法充分獲得導電性的提高效果。如果平均粒徑過小，則結晶性低，有可能無法充分獲得初級粒子本身的導電性。相反，如果平均粒徑過大，則難以發展鏈狀結構，即使鏈狀化，導電路徑也難以有效地形成，有可能無法充分得到膜的導電性。在初級粒子中，如果銻和氧化錫以外的元素為不顯著阻礙導電性的程度，則也可以包含在內。

**【0016】** 接著，對導電粒子的分散液的製造方法進行說明。首先，準備由含有 ATO 的初級粒子連接形成的鏈狀粒子的分散液。

可以使用日本特開 2006-339113 號公報公開的方法等公知的方法製備鏈狀粒子的分散液。在該分散液中添加導電粒子成分（分散液中作為初級粒子存在的導電粒子和作為鏈狀粒子存在的導電粒子的合計量）的 0.05%~0.5%質量的團簇形成劑。由此，形成鏈狀粒子的團簇。通過分散液中的鏈狀粒子的濃度、pH、溫度、攪拌時間可以控制團簇的結構。通過團簇形成劑，鏈狀粒子通過二維、三維連接而形成立體團簇。作為團簇形成劑可以使用酸、高分子凝集劑。作為高分子凝集劑，可以舉例示出非離子類、陰離子類、陽離子類、兩性類、聚胺類、雙氰胺類等凝集劑。根據團簇形成劑的種類，合適的添加量不同。作為酸，可以舉例示出甲酸、乙酸、檸檬酸、安息香酸等有機酸；鹽酸、硫酸、硝酸、磷酸、氫碘酸、四氟硼酸等無機酸。優選易溶於水、工業上容易獲得的鹽酸、硫酸、硝酸、磷酸。

**【0017】** <塗布液>

**【0018】** 在這樣的導電粒子的分散液中添加黏合劑成分和溶劑，製備塗布液。即，本發明的塗布液包含含有 ATO 的導電粒子、烷氧基矽烷低聚物（黏合劑成分）和溶劑。導電粒子包含由初級粒子連接形成的鏈狀粒子的團簇。塗布液中包含導電粒子含量的 0.05%~0.5%質量的團簇形成劑和導電粒子含量的 25%~300%的質量的烷氧基矽烷低聚物。在用動態光散射式粒度分布計測定的該塗布液的粒徑分布中，體積平均粒徑為 70nm~600nm；以體積為

基準，從粒徑小的一側累積到 16%時的粒徑  $D_{16}$  與累積到 84%時的粒徑  $D_{84}$  之差 ( $D_{84}-D_{16}$ ) 為 60nm~800nm。當在導電粒子的分散液中添加黏合劑成分和溶劑，團簇之間會更加緩慢地凝固，形成大的結構體（絮凝物（フロキュレート））。因此，在動態光散射方法的測定中，與上述分散液相比，體積平均粒徑和粒徑分布的寬度變大。

**【0019】** 在塗布後，可以通過乾燥工序等除去本文中使用的溶劑。不阻礙團簇結構控制的醇、甘醇、甘醇醚類、酮等親水性有機溶劑是合適的。具體而言，可以舉例示出 1-甲氧基-2-丙醇、雙丙酮醇、乙二醇、二乙二醇、甲醇、乙醇、異丙醇、丙酮。

**【0020】** 烷氧基矽烷低聚物的重量平均分子量優選為 1000~20000。烷氧基矽烷低聚物是用上述“式 1”表示的烷氧基矽烷的水解聚合物，其中  $n$  為 0~2 的整數。在  $n$  為 3 的情況下，由於只能在兩分子間結合，因此不能形成低聚物。 $n$  越小越優選，最優選使用  $n$  為 0 的烷氧基矽烷。如果採用這樣的烷氧基矽烷，則團簇之間難以通電的有機成分會變少，得到高導電性。

**【0021】** 此外，如上所述，塗布液中存在導電粒子含量的 25%~300%的質量的烷氧基矽烷低聚物。即，導電粒子和烷氧基矽烷低聚物的質量比在 80:20~25:75 的範圍內。如果烷氧基矽烷低聚物少，黏合劑成分就會變少，有可能得不到足夠的膜硬度。此外，如果過多，則在塗布液中與構成團簇的粒子的表面的反應過

量進行，有可能降低塗布液的保存穩定性。

【0022】 以下，詳細說明本發明的實施例。

【0023】 實施例

【0024】 [實施例 1]

【0025】 首先，準備包含 ATO 粒子（初級粒子）的水分散液（ATO 粒子的平均粒徑 5nm，固體成分濃度 20.0 質量%，pH6.9）。在該分散液中添加相當於 ATO 粒子固體成分量的 40%質量的兩性離子交換樹脂，在 25°C下攪拌 2 小時。之後，使用金屬網對兩性離子交換樹脂進行分離。由此，ATO 粒子以鏈狀連接，得到鏈狀粒子的水分散液。

【0026】 用純水將該鏈狀粒子的水分散液的固體成分濃度稀釋為 5 質量%。在該水分散液 100.0g 中，作為團簇形成劑，添加鹽酸（濃度 1.0 質量%）0.5g，在 25°C下攪拌 5 分鐘。由此，鏈狀粒子形成團簇，得到本發明的導電粒子的分散液。

【0027】 <塗布液>

【0028】 在該導電粒子的分散液中添加黏合劑成分和溶劑來製備塗布液。在該實施例中，在 25°C下對導電粒子的分散液 60.3g 進行攪拌，同時添加 2.7g 純水。接着，添加 17.0g 的 Solmix AP-11（以乙醇為主要溶劑的醇混合溶劑）。攪拌 5 分鐘後，一邊對黏合劑成分 20.0g 進行攪拌，一邊進行添加。並且，在 25°C下攪拌 15 分鐘後，通過過濾得到塗布液。在此，作為黏合劑成分，使

用通過水解四甲氧基矽烷而得到的分子量 4980 的烷氧基矽烷低聚物（固體成分濃度 9.9 質量%）的乙醇分散體。

**【0029】** <帶膜基材>

**【0030】** 將該塗布液用棒塗法塗布在玻璃基板上，在 80°C 下使其乾燥 1 分鐘。進一步地，在 130°C 的乾燥機內加熱 30 分鐘。由此得到帶膜基材。

**【0031】** 表 2、表 3 示出了導電粒子的分散液及塗布液的製備條件。此外，以下各物理性質的測定結果也示於相同的表中。另外，也以同樣的方式進行了後述的實施例和比較例。

**【0032】** （1）導電粒子的濃度、導電粒子量的測定

**【0033】** 將分散液秤量到磁性坩堝中，在 1000°C 下加熱一定時間，基於加熱前後的重量比，求出導電粒子的固體成分濃度。

**【0034】** 在導電粒子的分散液中包含 ATO 成分以外的固體成分的情況下，可以使用電感耦合電漿發射光譜分析裝置對分散液進行測定，來求出分散液中包含的各元素的存在量，以確定導電粒子量。

**【0035】** （2）分散液中團簇形成劑的含量

**【0036】** 對分散液進行離心分離，分離導電粒子和上清液。使用 ICP 發射光譜分析裝置，測定該上清液中包含的元素及其含量。將該結果與預先以同樣方式對團簇形成劑進行分析而得到的參照進行對比，確定包含在上清液中的團簇形成劑和含量。

【0037】 (3) 體積平均粒徑、粒徑分布寬度

【0038】 使用動態光散射方法粒度分布計 (MICROTRAC 公司製造的 NANOTRAC Wave 2-UT151) 對分散液進行測定，求出分散液的平均粒徑和粒徑分布的寬度 (粒徑差： $D_{84}-D_{16}$ )。

【0039】 (4) 鉛筆硬度

【0040】 使用 JIS S-6006 規定的鉛筆，用表面性測定機 (新東科學株式會社製造 トライボギア) 測定帶膜基材的鉛筆硬度。根據測定機的操作手冊，用各硬度的鉛筆在表面上施加 500g 的負荷進行掃描。確認掃描痕跡，將沒有觀察到傷痕的最高硬度值作為鉛筆硬度值。

【0041】 (5) 表面電阻和保存穩定性

【0042】 使用表面電阻測定機 (三菱化学アナリテック公司製造のハイレスターUX MCP-HT800)，對使用剛製備的塗布液製作的帶膜基材的表面電阻進行測定。接著，將該塗布液在水溫調整為 40°C 的浴缸中靜置 24 小時。使用該加溫處理後的塗布液，以同樣的方式製作帶膜基材，測定表面電阻。根據表面電阻的變化率 (由加溫處理後塗布液而得的帶膜基材的表面電阻值 / 由初始塗布液而得的帶膜基材的表面電阻值)，評價保存穩定性。

【0043】 在以下的說明中，記載與實施例 1 不同的點。

【0044】 [實施例 2]

【0045】 在該實施例中，作為團簇形成劑，使用聚合氯化鋁

(多木化學公司製造，高鹼性氯化鋁 PAC#1000)。用純水將濃度稀釋為 0.2 質量%，添加該稀釋液 5.0g。

【0046】 <塗布液>

【0047】 不向導電粒子的分散液 63.0g 中添加純水，在 25°C 下攪拌。

【0048】 [實施例 3]

【0049】 在該實施例中，作為團簇形成劑，使用聚乙烯亞胺（富士フィルム和光純藥公司製造，平均分子量 600）。用純水將濃度稀釋為 2.0 質量%，添加該稀釋液 0.8g。

【0050】 <塗布液>

【0051】 在導電粒子的分散液 60.5g 中添加 2.6g 的純水。

【0052】 [實施例 4]

【0053】 在該實施例中，將鏈狀粒子的水分散液用純水稀釋，使固體成分濃度為 10.0 質量%。進一步地，將鹽酸（濃度 1.0 質量%）的添加量設為 1.0g，在 25°C 下攪拌 5 分鐘。進一步地，添加四甲氧基矽烷，以使團簇結構固定化。在此，添加在實施例 1 中作為黏合劑成分使用的烷氧基矽烷低聚物 4.9g，在 25°C 下攪拌 1 小時。除此之外，與實施例 1 相同的方式製備導電粒子的分散液。

【0054】 <塗布液>

【0055】 此外，該分散液為 32.3g，純水的添加量為 30.7g，

溶劑（AP-11）的添加量為 18.6g，黏合劑成分為 18.4g。

【0056】 [實施例 5]

【0057】 在該實施例中，為了使團簇結構固定化而添加的烷氧基矽烷低聚物的量為 24.5g。除此之外，與實施例 4 相同的方式製備導電粒子的分散液。

【0058】 <塗布液>

【0059】 此外，該分散液為 38.0g，純水的添加量為 25.0g，溶劑（AP-11）的添加量為 24.5g，黏合劑成分的添加量為 12.5g。

【0060】 [實施例 6]

【0061】 在該實施例中，將鏈狀粒子的水分散液用純水稀釋，使固體成分濃度為 20.0 質量%。在該分散液 100.0g 中，作為團簇形成劑，添加鹽酸（濃度 1.0 質量%）1.0g。

【0062】 <塗布液>

【0063】 導電粒子的分散液為 15.2g，純水的添加量為 47.9g。

【0064】 [實施例 7]

【0065】 在該實施例中，將鏈狀粒子的水分散液用純水稀釋，使固體成分濃度為 15.0 質量%。在該分散液 100.0g 中，作為團簇形成劑，添加鹽酸（濃度 1.0 質量%）1.5g。

【0066】 <塗布液>

【0067】 導電粒子的分散液為 20.3g，純水的添加量為 42.7g。

【0068】 [實施例 8]

【0069】 在該實施例中，將鏈狀粒子的水分散液用純水稀釋，使固體成分濃度為 10.0 質量%。在該分散液 100.0g 中，作為團簇形成劑，添加鹽酸（濃度 1.0 質量%）1.0g。

【0070】 <塗布液>

【0071】 導電粒子的分散液為 30.3g，純水的添加量為 32.7g。

【0072】 [實施例 9]

【0073】 在該實施例中，將鏈狀粒子的水分散液用純水稀釋，使固體成分濃度為 10.0 質量%。在該分散液 100.0g 中，作為團簇形成劑，添加磷酸（濃度 1.0 質量%）1.0g。

【0074】 <塗布液>

【0075】 導電粒子的分散液為 30.3g，純水的添加量為 32.7g。

【0076】 [實施例 10]

【0077】 在該實施例中，將鏈狀粒子的水分散液用純水稀釋，使固體成分濃度為 10.0 質量%。在該分散液 100.0g 中，作為團簇形成劑，添加硝酸（濃度 1.0 質量%）1.0g。

【0078】 <塗布液>

【0079】 導電粒子的分散液為 30.3g，純水的添加量為 32.7g。

【0080】 [比較例 1]

【0081】 在該比較例中，未製備鏈狀粒子，直接向 ATO 粒子（初級粒子）添加團簇形成劑。即，在與實施例 1 相同的 ATO 粒子的水分散液（固體成分濃度 20.0 質量%）100.0g 中，作為團簇

形成劑，添加鹽酸（濃度 1.0 質量%）5.0g 後，分散液增黏，變成凝膠狀。因此，無法獲得導電粒子的分散液和塗布液。

【0082】 [比較例 2]

【0083】 在該比較例中，與實施例 1 相同的方式製備鏈狀粒子的水分散液，但不使用團簇形成劑。該鏈狀粒子的水分散液為 15.0g，純水的添加量為 48.0g，製備塗布液。

【0084】 [比較例 3]

【0085】 在該比較例中，作為團簇形成劑，添加鹽酸（濃度 1.0 質量%）3.0g。除導電粒子的分散液為 61.5g、純水的添加量為 1.5g 以外，與實施例 1 相同的方式製備塗布液，但發生凝集，不能作為塗料使用。

【0086】 [比較例 4]

【0087】 在該比較例中，將作為團簇形成劑的、與實施例 2 相同的聚合氯化鋁用純水稀釋，添加濃度為 5.0 質量%的該稀釋液 1.0g。

【0088】 除導電粒子的分散液為 60.6g、純水的添加量為 2.4g 之外，與實施例 1 相同的方式製備塗布液，但發生凝集，不能作為塗料使用。

【0089】 [比較例 5]

【0090】 在該比較例中，將作為團簇形成劑的、與實施例 3 相同的聚乙烯亞胺用純水稀釋，添加濃度為 5.0 質量%的該稀釋液

1.0g。

【0091】 除導電粒子的分散液為 60.6g、純水的添加量為 2.4g 之外，與實施例 1 相同的方式製備塗布液，但發生凝集，不能作為塗料使用。

【0092】 [表 2]

	導電粒子分散液的調整方法													導電粒子分散液的物理性質			
	鏈狀粒子的分散液			團簇形成劑			團簇化條件			團簇結構的固定							
	質量 (g)	固體 成分 濃度 質量 %	導電 粒子 成分 質量 (g)	種類	形成 劑溶 液的 添加 量 (g)	形成 劑的 濃度 質量 %	形成 劑成 分量 (g)	pH	溫度	攪拌時 間	烷氧 基矽 烷原 料	固體 成分 濃度 質量 %	相對於導電 粒子的烷氧 基矽烷比例				
實施例 1	100.0	5.0	5.0	鹽酸	0.5	1.0	0.005	3.4	25°C	5 分鐘	無	-	-	4.9	0.10%	13.0	6.4
實施例 2	100.0	5.0	5.0	PAC	5.0	0.2	0.01	3.2	25°C	5 分鐘	無	-	-	4.0	0.20%	30.0	17.0
實施例 3	100.0	5.0	5.0	PEI	0.8	2.0	0.015	3.7	25°C	5 分鐘	無	-	-	4.8	0.30%	28.0	11.0
實施例 4	100.0	10.0	10.0	鹽酸	1.0	1.0	0.01	3.4	25°C	5 分鐘	②	10.0	5%	9.5	0.10%	11.7	5.2
實施例 5	100.0	10.0	10.0	鹽酸	1.0	1.0	0.01	3.4	25°C	5 分鐘	②	10.0	25%	9.5	0.10%	33.4	26.2
實施例 6	100.0	20.0	20.0	鹽酸	1.0	1.0	0.01	2.3	25°C	5 分鐘	無	-	-	19.0	0.05%	18.9	22.0
實施例 7	100.0	15.0	15.0	鹽酸	1.5	1.0	0.015	2.1	25°C	5 分鐘	無	-	-	14.0	0.10%	12.3	6.6
實施例 8	100.0	10.0	10.0	鹽酸	1.0	1.0	0.01	2.3	25°C	5 分鐘	無	-	-	9.5	0.10%	10.4	4.6
實施例 9	100.0	10.0	10.0	磷酸	1.0	1.0	0.01	2.4	25°C	5 分鐘	無	-	-	9.5	0.10%	11.1	5.3
實施例 10	100.0	10.0	10.0	硝酸	1.0	1.0	0.01	2.4	25°C	5 分鐘	無	-	-	9.5	0.10%	12.3	5.0
比較例 1	100*	20*	20*	鹽酸	5.0	1.0	0.05	—	—	—				16.0	0.25%	—	—
比較例 2	100.0	5.0	5.0	-	0	0.0	0	—	—	—	-	-	-	20.0	0%	8.7	1.4
比較例 3	100.0	5.0	5.0	鹽酸	3.0	1.0	0.03	3.2	25°C	5 分鐘	無	-	-	4.3	0.60%	59.6	58.6
比較例 4	100.0	5.0	5.0	PAC	1.0	5.0	0.05	3.0	25°C	5 分鐘	無	-	-	4.8	1.00%	758	1210
比較例 5	100.0	5.0	5.0	PEI	1.0	5.0	0.05	3.1	25°C	5 分鐘	無	-	-	4.8	1.00%	120	550

\*僅比較例 1 “初級粒子的分散液”

② 四甲氧基矽烷

SHIJ220239-2825 TW(2022TWP4242)

【0093】 [表 3]

	塗布液的製備						塗布液的物理性質		膜的物理性質			
	導電粒子分散液的質量 (g)	溶劑		黏合劑成分			體積平均 粒徑 (nm)	分布寬 度 D <sub>84</sub> -D <sub>16</sub> (nm)	鉛筆 硬度	表面電 阻 (A) (Ω/□)	表面電 阻 (B) (Ω/□)	表面電阻 比 (B/A)
		水 (g)	醇混合 溶劑 (g)	低聚物 的原料	固體成分濃 度 (質量%)	質量 (g)						
實施例 1	60.3	2.7	17.0	②	10	20.0	81.1	62.2	4H	5.4E+07	5.0E+08	9.26
實施例 2	63.0	0.0	17.0	②	10	20.0	463.8	712.8	4H	6.2E+07	9.2E+08	14.84
實施例 3	60.5	2.6	17.0	②	10	20.0	389.9	325.8	4H	7.0E+07	1.0E+09	14.29
實施例 4	32.3	30.7	18.6	②	10	18.4	274.2	73.4	4H	9.4E+07	3.2E+09	34.04
實施例 5	38.0	25.0	24.5	②	10	12.5	511.4	710.8	4H	1.4E+08	1.9E+09	13.57
實施例 6	15.2	47.9	17.0	②	10	20.0	337.6	468.4	4H	4.4E+07	1.7E+09	38.64
實施例 7	20.3	42.7	17.0	②	10	20.0	270.6	370.2	4H	4.2E+07	1.5E+09	35.71
實施例 8	30.3	32.7	17.0	②	10	20.0	88.8	67.2	4H	5.5E+07	1.8E+09	32.73
實施例 9	30.3	32.7	17.0	②	10	20.0	91.7	64.4	4H	6.3E+07	5.1E+09	80.95
實施例 10	30.3	32.7	17.0	②	10	20.0	85.2	116	4H	6.5E+07	5.7E+09	87.69
比較例 1	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
比較例 2	15.0	48.0	17.0	②	10	20.0	66.9	32.4	4H	5.0E+07	3.0E+10	600.00
比較例 3	61.5	1.5	17.0	②	10	20.0	—	—	—	—	—	—
比較例 4	60.6	2.4	17.0	②	10	20.0	—	—	—	—	—	—
比較例 5	60.6	2.4	17.0	②	10	20.0	—	—	—	—	—	—

②：四甲氧基矽烷

## 【符號說明】

【0094】 無。

SHIJ220239-2825 TW(2022TWP4242)

## 【發明申請專利範圍】

【請求項1】 一種分散液，所述分散液為含有銻摻雜氧化錫的導電粒子的分散液，

所述導電粒子包含由初級粒子連接形成的鏈狀粒子的團簇，

所述分散液中包含 1 質量%~20 質量%的所述導電粒子，並且，相對於所述導電粒子的含量包含 0.05%~0.5%質量的團簇形成劑，

在用動態光散射式粒度分布計測定的所述分散液的粒徑分布中，體積平均粒徑為 10nm~50nm；以體積為基準，從粒徑小的一側累積到 16%時的粒徑  $D_{16}$  與累積到 84%時的粒徑  $D_{84}$  之差( $D_{84}-D_{16}$ ) 為 3nm~50nm。

【請求項2】 如請求項 1 所述的分散液，其中，所述團簇形成劑為酸或高分子凝集劑。

【請求項3】 如請求項 1 或 2 所述的分散液，其中，相對於所述導電粒子的含量，所述分散液包含 3%~15%質量的烷氧基矽烷。

【請求項4】 一種導電粒子的分散液的製造方法，其特徵在於，所述製造方法包括：

準備由初級粒子連接而成的鏈狀粒子的分散液的工序，所述初級粒子含有銻摻雜氧化錫；以及

相對於在所述分散液中以初級粒子狀態存在的導電粒子的質量和以鏈狀粒子狀態存在的導電粒子的質量之和，添加 0.05%~0.5%質量的團簇形成劑的工序。

**【請求項5】** 一種塗布液，所述塗布液為包含含有銻摻雜氧化錫的導電粒子、烷氧基矽烷低聚物和溶劑的導電膜形成用塗布液，

所述導電粒子包含由初級粒子連接形成的鏈狀粒子的團簇，  
所述塗布液中包含 1 質量%~20 質量%的所述導電粒子，並且，包含所述導電粒子含量的 0.05%~0.5%質量的團簇形成劑和所述導電粒子含量的 25%~300%的質量的烷氧基矽烷低聚物，

在用動態光散射式粒度分布計測定的所述塗布液的粒徑分布中，體積平均粒徑為 70nm~600nm；以體積為基準，從粒徑小的一側累積到 16%時的粒徑  $D_{16}$  與累積到 84%時的粒徑  $D_{84}$  之差( $D_{84}-D_{16}$ ) 為 60nm~800nm。

**【請求項6】** 一種帶導電覆膜的基材，其特徵在於，在所述基材上設置有由請求項 5 所述的塗布液而得的膜。