

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 966 408**

51 Int. Cl.:

B22F 9/00 (2006.01)

B22F 9/24 (2006.01)

C09D 11/52 (2014.01)

H01B 1/22 (2006.01)

B22F 1/0545 (2012.01)

B22F 1/107 (2012.01)

B82Y 30/00 (2011.01)

B82Y 40/00 (2011.01)

C09D 11/322 (2014.01)

C09D 11/38 (2014.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **26.04.2019** **PCT/JP2019/018019**

87 Fecha y número de publicación internacional: **02.07.2020** **WO20136934**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.04.2019** **E 19902581 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **08.11.2023** **EP 3903970**

54 Título: **Dispersión de partículas finas metálicas y método para producir un material impreso**

30 Prioridad:

27.12.2018 JP 2018245002

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

22.04.2024

73 Titular/es:

KAO CORPORATION (100.0%)
14-10, Nihonbashi-Kayabacho 1-chome,
Chuo-ku,Tokyo 103-8210, JP

72 Inventor/es:

YOSHIDA, TOMOHIDE

74 Agente/Representante:

BERTRÁN VALLS, Silvia

ES 2 966 408 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Dispersión de partículas finas metálicas y método para producir un material impreso

5 **Campo de la invención**

La presente invención se refiere a una dispersión de partículas finas metálicas y a una tinta que contiene la dispersión de partículas finas metálicas.

10 **Antecedentes de la invención**

Las partículas finas metálicas obtenidas atomizando un metal para dar partículas finas que tienen un tamaño de orden nanométrico son capaces de presentar una variedad de funciones y propiedades durante el uso de las mismas y, por tanto, se ha esperado que las partículas finas metálicas se usen en una amplia variedad de aplicaciones industriales.

Con el fin de fomentar el uso de las partículas finas metálicas en las aplicaciones industriales, convencionalmente se han estudiado dispersiones de diversas partículas finas metálicas. Por ejemplo, como método químico para producir átomos metálicos (partículas finas), se conocen métodos en húmedo tales como un método en el que iones metálicos eluidos a partir de un compuesto metálico se someten a una reacción de reducción en un líquido, un método en el que un átomo metálico se recupera a partir de un complejo metálico mediante la descomposición térmica del complejo metálico, y similares. Sin embargo, en el método que usa el complejo metálico, se ha requerido que el tratamiento térmico se lleve a cabo en condiciones de alta temperatura, y el líquido reductor usado para reducir el complejo metálico plantea un problema relacionado con la retirada de sustancias orgánicas residuales, etc. Por este motivo, convencionalmente se han realizado estudios para proporcionar una dispersión de partículas finas metálicas que tenga una alta practicidad industrial.

Por ejemplo, el documento JP 2013-69475A (documento de patente 1) tiene como objetivo proporcionar una pasta conductora en la que puede impedirse que se produzcan protuberancias cuando se somete a calentamiento o sinterización, etc., y divulga una pasta conductora que contiene partículas finas metálicas (P) y un medio de dispersión (D) cuya razón de contenido (P/D) (% en masa) es de 50 a 90/de 50 a 10, en la que el medio de dispersión (D) es un medio de dispersión orgánico (D1) constituido por un disolvente orgánico (S) y un disolvente antifonnación de protuberancias (T), el disolvente orgánico (S) es un disolvente orgánico (S1) constituido por un alcohol predeterminado y/o un alcohol polihidroxilado predeterminado o un disolvente orgánico (S2) constituido por el disolvente orgánico (S1) y un disolvente orgánico que contiene un grupo amida (SA), el disolvente antifonnación de protuberancias (T) es un compuesto predeterminado que contiene un grupo hidroxilo y un grupo carbonilo, y la razón del disolvente antifonnación de protuberancias (T) con respecto al medio de dispersión orgánico (D1) (T/D1) es del 2 al 25 % en masa.

El documento JP 2010-209366A (documento de patente 2) tiene como objetivo proporcionar un procedimiento para producir nanopartículas metálicas capaces de presentar propiedades de sinterización a baja temperatura que pueden usarse como material conductor a partir de iones metálicos fácilmente reducibles tales como iones metálicos nobles, incluso cuando se usa un agente reductor que tiene un fuerte poder reductor, y divulga un procedimiento para producir nanopartículas metálicas que incluye la etapa de mezclar una mezcla que contiene un agente protector coloidal metálico (1) y un compuesto metálico y una mezcla que contiene un agente protector coloidal metálico (2) y un agente reductor.

El documento EP 3 865 230 A1 (documento de patente 3) describe un procedimiento para producir una dispersión de partículas finas metálicas que contiene partículas finas metálicas dispersadas con un polímero, que incluye una etapa de mezclar un óxido metálico, el polímero y un compuesto entre sí, en el que el polímero contiene un grupo hidrófilo; el compuesto es un alcohol dihidroxilado y las partículas finas metálicas tienen un tamaño de partícula promedio acumulado de no más de 50 nm.

El documento US 2013/079561 A1 (documento de patente 4) describe un procedimiento para la preparación de la hidroxiacetona o 1,2-propilenglicol a partir de glicerol.

El documento EP 2 551 039 A1 (documento de patente 5) se refiere a un material compuesto de un compuesto orgánico y nanopartículas de cobre, comprendiendo el material compuesto un compuesto orgánico que contiene tioéter y nanopartículas de cobre.

60 **Sumario de la invención**

La presente invención se refiere a una dispersión de partículas finas metálicas que contiene hidroxiacetona y propilenglicol, en la que el tamaño de partícula promedio acumulado de las partículas finas metálicas es de no menos de 0,01 μm y no más de 0,1 μm , en la que la concentración del metal en la dispersión es de no menos del 2 % en masa y no más del 85 % en masa, y en la que el metal que constituye las partículas finas metálicas es al

menos un metal seleccionado del grupo que consiste en oro, plata y cobre.

Descripción detallada de la invención

Puesto que las funciones y propiedades de las partículas finas metálicas tienden a variar en gran medida en función del tamaño de partícula de las mismas, las partículas finas metálicas gruesas que tienen un tamaño de partícula de más de $0,1\ \mu\text{m}$, si se incluyen en las mismas, tiende a provocar el deterioro en las funciones y propiedades de las partículas finas metálicas. Además, a medida que aumenta el tamaño de partícula de las partículas finas metálicas, la velocidad de precipitación de las partículas finas metálicas se vuelve más grande, de modo que las partículas finas metálicas tienden a deteriorarse en cuanto a estabilidad de dispersión. Como resultado, no es posible obtener partículas finas metálicas que tengan una estabilidad en almacenamiento suficiente. Por otro lado, las partículas finas metálicas que tienen un tamaño de partícula más pequeño tienden a provocar un aumento en la energía en un sistema de dispersión de las mismas, de modo que el estado de dispersión de las partículas finas metálicas en la dispersión tiende a ser inestable. En la tecnología descrita en el documento de patente 1, las partículas finas metálicas tienen un tamaño de partícula grande, mientras que en la tecnología descrita en el documento de patente 2, las partículas finas metálicas tienden a ser insuficientes en cuanto a estabilidad de dispersión. Por este motivo, en las tecnologías descritas en estos documentos de patente, no es posible garantizar una buena estabilidad en almacenamiento de la dispersión de las partículas finas metálicas cuando se almacena la dispersión de las partículas finas metálicas en condiciones de alta temperatura durante un periodo de tiempo prolongado.

La presente invención se refiere a una dispersión de partículas finas metálicas que tienen un tamaño de partícula promedio acumulado de no más de $0,1\ \mu\text{m}$, que es excelente en cuanto a estabilidad en almacenamiento en condiciones de alta temperatura, y a una tinta que contiene la dispersión de las partículas finas metálicas.

Los presentes inventores han observado que, al incorporar hidroxiacetona y propilenglicol en la dispersión de las partículas finas metálicas, es posible mejorar la estabilidad de dispersión de las partículas finas metálicas en la dispersión, y los presentes inventores han hallado que la dispersión de las partículas finas metálicas que contiene la hidroxiacetona y el propilenglicol es excelente en cuanto a estabilidad en almacenamiento en condiciones de alta temperatura incluso en el caso en el que el tamaño de partícula promedio acumulado de las partículas finas metálicas es de no más de $0,1\ \mu\text{m}$.

Es decir, la presente invención se refiere a los siguientes aspectos [1] a [6].

[1] Una dispersión de partículas finas metálicas que contiene hidroxiacetona y propilenglicol, en la que el tamaño de partícula promedio acumulado de las partículas finas metálicas es de no menos de $0,01\ \mu\text{m}$ y no más de $0,1\ \mu\text{m}$, en la que la concentración del metal en la dispersión es de no menos del 2 % en masa y no más del 85 % en masa, y en la que el metal que constituye las partículas finas metálicas es al menos un metal seleccionado del grupo que consiste en oro, plata y cobre.

[2] Una tinta que contiene la dispersión de partículas finas metálicas según el aspecto [1] anterior.

[3] Un método para producir un material impreso, que incluye la etapa de aplicar la tinta según el aspecto [2] anterior sobre un medio de impresión para obtener el material impreso sobre el que se forma una película metálica.

[4] Un método para producir una antena para una etiqueta RFID, comprendiendo el método una etapa de aplicar la tinta según el aspecto [2] anterior sobre un sustrato y sinterizar las partículas finas metálicas contenidas en la tinta.

[5] Un método para producir una etiqueta RFID, comprendiendo el método una etapa de producir una antena para una etiqueta RFID según el aspecto [4] anterior.

[6] Un método para producir un condensador cerámico de múltiples capas que incluye una capa de electrodo interno, comprendiendo el método una etapa de producir una capa de electrodo interno a partir de la tinta según el aspecto [2] anterior.

Según la presente invención, es posible proporcionar una dispersión de partículas finas metálicas que tienen un tamaño de partícula promedio acumulado de no más de $0,1\ \mu\text{m}$, que es excelente en cuanto a estabilidad en almacenamiento en condiciones de alta temperatura, y una tinta que contiene la dispersión de partículas finas metálicas.

[Dispersión de partículas finas metálicas]

La dispersión de partículas finas metálicas según la presente invención (a continuación en el presente documento también denominada simplemente "dispersión de partículas finas metálicas" o "dispersión") contiene hidroxiacetona y propilenglicol, en la que el tamaño de partícula promedio acumulado de las partículas finas metálicas es de no menos de $0,01\ \mu\text{m}$ y no más de $0,1\ \mu\text{m}$.

En la dispersión de partículas finas metálicas de la presente invención, las partículas finas metálicas se dispersan en un medio que contiene hidroxiacetona y propilenglicol.

Según la presente invención, es posible obtener la dispersión de partículas finas metálicas que contiene las partículas finas metálicas que tienen un tamaño de partícula promedio acumulado de no más de $0,1\ \mu\text{m}$, y es excelente en cuanto a estabilidad en almacenamiento en condiciones de alta temperatura (a continuación en el presente documento también denominada simplemente "estabilidad en almacenamiento"). Se considera que el motivo por el que pueden lograrse los efectos ventajosos mencionados anteriormente mediante la presente invención es el siguiente, aunque aún no está claramente determinado.

Es decir, la dispersión de partículas finas metálicas de la presente invención contiene la hidroxiacetona y el propilenglicol, en la que la hidroxiacetona contiene un grupo carbonilo y un grupo hidroxilo en una molécula de la misma, y el propilenglicol contiene dos grupos hidroxilo en una molécula del mismo. Por tanto, se considera que puesto que la hidroxiacetona y el propilenglicol se coordinan y adsorben sobre las partículas finas metálicas a través de estos grupos funcionales, puede mejorarse la estabilidad de dispersión de las partículas finas metálicas debido al efecto quelante. Además, se considera que la hidroxiacetona y el propilenglicol presentan un bajo impedimento estérico debido a sus bajos pesos moleculares y, por tanto, pueden coordinarse estrechamente y adsorberse sobre la superficie de las partículas finas metálicas respectivas. Además, la hidroxiacetona (monohidroxiacetona) contiene un grupo metilo hidrófobo y un grupo hidroximetilo hidrófilo que se unen respectivamente en lados opuestos del grupo carbonilo y, por tanto, es excelente en cuanto al equilibrio entre propiedades hidrófilas e hidrófobas. Por este motivo, se considera que incluso cuando se almacena la dispersión de partículas finas metálicas en condiciones de alta temperatura que habitualmente tienden a provocar el deterioro en la estabilidad de dispersión de las partículas finas metálicas en la misma, la hidroxiacetona apenas se desorbe a partir de la superficie de las partículas finas metálicas respectivas, de modo que es posible mejorar la estabilidad de dispersión de las partículas finas metálicas en la dispersión. Como resultado, se considera que incluso en condiciones de almacenamiento a alta temperatura rigurosas, es posible obtener una dispersión de partículas finas metálicas que es excelente en cuanto a estabilidad en almacenamiento.

<Partículas finas metálicas>

El metal (átomo metálico) que constituye las partículas finas metálicas según la presente invención es al menos un metal seleccionado del grupo que consiste en oro, plata y cobre. Como metal que constituye las partículas finas metálicas, puede usarse sola una clase de metal como metal individual, o pueden usarse dos o más clases de metales en combinación entre sí en forma de una aleación. Entre estos metales, se prefiere la plata. Las clases de metales pueden determinarse mediante espectroscopía de emisión atómica con plasma acoplado inductivamente.

El tamaño de partícula promedio acumulado de las partículas finas metálicas contenidas en la dispersión de partículas finas metálicas es de no menos de $0,01\ \mu\text{m}$, preferiblemente no menos de $0,015\ \mu\text{m}$, más preferiblemente no menos de $0,017\ \mu\text{m}$ e incluso más preferiblemente no menos de $0,02\ \mu\text{m}$ desde el punto de vista de mejorar la estabilidad de dispersión de las partículas finas metálicas y la estabilidad en almacenamiento de la dispersión resultante, y también es de no más de $0,1\ \mu\text{m}$, preferiblemente no más de $0,08\ \mu\text{m}$, más preferiblemente no más de $0,06\ \mu\text{m}$ e incluso más preferiblemente no más de $0,04\ \mu\text{m}$ desde el punto de vista de atomizar finamente las partículas finas metálicas. El tamaño de partícula promedio acumulado puede medirse mediante el método descrito en los ejemplos a continuación.

<Dispersante B>

En la presente invención, se prefiere que las partículas finas metálicas se dispersen en la dispersión con un dispersante B. El dispersante B no está particularmente limitado siempre que sea una sustancia que tenga una función capaz de dispersar las partículas finas metálicas, tal como un tensioactivo, un polímero, etc.

Desde el punto de vista de mejorar la estabilidad de dispersión de las partículas finas metálicas y la estabilidad en almacenamiento de la dispersión resultante, se prefiere que las partículas finas metálicas se dispersen en la dispersión con un polímero (b) como dispersante B. El polímero (b) está preferiblemente en forma de un polímero que contiene un grupo hidrófilo, y se prefiere más que el polímero (b) contenga el grupo hidrófilo en una cadena lateral del mismo.

Los ejemplos del grupo hidrófilo incluyen grupos aniónicos, por ejemplo, grupos que son capaces de liberar iones de hidrógeno tras la disociación de los mismos para permitir que el polímero presente acidez, tales como un grupo carboxilo ($-\text{COOM}$), un grupo ácido sulfónico ($-\text{SO}_3\text{M}$), un grupo ácido fosfórico ($-\text{OPO}_3\text{M}_2$), etc., o formas iónicas disociadas de estos grupos (tales como $-\text{COO}^-$, $-\text{SO}_3^-$, $-\text{OPO}_3^{2-}$ y $-\text{OPO}_3^-\text{M}$), etc.; grupos no iónicos tales como un grupo hidroxilo, un grupo amida, un grupo oxialquileo, etc.; grupos catiónicos tales como sales de ácido protónico de un grupo amino primario, secundario o terciario, un grupo amonio cuaternario, etc.; y similares. En las fórmulas químicas mencionadas anteriormente, M representa un átomo de hidrógeno, un metal alcalino, amonio o un amonio

orgánico.

Desde el punto de vista de mejorar la estabilidad de dispersión de las partículas finas metálicas y la estabilidad en almacenamiento de la dispersión resultante, como polímero (b), se prefieren un polímero que contiene un grupo no iónico y un polímero que contiene un grupo aniónico, y se prefiere más un polímero que contiene un grupo aniónico.

Los ejemplos del polímero no iónico incluyen un polímero que tiene una estructura derivada de vinilpirrolidona, tal como polivinilpirrolidona, etc., un polímero que tiene una estructura derivada de acrilamida, tal como poliacrilamida, etc., poli(alcohol vinílico), un polímero que contiene una cadena de poli(óxido de etileno), y similares.

El polímero que contiene un grupo aniónico está preferiblemente en forma de un polímero que contiene un grupo carboxilo. Como estructura básica del polímero que contiene un grupo carboxilo, pueden mencionarse un polímero basado en condensación tal como un poliéster, un poliuretano, etc.; un polímero a base de vinilo tal como una resina acrílica, una resina a base de estireno, una resina de estireno-acrílicas, una resina a base de silicona acrílica, etc.; y similares.

El polímero (b) contiene preferiblemente un grupo carboxilo en una cadena lateral del mismo desde el punto de vista de mejorar la estabilidad de dispersión de las partículas finas metálicas y la estabilidad en almacenamiento de la dispersión resultante. El grupo carboxilo contenido en el polímero (b) se introduce preferiblemente en un esqueleto polimérico del mismo mediante un monómero que contiene un grupo carboxilo (b-1). Es decir, el polímero (b) contiene preferiblemente una unidad constitucional derivada del monómero que contiene un grupo carboxilo (b-1). Entre estos polímeros, desde el punto de vista de mejorar la estabilidad de dispersión de las partículas finas metálicas y la estabilidad en almacenamiento de la dispersión resultante, se prefiere un polímero a base de vinilo que contiene la unidad constitucional derivada del monómero que contiene un grupo carboxilo (b-1), una unidad constitucional derivada de un monómero hidrófobo (b-2) y una unidad constitucional derivada de un monómero que contiene un segmento de polialquilenglicol (b-3). El polímero (b) puede producirse copolimerizando un monómero de materia prima que contiene el monómero (b-1), el monómero (b-2) y el monómero (b-3). El polímero (b) puede estar en forma de cualquiera de un copolímero de bloque, un copolímero al azar y un copolímero alterno.

[Monómero que contiene un grupo carboxilo (b-1)]

El grupo carboxilo contenido en el monómero (b-1) es el mismo tal como se describió anteriormente.

Los ejemplos específicos del monómero (b-1) incluyen ácidos monocarboxílicos insaturados tales como ácido (met)acrílico, ácido crotónico, ácido 2-metacrililoximetilsuccínico, etc.; ácidos dicarboxílicos insaturados tales como ácido maleico, ácido itacónico, ácido fumárico, ácido citracónico, etc.; y similares. Por cierto, los ácidos dicarboxílicos insaturados mencionados anteriormente pueden estar en forma de un anhídrido de los mismos.

Estos monómeros (b-1) pueden usarse solos o en combinación de cualesquiera dos o más de los mismos.

El monómero (b-1) es preferiblemente al menos un monómero seleccionado del grupo que consiste en ácido (met)acrílico y ácido maleico desde el punto de vista de mejorar la estabilidad de dispersión de las partículas finas metálicas y la estabilidad en almacenamiento de la dispersión resultante.

El término "ácido (met)acrílico", tal como se usa en la presente invención, significa al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en ácido acrílico y ácido metacrílico, y el "ácido (met)acrílico" también se define a continuación en el presente documento del mismo modo.

[Monómero hidrófobo (b-2)]

El monómero (b-2) se usa preferiblemente como componente monomérico del polímero (b) desde el punto de vista de mejorar la estabilidad de dispersión de las partículas finas metálicas y la estabilidad en almacenamiento de la dispersión resultante.

El término "hidrófobo" del monómero hidrófobo, tal como se usa en la presente invención, significa que la solubilidad en agua del monómero tal como se mide disolviendo el monómero en 100 g de agua sometida a intercambio iónico a 25 °C hasta alcanzar la concentración de saturación del mismo es menor de 10 g. La solubilidad en agua del monómero (b-2) es preferiblemente de no más de 5 g y más preferiblemente no más de 1 g desde el punto de vista de mejorar la estabilidad de dispersión de las partículas finas metálicas y la estabilidad en almacenamiento de la dispersión resultante.

El monómero (b-2) es preferiblemente al menos un monómero seleccionado del grupo que consiste en un monómero que contiene un grupo aromático y un (met)acrilato que contiene un grupo hidrocarburo derivado de un alcohol alifático.

El término "(met)acrilato", tal como se usa en la presente invención, significa al menos un compuesto seleccionado

del grupo que consiste en un acrilato y un metacrilato, y el "(met)acrilato" también se define a continuación en el presente documento del mismo modo.

5 El monómero que contiene un grupo aromático es preferiblemente un monómero de vinilo que contiene un grupo aromático que tiene no menos de 6 y no más de 22 átomos de carbono que puede contener un grupo sustituyente que contiene un heteroátomo, y más preferiblemente al menos un monómero seleccionado del grupo que consiste en un monómero a base de estireno y un (met)acrilato que contiene un grupo aromático. El peso molecular del monómero que contiene un grupo aromático es preferiblemente menor de 500.

10 Los ejemplos del monómero a base de estireno incluyen estireno, α -metilestireno, 2-metilestireno, 4-viniltolueno (4-metilestireno), divinilbenceno y similares. Entre estos monómeros a base de estireno, se prefieren estireno y α -metilestireno.

15 Como (met)acrilato que contiene un grupo aromático, se prefieren (met)acrilato de fenilo, (met)acrilato de bencilo, (met)acrilato de fenoxietilo, etc., y se prefiere más (met)acrilato de bencilo.

20 Como (met)acrilato que contiene un grupo hidrocarburo derivado de un alcohol alifático, se prefieren aquellos (met)acrilatos que contienen un grupo hidrocarburo derivado de un alcohol alifático que tiene no menos de 1 y no más de 22 átomos de carbono. Los ejemplos de los (met)acrilatos que contienen un grupo hidrocarburo derivado de un alcohol alifático que tiene no menos de 1 y no más de 22 átomos de carbono incluyen (met)acrilatos que contienen un grupo alquilo lineal, tales como (met)acrilato de metilo, (met)acrilato de etilo, (met)acrilato de propilo, (met)acrilato de butilo, (met)acrilato de pentilo, (met)acrilato de octilo, (met)acrilato de decilo, (met)acrilato de dodecilo, (met)acrilato de estearilo, etc.; (met)acrilatos que contienen un grupo alquilo ramificado, tales como (met)acrilato de isopropilo, (met)acrilato de isobutilo, (met)acrilato de *terc*-butilo, (met)acrilato de isopentilo, (met)acrilato de isooctilo, (met)acrilato de isodecilo, (met)acrilato de isododecilo, (met)acrilato de isoestearilo, (met)acrilato de 2-etilhexilo, etc.; (met)acrilatos que contienen un grupo alquilo alicíclico, tales como (met)acrilato de ciclohexilo, etc.; y similares. De estos (met)acrilatos, se prefieren más aquellos (met)acrilatos que contienen un grupo alquilo que tiene no menos de 6 y no más de 10 átomos de carbono.

30 Estos monómeros (b-2) pueden usarse solos o en combinación de cualesquiera dos o más de los mismos.

35 Como monómero (b-2), desde el punto de vista de mejorar la estabilidad de dispersión de las partículas finas metálicas y la estabilidad en almacenamiento de la dispersión resultante, se prefiere el monómero que contiene un grupo aromático, se prefiere más el monómero a base de estireno, se prefiere incluso más al menos un monómero seleccionado del grupo que consiste en estireno, α -metilestireno, 2-metilestireno y 4-viniltolueno (4-metilestireno), y se prefiere incluso aún más al menos un monómero seleccionado del grupo que consiste en estireno y α -metilestireno.

[Monómero que contiene un segmento de polialquilenglicol (b-3)]

40 El monómero (b-3) se usa preferiblemente como componente monomérico del polímero (b) desde el punto de vista de mejorar la estabilidad de dispersión de las partículas finas metálicas y la estabilidad en almacenamiento de la dispersión resultante.

45 El monómero (b-3) es preferiblemente un monómero que es capaz de introducir un segmento de polialquilenglicol en el polímero (b) como cadena lateral del polímero (b) desde el punto de vista de mejorar la estabilidad de dispersión de las partículas finas metálicas y la estabilidad en almacenamiento de la dispersión resultante. Los ejemplos del monómero (b-3) incluyen un (met)acrilato de polialquilenglicol, un (met)acrilato de alcoxipolialquilenglicol, un (met)acrilato de fenoxialquilenglicol, y similares. Estos monómeros (b-3) pueden usarse solos o en combinación de cualesquiera dos o más de los mismos.

50 Como monómero (b-3), se prefiere al menos un monómero seleccionado del grupo que consiste en un (met)acrilato de polialquilenglicol y un (met)acrilato de alcoxipolialquilenglicol, y se prefiere más un (met)acrilato de alcoxipolialquilenglicol. El número de átomos de carbono en un grupo alcoxilo del (met)acrilato de alcoxipolialquilenglicol es preferiblemente de no menos de 1 y no más de 8, y más preferiblemente no menos de 1 y no más de 4.

55 Los ejemplos del (met)acrilato de alcoxipolialquilenglicol incluyen (met)acrilatos de metoxipolialquilenglicol, (met)acrilatos de etoxipolialquilenglicol, (met)acrilatos de propoxipolialquilenglicol, (met)acrilatos de butoxipolialquilenglicol, (met)acrilatos de octoxipolialquilenglicol, y similares.

60 El segmento de polialquilenglicol del monómero (b-3) contiene preferiblemente una unidad derivada de un óxido de alquileo que tiene no menos de 2 y no más de 4 átomos de carbono. Los ejemplos del óxido de alquileo incluyen óxido de etileno, óxido de propileno, óxido de butileno, y similares.

65 El número de las unidades derivadas del óxido de alquileo en el segmento de polialquilenglicol mencionado

anteriormente es preferiblemente de no menos de 2, más preferiblemente no menos de 5 e incluso más preferiblemente no menos de 10, y también es preferiblemente de no más de 100, más preferiblemente no más de 70 e incluso más preferiblemente no más de 50.

El segmento de polialquilenglicol mencionado anteriormente es preferiblemente un copolímero que contiene una unidad derivada de óxido de etileno y una unidad derivada de óxido de propileno desde el punto de vista de mejorar la estabilidad de dispersión de las partículas finas metálicas y la estabilidad en almacenamiento de la dispersión resultante. La razón molar de la unidad de óxido de etileno (EO) con respecto a la unidad de óxido de propileno (PO) [EO/PO] es preferiblemente de no menos de 60/40, más preferiblemente no menos de 65/35 e incluso más preferiblemente no menos de 70/30, y también es preferiblemente de no más de 90/10, más preferiblemente no más de 85/15 e incluso más preferiblemente no más de 80/20.

El copolímero que contiene la unidad derivada de óxido de etileno y la unidad derivada de óxido de propileno puede estar en forma de cualquiera de un copolímero de bloque, un copolímero al azar y un copolímero alterno.

Los ejemplos específicos de productos disponibles comercialmente del monómero (b-3) incluyen "NK ESTER AM-90G", "NK ESTER AM-130G", "NK ESTER AMP-20GY", "NK ESTER AMP-230G", "NK ESTER M-20G", "NK ESTER M-40G", "NK ESTER M-90G", "NK ESTER M-230G" y similares como productos disponibles de Shin-Nakamura Chemical Co., Ltd.; y "BLEMMEER PE-90", "BLEMMEER PE-200", "BLEMMEER PE-350" y similares, "BLEMMEER PME-100", "BLEMMEER PME-200", "BLEMMEER PME-400", "BLEMMEER PME-1000", "BLEMMEER PME-4000" y similares, "BLEMMEER PP-500", "BLEMMEER PP-800", "BLEMMEER PP-1000" y similares, "BLEMMEER AP-150", "BLEMMEER AP-400", "BLEMMEER AP-550" y similares, y "BLEMMEER 50PEP-300", "BLEMMEER 50POEP-800B", "BLEMMEER 43PAPE-600B" y similares como productos disponibles de NOF Corporation.

(Contenidos de los monómeros respectivos en el monómero de materia prima o contenidos de las unidades constitucionales respectivas en el polímero (b))

Los contenidos de los monómeros (b-1) a (b-3) mencionados anteriormente en el monómero de materia prima (contenidos de componentes no neutralizados; a continuación en el presente documento definidos del mismo modo) tras la producción del polímero (b), o los contenidos de las unidades constitucionales derivadas de los monómeros (b-1) a (b-3) en el polímero (b), son los siguientes, desde el punto de vista de mejorar la estabilidad de dispersión de las partículas finas metálicas y la estabilidad en almacenamiento de la dispersión resultante.

El contenido del monómero (b-1) es preferiblemente de no menos del 5 % en mol, más preferiblemente no menos del 10 % en mol e incluso más preferiblemente no menos del 15 % en mol, y también es preferiblemente de no más del 40 % en mol, más preferiblemente no más del 35 % en mol e incluso más preferiblemente no más del 30 % en mol.

El contenido del monómero (b-2) es preferiblemente de no menos del 50 % en mol, más preferiblemente no menos del 60 % en mol e incluso más preferiblemente no menos del 65 % en mol, y también es preferiblemente de no más del 90 % en mol, más preferiblemente no más del 85 % en mol e incluso más preferiblemente no más del 80 % en mol.

El contenido del monómero (b-3) es preferiblemente de no menos del 1 % en mol, más preferiblemente no menos del 5 % en mol e incluso más preferiblemente no menos del 7 % en mol, y también es preferiblemente de no más del 30 % en mol, más preferiblemente no más del 20 % en mol e incluso más preferiblemente no más del 15 % en mol.

El polímero (b) contiene preferiblemente una unidad constitucional derivada de ácido (met)acrílico o ácido maleico como monómero (b-1), una unidad constitucional derivada de un monómero a base de estireno como monómero (b-2) y una unidad constitucional derivada de un (met)acrilato de alcoxi-polialquilenglicol como monómero (b-3).

Como polímero (b), puede usarse o bien un producto sintetizado obtenido mediante métodos convencionalmente conocidos o bien un producto disponible comercialmente. Los ejemplos del producto disponible comercialmente del polímero (b) incluyen "DISPERBYK-190" y "DISPERBYK-2015" ambos disponibles de BYK Chemie GmbH, y similares.

El peso molecular promedio en número del polímero (b) es preferiblemente de no menos de 1.000, más preferiblemente no menos de 2.000 e incluso más preferiblemente no menos de 3.000, y también es preferiblemente de no más de 100.000, más preferiblemente no más de 50.000, incluso más preferiblemente no más de 30.000, incluso aún más preferiblemente no más de 10.000 y todavía incluso aún más preferiblemente no más de 7.000. Cuando el peso molecular promedio en número del polímero (b) se encuentra dentro del intervalo mencionado anteriormente, la adsorción del polímero (b) sobre las partículas finas metálicas es suficiente, de modo que las partículas finas metálicas pueden presentar una buena estabilidad de dispersión en la dispersión. El peso molecular promedio en número puede medirse mediante el método descrito en los ejemplos a continuación.

El índice de acidez del polímero (b) es preferiblemente de no menos de 5 mg de KOH/g, más preferiblemente no

menos de 10 mg de KOH/g e incluso más preferiblemente no menos de 15 mg de KOH/g, y también es preferiblemente de no más de 200 mg de KOH/g, más preferiblemente no más de 100 mg de KOH/g, incluso más preferiblemente no más de 50 mg de KOH/g e incluso aún más preferiblemente no más de 30 mg de KOH/g.

- 5 El índice de acidez del polímero (b) puede medirse mediante el método descrito en los ejemplos a continuación.

Los ejemplos de la configuración del polímero (b) en la dispersión de partículas finas metálicas incluyen la configuración en la que el polímero (b) se adsorbe sobre las partículas finas metálicas respectivas, la configuración en la que las partículas finas metálicas se incorporan en el polímero (b), es decir, las partículas finas metálicas se encierran (encapsulan) en el polímero (b), y la configuración en la que el polímero (b) no se adsorbe sobre las partículas finas metálicas respectivas. Desde el punto de vista de mejorar la estabilidad de dispersión de las partículas finas metálicas, entre estas configuraciones, se prefiere la configuración en la que las partículas finas metálicas se incorporan en el polímero (b), y se prefiere más la configuración que encierra las partículas finas metálicas en la que las partículas finas metálicas se encierran en el polímero (b).

15 La razón en masa del polímero (b) con respecto a la suma del polímero (b) y el metal [polímero (b)/(polímero (b) + metal)] en la dispersión de partículas finas metálicas es preferiblemente de no menos de 0,01, más preferiblemente no menos de 0,03 e incluso más preferiblemente no menos de 0,05, y también es preferiblemente de no más de 0,3, más preferiblemente no más de 0,2 e incluso más preferiblemente no más de 0,15, desde el punto de vista de mejorar la estabilidad de dispersión de las partículas finas metálicas y la estabilidad en almacenamiento de la dispersión resultante.

20 La razón en masa [polímero (b)/(polímero (b) + metal)] mencionada anteriormente se calcula a partir de las masas del polímero (b) y el metal que pueden medirse mediante el método descrito en los ejemplos a continuación usando un aparato de medición simultánea termogravimétrica diferencial (TG/DTA).

<Hidroxiacetona>

30 La dispersión de partículas finas metálicas de la presente invención contiene hidroxiacetona desde el punto de vista de mejorar la estabilidad de dispersión de las partículas finas metálicas y la estabilidad en almacenamiento de la dispersión resultante.

El contenido de la hidroxiacetona en la dispersión de partículas finas metálicas es preferiblemente de no menos del 0,05 % en masa, más preferiblemente no menos del 0,1 % en masa e incluso más preferiblemente no menos del 0,2 % en masa, y también es preferiblemente de no más del 30 % en masa, más preferiblemente no más del 20 % en masa, incluso más preferiblemente no más del 10 % en masa, incluso aún más preferiblemente no más del 5 % en masa y todavía incluso aún más preferiblemente no más del 3 % en masa, desde el punto de vista de mejorar la estabilidad de dispersión de las partículas finas metálicas y la estabilidad en almacenamiento de la dispersión resultante.

40 La razón en masa de la hidroxiacetona con respecto al metal [hidroxiacetona/metal] en la dispersión de partículas finas metálicas es preferiblemente de no menos de 0,005 y más preferiblemente no menos de 0,01, y también es preferiblemente de no más de 5, más preferiblemente no más de 3, incluso más preferiblemente no más de 2, incluso aún más preferiblemente no más de 1, todavía incluso aún más preferiblemente no más de 0,5 y de manera adicionalmente preferible no más de 0,1, desde el punto de vista de mejorar la estabilidad de dispersión de las partículas finas metálicas y la estabilidad en almacenamiento de la dispersión resultante.

50 El contenido de la hidroxiacetona y la razón en masa [hidroxiacetona/metal] mencionada anteriormente en la dispersión de partículas finas metálicas pueden medirse y calcularse mediante los métodos descritos en los ejemplos a continuación.

<Propilenglicol>

55 La dispersión de partículas finas metálicas de la presente invención contiene propilenglicol desde el punto de vista de mejorar la estabilidad de dispersión de las partículas finas metálicas y la estabilidad en almacenamiento de la dispersión resultante.

60 El contenido del propilenglicol en la dispersión de partículas finas metálicas es preferiblemente de no menos del 0,1 % en masa y más preferiblemente no menos del 0,3 % en masa, y también es preferiblemente de no más del 90 % en masa, más preferiblemente no más del 85 % en masa, incluso más preferiblemente no más del 80 % en masa, incluso aún más preferiblemente no más del 75 % en masa y todavía incluso aún más preferiblemente no más del 70 % en masa, desde el punto de vista de mejorar la estabilidad de dispersión de las partículas finas metálicas y la estabilidad en almacenamiento de la dispersión resultante.

65 En la presente invención, el propilenglicol también puede usarse como medio de dispersión para la dispersión de partículas finas metálicas. En este caso, el contenido del propilenglicol en la dispersión de partículas finas metálicas

es preferiblemente de no menos del 30 % en masa, más preferiblemente no menos del 40 % en masa e incluso más preferiblemente no menos del 50 % en masa, y también es preferiblemente de no más del 90 % en masa, más preferiblemente no más del 80 % en masa e incluso más preferiblemente no más del 70 % en masa, desde el punto de vista de mejorar la estabilidad de dispersión de las partículas finas metálicas y la estabilidad en almacenamiento de la dispersión resultante.

La razón en masa del propilenglicol con respecto al metal [propilenglicol/metal] en la dispersión de partículas finas metálicas es preferiblemente de no menos de 0,01, más preferiblemente no menos de 0,02 e incluso más preferiblemente no menos de 0,05, y también es preferiblemente de no más de 20, más preferiblemente no más de 10, incluso más preferiblemente no más de 5, incluso aún más preferiblemente no más de 4 y todavía incluso aún más preferiblemente no más de 3, desde el punto de vista de mejorar la estabilidad de dispersión de las partículas finas metálicas y la estabilidad en almacenamiento de la dispersión resultante.

El contenido total de la hidroxiacetona y el propilenglicol en la dispersión de partículas finas metálicas es preferiblemente de no menos del 0,1 % en masa, más preferiblemente no menos del 0,5 % en masa, incluso más preferiblemente no menos del 1 % en masa, incluso aún más preferiblemente no menos del 10 % en masa, todavía incluso aún más preferiblemente no menos del 30 % en masa y de manera adicionalmente preferible no menos del 50 % en masa, y también es preferiblemente de no más del 95 % en masa, más preferiblemente no más del 85 % en masa, incluso más preferiblemente no más del 80 % en masa e incluso aún más preferiblemente no más del 75 % en masa, desde el punto de vista de mejorar la estabilidad de dispersión de las partículas finas metálicas y la estabilidad en almacenamiento de la dispersión resultante.

La razón en masa de la hidroxiacetona con respecto al propilenglicol [hidroxiacetona/propilenglicol] en la dispersión de partículas finas metálicas es preferiblemente de no menos de 0,001, más preferiblemente no menos de 0,005, incluso más preferiblemente no menos de 0,01 e incluso aún más preferiblemente no menos de 0,015, y también es preferiblemente de no más de 5,5, más preferiblemente no más de 5, incluso más preferiblemente no más de 4, incluso aún más preferiblemente no más de 3, todavía incluso aún más preferiblemente no más de 2 y de manera adicionalmente preferible no más de 1, desde el punto de vista de mejorar la estabilidad de dispersión de las partículas finas metálicas y la estabilidad en almacenamiento de la dispersión resultante.

El contenido del propilenglicol en la dispersión de partículas finas metálicas, el contenido total de la hidroxiacetona y el propilenglicol en la dispersión de partículas finas metálicas y las razones en masas respectivas mencionadas anteriormente pueden medirse y calcularse mediante los métodos descritos en los ejemplos a continuación.

<Ácido carboxílico>

La dispersión de partículas finas metálicas de la presente invención contiene además preferiblemente un ácido (poli)carboxílico que tiene no menos de 1 y no más de 24 átomos de carbono, más preferiblemente un ácido monocarboxílico que tiene no menos de 1 y no más de 24 átomos de carbono (a continuación en el presente documento también denominado simplemente "ácido monocarboxílico"), desde el punto de vista de mejorar la estabilidad de dispersión de las partículas finas metálicas y la estabilidad en almacenamiento de la dispersión resultante. El ácido carboxílico mencionado anteriormente también puede contener un grupo funcional distinto de un grupo carboxilo. Los ejemplos del grupo funcional distinto de un grupo carboxilo incluyen grupos funcionales que pueden coordinarse con las partículas finas metálicas, tales como un grupo funcional que contiene un átomo de halógeno, un grupo funcional que contiene al menos un heteroátomo, tal como un grupo tiol, un grupo hidroxilo, etc., y similares.

El número de átomos de carbono contenidos en el ácido monocarboxílico es preferiblemente de no menos de 1, y también es preferiblemente de no más de 20, más preferiblemente no más de 16, incluso más preferiblemente no más de 10, incluso aún más preferiblemente no más de 8 y todavía incluso aún más preferiblemente no más de 6.

El ácido monocarboxílico está preferiblemente en forma de un ácido monocarboxílico alifático saturado desde el punto de vista de mejorar la estabilidad de dispersión de las partículas finas metálicas y la estabilidad en almacenamiento de la dispersión resultante.

Los ejemplos del ácido monocarboxílico alifático saturado incluyen ácidos carboxílicos alifáticos lineales tales como ácido fórmico, ácido acético, ácido propiónico, ácido butírico, ácido valérico, ácido caproico, ácido caprílico, ácido cáprico, ácido láurico, ácido palmítico, etc., y similares. Entre estos ácidos monocarboxílicos alifáticos saturados, se prefiere al menos un ácido seleccionado del grupo que consiste en ácido fórmico, ácido acético y ácido propiónico, se prefiere más al menos un ácido seleccionado del grupo que consiste en ácido acético y ácido fórmico, y se prefiere incluso más una combinación de ácido acético y ácido fórmico.

En el caso en el que el ácido monocarboxílico esté contenido en la dispersión de partículas finas metálicas, el contenido del ácido monocarboxílico en la dispersión de partículas finas metálicas es preferiblemente de no menos del 0,1 % en masa, más preferiblemente no menos del 0,3 % en masa e incluso más preferiblemente no menos del 0,5 % en masa, y también es preferiblemente de no más del 30 % en masa, más preferiblemente no más del 20 %

en masa, incluso más preferiblemente no más del 10 % en masa, incluso aún más preferiblemente no más del 5 % en masa, todavía incluso aún más preferiblemente no más del 3 % en masa y de manera adicionalmente preferible no más del 2 % en masa, desde el punto de vista de mejorar la estabilidad de dispersión de las partículas finas metálicas y la estabilidad en almacenamiento de la dispersión resultante.

En el caso en el que el ácido monocarboxílico esté contenido en la dispersión de partículas finas metálicas, la razón en masa del ácido monocarboxílico con respecto al metal [ácido monocarboxílico/metal] en la dispersión de partículas finas metálicas es preferiblemente de no menos de 0,005, más preferiblemente no menos de 0,01, incluso más preferiblemente no menos de 0,02 e incluso aún más preferiblemente no menos de 0,03, y también es preferiblemente de no más de 1,5, más preferiblemente no más de 1, incluso más preferiblemente no más de 0,5 e incluso aún más preferiblemente no más de 0,1, desde el punto de vista de mejorar la estabilidad de dispersión de las partículas finas metálicas y la estabilidad en almacenamiento de la dispersión resultante.

El contenido del ácido monocarboxílico en la dispersión de partículas finas metálicas y la razón en masa [ácido monocarboxílico/metal] mencionada anteriormente pueden medirse y calcularse mediante los métodos descritos en los ejemplos a continuación.

La concentración del metal en la dispersión de partículas finas metálicas es de no menos del 2 % en masa, más preferiblemente no menos del 5 % en masa, incluso más preferiblemente no menos del 10 % en masa, incluso aún más preferiblemente no menos del 15 % en masa y todavía incluso aún más preferiblemente no menos del 20 % en masa, por ejemplo, desde el punto de vista de facilitar la preparación de la tinta usando la dispersión mencionada anteriormente, y también es de no más del 85 % en masa, más preferiblemente no más del 70 % en masa, incluso más preferiblemente no más del 50 % en masa e incluso aún más preferiblemente no más del 40 % en masa desde el punto de vista de mejorar la estabilidad de dispersión de las partículas finas metálicas y la estabilidad en almacenamiento de la dispersión resultante.

Por cierto, la concentración del metal en la dispersión de partículas finas metálicas puede medirse y calcularse mediante el método descrito en los ejemplos a continuación.

(Producción de la dispersión de partículas finas metálicas)

La dispersión de partículas finas metálicas de la presente invención puede producirse mediante un método (i) de añadir un medio de dispersión a partículas finas metálicas preliminarmente preparadas mediante métodos convencionalmente conocidos, seguido de mezclar la dispersión resultante, un método (ii) de mezclar un compuesto de materia prima metálico A, un dispersante B y un agente reductor C entre sí para someter el compuesto de materia prima metálico A a una reacción de reducción, y similares. Entre estos métodos, desde el punto de vista de mejorar la estabilidad de dispersión de las partículas finas metálicas y la estabilidad en almacenamiento de la dispersión resultante, se prefiere el método (ii) que incluye la siguiente etapa 1.

Etapla 1: mezclar el compuesto de materia prima metálico A, el dispersante B y el agente reductor C entre sí.

Al llevar a cabo la etapa 1 mencionada anteriormente, el compuesto de materia prima metálico A se somete a una reacción de reducción mediante el agente reductor C para formar partículas finas metálicas que se dispersan con el dispersante B. En la etapa 1, el compuesto de materia prima metálico A, el dispersante B y el agente reductor C pueden mezclarse entre sí mediante métodos convencionalmente conocidos, y el orden de mezclado de los componentes respectivos no está particularmente limitado.

La temperatura usada en la reacción de reducción es preferiblemente no inferior a 10 °C, más preferiblemente no inferior a 20 °C e incluso más preferiblemente no inferior a 30 °C, y también es preferiblemente no superior a 70 °C, más preferiblemente no superior a 60 °C e incluso más preferiblemente no superior a 50 °C. La reacción de reducción puede llevarse a cabo o bien en aire atmosférico o bien en una atmósfera de un gas inerte tal como gas de nitrógeno, etc.

<Compuesto de materia prima metálico A>

El compuesto de materia prima metálico A no está particularmente limitado siempre que sea un compuesto que contiene el metal mencionado anteriormente. Los ejemplos del compuesto de materia prima metálico A incluyen sales metálicas de ácidos inorgánicos o ácidos orgánicos, óxidos metálicos, hidróxidos metálicos, sulfuros metálicos, haluros metálicos, y similares. Los ejemplos específicos de las sales metálicas mencionadas anteriormente incluyen sales metálicas de ácidos inorgánicos, tales como sales de ácido nítrico, sales de ácido nitroso, sales de ácido sulfúrico, sales de ácido carbónico, sales de amonio, sales de ácido perclórico, etc.; sales metálicas de ácidos orgánicos, tales como sales de ácido acético, etc.; y similares. Estos compuestos de materia prima metálicos A pueden usarse solos o en forma de una mezcla de cualesquiera dos o más de los mismos. Entre estos compuestos de materia prima metálicos A, se prefiere al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en sales metálicas de ácidos inorgánicos o ácidos orgánicos y óxidos metálicos, se prefiere más al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en sales metálicas de ácido nítrico y óxidos metálicos, y se prefieren incluso

más los óxidos metálicos. En el caso en el que el compuesto de materia prima metálico A esté en forma de un óxido metálico, no están contenidos contraiones del metal como impurezas en la dispersión resultante, de modo que es posible obtener la dispersión de partículas finas metálicas sin la necesidad de someter la dispersión a un tratamiento de purificación tal como diálisis, etc.

5 Como óxidos metálicos, se prefieren óxidos de oro, plata y cobre, se prefiere incluso aún más al menos un óxido seleccionado del grupo que consiste en óxido de oro, óxido de plata y óxido de cobre, y se prefiere todavía incluso aún más al menos un óxido seleccionado del grupo que consiste en óxido de plata y óxido de oro.

10 <Agente reductor C>

El agente reductor C usado en el presente documento no está particularmente limitado, y puede ser o bien un agente reductor inorgánico o bien un agente reductor orgánico.

15 Los ejemplos del agente reductor orgánico incluyen alcoholes tales como etilenglicol, propilenglicol, etc.; aldehídos tales como formaldehído, acetaldehído, propionaldehído, etc.; ácidos tales como ácido ascórbico, ácido cítrico, etc., y sales de los mismos; aminas alifáticas, por ejemplo, alcanolaminas tales como etanolamina, *N*-metiletanolamina, *N,N*-dimetiletanolamina (2-(dimetilamino)etanol), *N,N*-dietiletanolamina, dietanolamina, *N*-metildietanolamina, trietanolamina, propanolamina, *N,N*-dimetilpropanolamina, butanolamina, hexanolamina, etc., alquilaminas tales
20 como propilamina, butilamina, hexilamina, dietilamina, dipropilamina, dimetiletilamina, dietilmetilamina, trietilamina, etc., y (poli)alquilenpoliaminas tales como etilendiamina, trietilendiamina, tetrametiletilendiamina, dietilentriamina, dipropilendiamina, trietilendiamina, tetraetilenpentamina, etc.; aminas alicíclicas tales como piperidina, pirrolidina, *N*-metilpirrolidina, morfolina, etc.; aminas aromáticas tales como anilina, *N*-metilanilina, toluidina, anisidina, fenetidina, etc.; aralquilaminas tales como bencilamina, *N*-metilbencilamina, etc.; y similares.

25 Los ejemplos del agente reductor inorgánico incluyen sales de hidruro de boro tales como hidruro de boro y sodio, hidruro de boro y amonio, etc.; sales de hidruro de aluminio tales como hidruro de aluminio y litio, hidruro de aluminio y potasio, etc.; hidrazinas tales como hidrazina, carbonato de hidrazina, etc.; gas de hidrógeno; y similares.

30 Por cierto, estos agentes reductores C pueden usarse solos o en combinación de cualesquiera dos o más de los mismos.

El agente reductor C es preferiblemente el agente reductor orgánico, más preferiblemente al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en alcoholes y aminas, incluso más preferiblemente al menos un compuesto
35 seleccionado del grupo que consiste en etilenglicol, propilenglicol y una alcanolamina que tiene no menos de 2 y no más de 6 átomos de carbono, e incluso aún más preferiblemente al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en propilenglicol y *N,N*-dimetiletanolamina.

En el caso en el que el propilenglicol se use como agente reductor C, el propilenglicol se oxida durante la reacción
40 de reducción para producir de ese modo la hidroxiacetona. Por tanto, ajustando de manera adecuada las condiciones de la reacción de reducción, es posible controlar los contenidos de la hidroxiacetona y el propilenglicol en la dispersión de partículas finas metálicas. Además, puesto que el propilenglicol también funciona como medio de dispersión para la dispersión de partículas finas metálicas, no se requiere ninguna etapa de añadir por separado un medio de dispersión adicional, lo que es preferible desde el punto de vista de facilitar la producción de la dispersión
45 de partículas finas metálicas. Además, en la realización en la que la dispersión de partículas finas metálicas contiene además el ácido monocarboxílico, cuando se ajustan las condiciones de las reacciones de reducción usando el propilenglicol como agente reductor, la hidroxiacetona mencionada anteriormente se oxida adicionalmente durante la reacción de reducción para producir de ese modo ácido fórmico y ácido acético. En un caso de este tipo, no se requiere ninguna etapa de añadir por separado un ácido monocarboxílico adicional, lo que también es preferible
50 desde el punto de vista de facilitar la producción de la dispersión de partículas finas metálicas.

En el caso en el que un agente reductor distinto del propilenglicol se use como agente reductor C, se prefiere que la etapa 1 incluya la etapa 1-1 y la etapa 1-2 siguientes.

55 Etapa 1-1: mezclar una mezcla que contiene el compuesto de materia prima metálico A y el dispersante B con el agente reductor C para obtener un líquido de dispersión de las partículas finas metálicas; y

Etapa 1-2: añadir el propilenglicol al líquido de dispersión de las partículas finas metálicas obtenido en la etapa 1-1 y luego añadir la hidroxiacetona al mismo.

60 El compuesto de materia prima metálico A y el dispersante B usados en la etapa 1-1 pueden ser los mismos que los descritos anteriormente. El compuesto de materia prima metálico A es preferiblemente una sal metálica de ácido nítrico, y más preferiblemente nitrato de plata.

65 En la etapa 1-1, puede usarse además un disolvente a base de agua D. El disolvente a base de agua D usado en la etapa 1-1 contiene preferiblemente agua como componente principal, y puede contener además un disolvente

orgánico. Los ejemplos del disolvente orgánico incluyen alcoholes alifáticos que tienen no menos de 1 y no más de 4 átomos de carbono, tales como etanol, 2-propanol, etc., cetonas que tienen no menos de 3 y no más de 8 átomos de carbono, tales como acetona, etc., éteres tales como tetrahidrofurano, etc., y similares.

5 El contenido de agua en el disolvente a base de agua D es preferiblemente de no menos del 60 % en masa, más preferiblemente no menos del 70 % en masa, incluso más preferiblemente no menos del 90 % en masa e incluso aún más preferiblemente no menos del 95 % en masa desde el punto de vista de mejorar la idoneidad medioambiental de la dispersión resultante.

10 Cuando se usa el disolvente a base de agua D en la etapa 1-1, el disolvente a base de agua D también puede usarse como medio de dispersión para la dispersión de partículas finas metálicas resultante. Además, en la etapa 1-2, después de añadir el propilenglicol al líquido de dispersión de las partículas finas metálicas obtenido en la etapa 1-1, el disolvente a base de agua D puede eliminarse mediante destilación a partir de la dispersión resultante.

15 (Cantidades de los respectivos componentes cargadas)

Las cantidades de los respectivos componentes cargadas basadas en la cantidad total del compuesto de materia prima metálico A, el dispersante B y el agente reductor C cargada durante la producción de la dispersión de partículas finas metálicas son las siguientes, desde el punto de vista de mejorar la estabilidad de dispersión de las partículas finas metálicas y la estabilidad en almacenamiento de la dispersión resultante, así como desde el punto de vista de aumentar la productividad de la dispersión.

20 La cantidad del compuesto de materia prima metálico A cargada basada en la cantidad total del compuesto de materia prima metálico A, el dispersante B y el agente reductor C cargada es preferiblemente de no menos del 10 % en masa, más preferiblemente no menos del 20 % en masa e incluso más preferiblemente no menos del 30 % en masa, y también es preferiblemente de no más del 60 % en masa, más preferiblemente no más del 50 % en masa e incluso más preferiblemente no más del 40 % en masa.

30 La cantidad del dispersante B cargada basada en la cantidad total del compuesto de materia prima metálico A, el dispersante B y el agente reductor C cargada es preferiblemente de no menos del 0,2 % en masa, más preferiblemente no menos del 0,5 % en masa e incluso más preferiblemente no menos del 1 % en masa, y también es preferiblemente de no más del 10 % en masa, más preferiblemente no más del 7 % en masa e incluso más preferiblemente no más del 5 % en masa.

35 La cantidad del agente reductor C cargada basada en la cantidad total del compuesto de materia prima metálico A, el dispersante B y el agente reductor C cargada es preferiblemente de no menos del 25 % en masa, más preferiblemente no menos del 40 % en masa e incluso más preferiblemente no menos del 50 % en masa, y también es preferiblemente de no más del 95 % en masa, más preferiblemente no más del 90 % en masa e incluso más preferiblemente no más del 85 % en masa.

40 En el caso en el que se use el disolvente a base de agua D, la cantidad del disolvente a base de agua D cargada basada en 100 partes en masa de la cantidad total del compuesto de materia prima metálico A, el dispersante B y el agente reductor C cargada es preferiblemente de no menos de 10 partes en masa, más preferiblemente no menos de 20 partes en masa e incluso más preferiblemente no menos de 30 partes en masa, y también es preferiblemente de no más de 60 partes en masa, más preferiblemente no más de 50 partes en masa e incluso más preferiblemente no más de 40 partes en masa.

50 En la presente invención, desde el punto de vista de retirar impurezas tales como el agente reductor sin reaccionar, un exceso del polímero (b) que no tiene ninguna contribución a la dispersión de las partículas finas metálicas, etc., el método mencionado anteriormente puede incluir además la etapa de purificar la dispersión de partículas finas metálicas obtenida en la etapa 1 o el líquido de dispersión de las partículas finas metálicas obtenido en la etapa 1-1.

55 El método de purificar la dispersión de partículas finas metálicas o el líquido de dispersión de las partículas finas metálicas no está particularmente limitado, y pueden usarse diversos métodos que incluyen tratamientos con membrana tales como diálisis, ultrafiltración, etc.; tratamientos de separación centrífuga; y similares. Entre estos métodos, desde el punto de vista de retirar de manera eficiente las impurezas a partir de la dispersión resultante, se prefieren los tratamientos con membrana, y se prefiere más la diálisis. Como material de una membrana de diálisis usada en la diálisis, se usa preferiblemente una celulosa regenerada.

60 El corte de peso molecular de la membrana de diálisis es preferiblemente de no menos de 1.000, más preferiblemente no menos de 5.000 e incluso más preferiblemente no menos de 10.000, y también es preferiblemente de no más de 100.000 y más preferiblemente no más de 70.000, desde el punto de vista de retirar de manera eficiente las impurezas a partir de la dispersión resultante.

65 La dispersión de partículas finas metálicas de la presente invención es excelente en cuanto a estabilidad de dispersión de las partículas finas metálicas en la misma, así como en cuanto a estabilidad en almacenamiento en

condiciones de alta temperatura. Por tanto, una película metálica formada usando la dispersión de partículas finas metálicas puede presentar excelentes propiedades y funciones, de modo que es posible usar la dispersión de partículas finas metálicas en aplicaciones más amplias. Los ejemplos de las aplicaciones de la dispersión de partículas finas metálicas incluyen diversas tintas; materiales conductores tales como materiales de cableado, materiales de electrodos, MLCC (condensador cerámico de múltiples capas; a continuación en el presente documento también denominado simplemente "MLCC"), etc.; materiales de unión tales como soldaduras, etc.; diversos sensores; antenas para etiquetas de técnica de identificación automática (RFID: identificador de radiofrecuencia; a continuación en el presente documento también denominadas simplemente "RFID") que usan comunicación por radio de corto alcance, etc.; catalizadores; materiales ópticos; materiales médicos; y similares.

[Tinta]

La tinta de la presente invención contiene la dispersión de partículas finas metálicas. Puesto que la dispersión de partículas finas metálicas contiene las partículas finas metálicas que tienen un tamaño de partícula promedio acumulado de no más de $0,1\ \mu\text{m}$, es posible reducir las irregularidades en la superficie de una película metálica cuando se forma la película metálica a partir de la tinta. Además, se considera que puesto que la hidroxiacetona y el propilenglicol tienden a desorberse fácilmente a partir de la superficie de la película metálica debido a sus bajos pesos moleculares durante la etapa de secado de la tinta tras la formación de la película metálica usando la tinta y, por tanto, las partículas finas metálicas tienden a entrar en un contacto íntimo entre sí, es probable que los denominados colores de plasmón desaparezcan de la superficie de la película metálica, y se presenta un brillo metálico inherente de los mismos, de modo que puede mejorarse el brillo de la película metálica resultante.

Además, la hidroxiacetona y el propilenglicol contenidos en la dispersión de partículas finas metálicas tienden a desorberse fácilmente a partir de la superficie de la película metálica debido a sus bajos pesos moleculares durante la etapa de sinterización de las partículas finas metálicas tras la formación de la película metálica usando la tinta, y el estrechamiento entre las partículas finas metálicas tiende a avanzar rápidamente, de modo que es posible formar una película metálica que tiene una alta conductividad.

La tinta mencionada anteriormente está preferiblemente en forma de una tinta a base de agua que se prepara mezclando la dispersión de partículas finas metálicas y agua (a continuación en el presente documento también denominada simplemente "tinta a base de agua") desde el punto de vista de reducir la carga sobre los entornos de trabajo y los entornos naturales.

El término "tinta a base de agua", tal como se usa en la presente invención, significa una tinta en la que el agua tiene el contenido más grande entre los componentes de un medio contenido en la tinta.

La tinta contiene preferiblemente un disolvente orgánico desde el punto de vista de mejorar la estabilidad en almacenamiento de la tinta. El disolvente orgánico contiene preferiblemente uno o más disolventes orgánicos que tienen un punto de ebullición no inferior a $90\ ^\circ\text{C}$. El valor medio ponderado de los puntos de ebullición del uno o más disolventes orgánicos es preferiblemente no inferior a $150\ ^\circ\text{C}$ y más preferiblemente no inferior a $180\ ^\circ\text{C}$, y también es preferiblemente no superior a $240\ ^\circ\text{C}$, más preferiblemente no superior a $220\ ^\circ\text{C}$ e incluso más preferiblemente no superior a $200\ ^\circ\text{C}$.

Los ejemplos del disolvente orgánico mencionado anteriormente incluyen un alcohol polihidroxilado, un alquil éter de alcohol polihidroxilado, un compuesto heterocíclico que contiene nitrógeno, una amida, una amina, un compuesto que contiene azufre, y similares. De estos disolventes orgánicos, se prefiere al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en un alcohol polihidroxilado y un alquil éter de alcohol polihidroxilado, y se prefiere más al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en etilenglicol, propilenglicol, dietilenglicol, trietilenglicol, polietilenglicol, glicerina, trimetilolpropano, dietil éter de dietilenglicol y monoisobutil éter de dietilenglicol.

Por cierto, el propilenglicol puede derivarse de la dispersión de partículas finas metálicas mencionada anteriormente.

La tinta mencionada anteriormente puede contener además diversos aditivos que pueden usarse habitualmente en tintas, tales como un adyuvante de fijación tal como una dispersión de partículas poliméricas, etc., un humectante, un agente de humectación, un penetrante, un tensioactivo, un modificador de viscosidad, un agente desespumante, un agente antiséptico, un agente a prueba de mohos, un antioxidante, etc., si se requieren, y además puede someterse a un tratamiento de filtración usando un filtro, etc. Los contenidos de los componentes respectivos en la tinta mencionada anteriormente, así como las propiedades de la tinta, son los siguientes.

(Contenidos de los componentes respectivos en la tinta)

El contenido del metal en la tinta mencionada anteriormente es preferiblemente de no menos del 1 % en masa, más preferiblemente no menos del 3 % en masa e incluso más preferiblemente no menos del 5 % en masa desde el punto de vista de aumentar la densidad óptica de la tinta, así como desde el punto de vista de mejorar la conductividad de la tinta, y también es preferiblemente de no más del 50 % en masa, más preferiblemente no más del 35 % en masa, incluso más preferiblemente no más del 20 % en masa, incluso aún más preferiblemente no más

del 17 % en masa, todavía incluso aún más preferiblemente no más del 15 % en masa, de manera adicionalmente preferible no más del 13 % en masa y todavía de manera adicionalmente preferible no más del 11 % en masa desde el punto de vista de mejorar el brillo de la película metálica resultante, así como desde el punto de vista de reducir la viscosidad de la tinta tras la volatilización del disolvente a partir de la misma y mejorar la estabilidad en almacenamiento de la tinta resultante.

El contenido del metal en la tinta puede medirse mediante el método descrito en los ejemplos a continuación.

El contenido total del metal y el polímero (b) en la tinta es preferiblemente de no menos del 2 % en masa, más preferiblemente no menos del 5 % en masa e incluso más preferiblemente no menos del 7 % en masa desde el punto de vista de aumentar la densidad óptica de la tinta, así como desde el punto de vista de mejorar la conductividad de la tinta resultante, y también es preferiblemente de no más del 55 % en masa, más preferiblemente no más del 40 % en masa, incluso más preferiblemente no más del 22 % en masa, incluso aún más preferiblemente no más del 20 % en masa, todavía incluso aún más preferiblemente no más del 17 % en masa, de manera adicionalmente preferible no más del 15 % en masa y todavía de manera adicionalmente preferible no más del 13 % en masa desde el punto de vista de reducir la viscosidad de la tinta resultante tras la volatilización del disolvente a partir de la misma y mejorar la estabilidad en almacenamiento de la tinta resultante.

El contenido total del metal y el polímero (b) en la tinta puede calcularse a partir del contenido del metal en la tinta y la razón en masa [polímero (b)/(polímero (b) + metal)] que puede calcularse mediante los métodos descritos en los ejemplos a continuación.

El contenido del disolvente orgánico en la tinta es preferiblemente de no menos del 10 % en masa, más preferiblemente no menos del 15 % en masa, incluso más preferiblemente no menos del 18 % en masa e incluso aún más preferiblemente no menos del 20 % en masa, y también es preferiblemente de no más del 50 % en masa, más preferiblemente no más del 45 % en masa e incluso más preferiblemente no más del 40 % en masa, desde el punto de vista de mejorar la estabilidad en almacenamiento de la tinta resultante.

El contenido de agua en la tinta es preferiblemente de no menos del 20 % en masa, más preferiblemente no menos del 40 % en masa e incluso más preferiblemente no menos del 60 % en masa desde el punto de vista de reducir la carga sobre los entornos de trabajo y los entornos naturales, así como desde el punto de vista de mejorar la estabilidad en almacenamiento de la tinta resultante, y también es preferiblemente de no más del 80 % en masa, más preferiblemente no más del 75 % en masa e incluso más preferiblemente no más del 70 % en masa desde el punto de vista de aumentar la densidad óptica de la tinta resultante.

La razón en masa del metal con respecto a la totalidad de componentes sólidos en la tinta mencionada anteriormente [metal/(totalidad de componentes sólidos en la tinta)] es preferiblemente de no menos de 0,3, más preferiblemente no menos de 0,5, incluso más preferiblemente no menos de 0,7 e incluso aún más preferiblemente no menos de 0,8 desde el punto de vista de aumentar la densidad óptica y la conductividad de la tinta resultante, y también es preferiblemente de no más de 0,98, más preferiblemente no más de 0,96 e incluso más preferiblemente no más de 0,94 desde el punto de vista de mejorar la estabilidad en almacenamiento de la tinta resultante y el brillo de la película metálica resultante.

La razón en masa [metal/(totalidad de componentes sólidos en la tinta)] puede medirse mediante el método descrito en los ejemplos a continuación.

(Propiedades de la tinta)

El tamaño de partícula promedio acumulado de las partículas finas metálicas en la tinta mencionada anteriormente es preferiblemente el mismo que el tamaño de partícula promedio acumulado de las partículas finas metálicas en la dispersión de partículas finas metálicas, y el intervalo preferido del tamaño de partícula promedio acumulado de las partículas finas metálicas en la tinta también es el mismo que el intervalo preferido del tamaño de partícula promedio acumulado de las partículas finas metálicas en la dispersión de partículas finas metálicas.

La viscosidad de la tinta mencionada anteriormente tal como se mide a 32 °C es preferiblemente de no menos de 2 mPa·s, más preferiblemente no menos de 3 mPa·s e incluso más preferiblemente no menos de 4 mPa·s, y también es preferiblemente de no más de 12 mPa·s, más preferiblemente no más de 9 mPa·s e incluso más preferiblemente no más de 7 mPa·s, desde el punto de vista de mejorar la estabilidad en almacenamiento de la tinta resultante. La viscosidad de la tinta puede medirse usando un viscosímetro de tipo E.

El valor de pH de la tinta mencionada anteriormente tal como se mide a 20 °C es preferiblemente de no menos de 7,0, más preferiblemente no menos de 7,2 e incluso más preferiblemente no menos de 7,5 desde el punto de vista de mejorar la estabilidad en almacenamiento de la tinta resultante, y también es preferiblemente de no más de 11, más preferiblemente no más de 10 e incluso más preferiblemente 9,5 desde el punto de vista de mejorar la resistencia de los elementos a la tinta y suprimir la irritación cutánea. El valor de pH de la tinta puede medirse mediante un método habitual.

[Método de impresión por chorro de tinta]

En la presente invención, es posible obtener un material impreso sobre el que se forma una película metálica aplicando la tinta mencionada anteriormente sobre un medio de impresión.

La tinta mencionada anteriormente no sólo es capaz de formar una película metálica que tiene un menor número de irregularidades en la superficie de la misma y es excelente en cuanto a diseño metálico con brillo metálico, sino que también presenta una excelente estabilidad en almacenamiento en condiciones de alta temperatura y, por tanto, puede usarse de manera adecuada para impresión metálica, en particular, como una tinta para impresión flexográfica, una tinta para impresión por huecograbado, una tinta para impresión serigráfica o una tinta para impresión por chorro de tinta. Además, la tinta mencionada anteriormente también es capaz de formar una película metálica que puede presentar una alta conductividad. En particular, puesto que la tinta mencionada anteriormente contiene las partículas finas metálicas, la tinta se usa más preferiblemente como una tinta para impresión por chorro de tinta en vista de las excelentes propiedades de expulsión de la misma. Es decir, como método de aplicar la tinta mencionada anteriormente sobre un medio de impresión, se usa preferiblemente el método de impresión por chorro de tinta.

En el caso de usar la tinta mencionada anteriormente como una tinta para impresión por chorro de tinta, la tinta puede cargarse en un aparato de impresión por chorro de tinta convencionalmente conocido a partir del cual se expulsan gotitas de la tinta sobre un medio de impresión para imprimir caracteres o imágenes, etc., sobre el medio de impresión.

Aunque el aparato de impresión por chorro de tinta puede ser o bien de tipo térmico o bien de tipo piezoeléctrico, la tinta que contiene la dispersión de pigmento a base de agua de la presente invención se usa preferiblemente como una tinta para impresión por chorro de tinta usando un aparato de impresión por chorro de tinta de tipo piezoeléctrico.

Los ejemplos del medio de impresión usado cuando se imprimen caracteres o imágenes sobre el mismo usando la tinta mencionada anteriormente incluyen un papel normal, un papel estucado de baja absorción de agua y una película de resina de nula absorción de agua. Los ejemplos específicos del papel estucado incluyen un papel estucado brillante versátil, papel estucado brillante espumado de múltiples colores, y similares. Entre estos medios de impresión, se prefiere la película de resina desde el punto de vista de mejorar el brillo de la película metálica resultante, así como desde el punto de vista de usar la película metálica capaz de presentar una buena conductividad en aplicaciones adecuadas. Como película de resina, se prefiere al menos una película de resina seleccionada del grupo que consiste en una película de poliéster tal como una película de poli(tereftalato de etileno) (PET), una película de poli(naftalato de etileno) (PEN), etc., una película de poli(cloruro de vinilo), una película de polipropileno y una película de polietileno, y se prefiere más una película de poliéster. Como película de resina, también puede usarse aquellos sustratos sometidos a un tratamiento de corona.

Los ejemplos de productos generalmente disponibles comercialmente de la película de resina incluyen "LUMIRROR T60" (poliéster) disponible de Toray Industries Inc., "TEONEX Q51-A4" (poli(naftalato de etileno)) disponible de Teijin Film Solutions Ltd., "PVC80B P" (poli(cloruro de vinilo)) disponible de Lintec Corporation, "DGS-210WH" (poli(cloruro de vinilo)) disponible de Roland DG Corporation, una película de poli(cloruro de vinilo) transparente "RE-137" (poli(cloruro de vinilo)) disponible de MIMAKI ENGINEERING Co., Ltd., "KINATH KEE 70CA" (polietileno) disponible de Lintec Corporation, "YUPO SG90 PAT1" (polipropileno) disponible de Lintec Corporation, "FOR" y "FOA" (polipropileno) ambos disponibles de Futamura Chemical Co., Ltd., "BONYL RX" (nailon) disponible de Kohjin Film & Chemicals Co., Ltd., "EMBLEM ONBC" (nailon) disponible de UNITIKA Ltd., y similares.

(Condiciones de impresión por chorro de tinta)

La temperatura del cabezal de impresión por chorro de tinta es preferiblemente no inferior a 15 °C, más preferiblemente no inferior a 20 °C e incluso más preferiblemente no inferior a 25 °C, y también es preferiblemente no superior a 45 °C, más preferiblemente no superior a 40 °C e incluso más preferiblemente no superior a 35 °C, desde el punto de vista de mejorar el brillo metálico de la película metálica resultante así como la conductividad de la película metálica.

La tensión de cabezal aplicada al cabezal de impresión por chorro de tinta es preferiblemente de no menos de 5 V, más preferiblemente no menos de 10 V e incluso más preferiblemente no menos de 15 V, y también es preferiblemente de no más de 40 V, más preferiblemente no más de 35 V e incluso más preferiblemente no más de 30 V, desde el punto de vista de mejorar la eficiencia de impresión, etc.

La frecuencia de accionamiento del cabezal de impresión es preferiblemente de no menos de 1 kHz, más preferiblemente no menos de 5 kHz e incluso más preferiblemente no menos de 10 kHz, y también es preferiblemente de no más de 50 kHz, más preferiblemente no más de 40 kHz e incluso más preferiblemente no más de 35 kHz, desde el punto de vista de mejorar la eficiencia de impresión, etc.

La cantidad de gotitas de la tinta expulsadas es preferiblemente de no menos de 5 pl y más preferiblemente no menos de 10 pl, y también es preferiblemente de no más de 30 pl y más preferiblemente no más de 25 pl, tal como se calcula por una gotita de tinta expulsada, desde el punto de vista de mejorar el brillo metálico de la película metálica resultante así como la conductividad de la película metálica.

La cantidad de la tinta aplicada sobre el medio de impresión en cuanto al contenido de sólidos del mismo es preferiblemente de no menos de 0,5 g/m², más preferiblemente no menos de 1 g/m² e incluso más preferiblemente no menos de 2 g/m², y también es preferiblemente de no más de 20 g/m², más preferiblemente no más de 15 g/m² e incluso más preferiblemente no más de 10 g/m².

La resolución de las imágenes impresas mediante la impresión por chorro de tinta es preferiblemente de no menos de 200 dpi y más preferiblemente no menos de 300 dpi, y también es preferiblemente de no más de 1.000 dpi, más preferiblemente no más de 800 dpi e incluso más preferiblemente no más de 600 dpi. Mientras tanto, el término "resolución", tal como se usa en la presente memoria descriptiva, significa el número de puntos por pulgada (2,54 cm) que se forman sobre el medio de impresión. Por ejemplo, la "resolución de 600 dpi" significa que, cuando las gotitas de tinta se expulsan sobre el medio de impresión usando un cabezal de impresión lineal sobre el que se dispone una fila de boquillas de manera que el número de orificios de boquilla por longitud de la fila de boquillas corresponde a 600 dpi (puntos/pulgada), se forma una fila de puntos correspondiente de 600 dpi en la dirección perpendicular a la dirección de transporte del medio de impresión y, además, cuando se expulsan las gotitas de tinta mientras se mueve el medio de impresión en la dirección de transporte del mismo, también se forma la fila de puntos de 600 dpi sobre el medio de impresión a lo largo de la dirección de transporte del mismo. En la presente memoria descriptiva, se supone que el valor de la resolución en la dirección perpendicular a la dirección de transporte del medio de impresión es el mismo que el valor de la resolución en la dirección de transporte del medio de impresión.

(Tratamiento térmico)

En la presente invención, desde el punto de vista de mejorar el brillo metálico de la película metálica resultante, así como desde el punto de vista de mejorar la conductividad de la película metálica, se prefiere que, después de aplicar la tinta mencionada anteriormente sobre el medio de impresión, la película de recubrimiento de tinta obtenida sobre el medio de impresión se someta a tratamiento térmico.

Al llevar a cabo un tratamiento térmico de este tipo, es posible formar una película metálica que es capaz no sólo de presentar brillo metálico al someter el medio en la película de recubrimiento de tinta a evaporación hasta sequedad, sino también presentar además conductividad al sinterizar las partículas finas metálicas en la tinta.

El método de llevar a cabo el tratamiento térmico no está particularmente limitado. El tratamiento térmico puede llevarse a cabo mediante un método de soplar aire caliente contra una superficie de la película de recubrimiento de tinta sobre el medio de impresión para calentar la tinta, un método de aproximar un calentador a la superficie de la película de recubrimiento de tinta sobre el medio de impresión para calentar la tinta, un método de poner un calentador en contacto con una superficie del medio de impresión opuesta a su superficie sobre la que se forma la película de recubrimiento de tinta para calentar la tinta, un método de calentar la tinta sobre el medio de impresión mediante tratamiento de curado con vapor usando un vapor a alta temperatura a una presión ordinaria o a una presión alta, y similares.

La temperatura usada durante el tratamiento térmico es preferiblemente inferior a la temperatura a la que el medio de impresión experimenta deformación.

El tratamiento térmico se lleva a cabo a una presión ordinaria a una temperatura preferiblemente no inferior a 40 °C, más preferiblemente no inferior a 50 °C e incluso más preferiblemente no inferior a 55 °C, y también preferiblemente no superior a 90 °C, más preferiblemente no superior a 80 °C e incluso más preferiblemente no superior a 70 °C, desde el punto de vista de mejorar el brillo de la película metálica resultante. En este caso, el tiempo de tratamiento térmico es preferiblemente de no menos de 1 minuto, y también es preferiblemente de no más de 30 minutos, más preferiblemente no más de 20 minutos, incluso más preferiblemente no más de 10 minutos e incluso aún más preferiblemente no más de 5 minutos.

Además, desde el punto de vista de mejorar la conductividad de la película metálica resultante, la temperatura de tratamiento térmico es preferiblemente no inferior a 130 °C, más preferiblemente no inferior a 150 °C e incluso más preferiblemente no inferior a 170 °C, y también es preferiblemente no superior a 300 °C, más preferiblemente no superior a 250 °C e incluso más preferiblemente no superior a 230 °C, y la presión de tratamiento térmico es preferiblemente de no menos de 3 kPa, más preferiblemente no menos de 5 kPa e incluso más preferiblemente no menos de 7 kPa, y también es preferiblemente de no más de 50 kPa, más preferiblemente no más de 30 kPa e incluso más preferiblemente no más de 10 kPa. En este caso, el tiempo de tratamiento térmico es preferiblemente de no menos de 10 minutos, más preferiblemente no menos de 30 minutos e incluso más preferiblemente no menos de 50 minutos, y también es preferiblemente de no más de 6 horas, más preferiblemente no más de 4 horas e incluso más preferiblemente no más de 2 horas.

El grosor de la película metálica es preferiblemente de no menos de 0,1 μm , más preferiblemente no menos de 0,3 μm e incluso más preferiblemente no menos de 0,5 μm , y también es preferiblemente de no más de 5 μm , más preferiblemente no más de 4 μm e incluso más preferiblemente no más de 3 μm .

La resistividad volumétrica de la película metálica es preferiblemente de no más de $5 \times 10^{-5} \Omega\cdot\text{cm}$, más preferiblemente no más de $4 \times 10^{-5} \Omega\cdot\text{cm}$, incluso más preferiblemente no más de $3 \times 10^{-5} \Omega\cdot\text{cm}$ e incluso aún más preferiblemente no más de $2 \times 10^{-5} \Omega\cdot\text{cm}$. Desde el punto de vista de facilitar la producción de un material impreso, la resistividad volumétrica de la película metálica es preferiblemente de no menos de $2 \times 10^{-6} \Omega\cdot\text{cm}$, más preferiblemente no menos de $4 \times 10^{-6} \Omega\cdot\text{cm}$ e incluso más preferiblemente no menos de $6 \times 10^{-6} \Omega\cdot\text{cm}$.

La resistividad volumétrica mencionada anteriormente puede medirse mediante el método descrito en los ejemplos a continuación.

La película metálica formada a partir de la tinta mencionada anteriormente es capaz de presentar una alta conductividad y, por tanto, puede usarse como elemento conductor para diversos equipos electrónicos y eléctricos. El elemento conductor se usa preferiblemente en aplicaciones que incluyen etiquetas RFID; condensadores tales como MLCC; etc.; papel electrónico; aparatos de visualización de imágenes tales como pantallas de cristal líquido, pantallas EL orgánicas, etc.; elementos EL orgánicos; transistores orgánicos; placas de circuito tales como una placa de circuito impreso, una placa de circuito flexible, etc.; celdas solares orgánicas; sensores tales como sensores flexibles, etc.; agentes de unión tales como soldaduras, etc.; y similares. Entre estas aplicaciones, desde el punto de vista de facilitar la producción de la película metálica mediante un método de impresión por chorro de tinta, la película metálica se usa preferiblemente para etiquetas RFID y MLCC.

[Etiqueta RFID]

En el método para producir una etiqueta RFID de la presente invención, la película metálica formada a partir de la tinta mencionada anteriormente se incluye preferiblemente como una antena para una etiqueta RFID. La antena para una etiqueta RFID puede producirse aplicando la tinta mencionada anteriormente sobre un sustrato y sinterizando las partículas finas metálicas contenidas en la tinta.

Como sustrato de la antena para una etiqueta RFID, puede mencionarse el medio de impresión mencionado anteriormente.

Los ejemplos del método de aplicar la tinta mencionada anteriormente cuando se forma la antena para una etiqueta RFID a partir de la misma incluyen impresión por chorro de tinta, impresión serigráfica, impresión flexográfica, impresión por huecogrado, impresión offset, impresión por dispensador, recubrimiento por boquilla de ranura, recubrimiento por inmersión, recubrimiento por pulverización, recubrimiento por rotación, recubrimiento por rasqueta, recubrimiento por borde de cuchilla, recubrimiento por barra, y similares. Entre estos métodos, desde el punto de vista de facilitar la formación de un patrón de la antena, se prefiere un método de impresión por chorro de tinta. Las condiciones de impresión usadas en el método de impresión por chorro de tinta son las mismas tal como se describió previamente.

La etiqueta RFID mencionada anteriormente puede fabricarse montando un circuito de comunicación tal como un chip semiconductor, etc., en la antena para una etiqueta RFID mencionada anteriormente y conectando eléctricamente la antena y el circuito de comunicación entre sí. Más específicamente, después de aplicar, por ejemplo, un adhesivo conductor anisotrópico (ACP), etc., a una porción de montaje de chip semiconductor en la antena para una etiqueta RFID y disponer el chip semiconductor en la porción de montaje, el chip semiconductor puede montarse de manera fija en la antena usando un aparato de unión por termocompresión.

Desde el punto de vista de suprimir el deterioro en la conductividad de la antena para una etiqueta RFID, la etiqueta RFID mencionada anteriormente también puede tener una estructura de manera que la antena para una etiqueta RFID sobre la que se monta el chip semiconductor esté cerrada de manera sellada por una película de resina, un papel, etc., unido a la misma a través de un agente de unión o un adhesivo, o un recubrimiento de resina formado aplicando una resina sobre la misma.

Los ejemplos de la configuración de la etiqueta RFID incluyen aquellas configuraciones constituidas por la antena para una etiqueta RFID y el circuito de comunicación, tales como un tipo inserto (*inlay*), un tipo rótulo, un tipo tarjeta, un tipo moneda, un tipo barra, y similares. La configuración de la etiqueta RFID puede seleccionarse de manera apropiada de estos tipos, y la etiqueta RFID puede procesarse en cualquier configuración adecuada, según el uso o las aplicaciones de la misma.

La forma y el tamaño del patrón de la antena para una etiqueta RFID también pueden seleccionarse de manera apropiada según el uso o las aplicaciones de la misma. Además, el intervalo de comunicación de la etiqueta RFID puede seleccionarse de manera adecuada según la forma y el tamaño del patrón de la antena para una etiqueta

RFID.

[Condensador cerámico de múltiples capas]

5 El condensador cerámico de múltiples capas (MLCC) del método de la presente invención incluye preferiblemente la película metálica formada a partir de la tinta mencionada anteriormente como capa de electrodo interno del mismo. Puesto que la tinta contiene las partículas finas metálicas, es posible reducir el grosor de la capa de electrodo interno del MLCC y, por tanto, reducir el tamaño del MLCC.

10 El MLCC mencionado anteriormente puede fabricarse formando en primer lugar una lámina laminada de múltiples capas de manera que las capas dieléctricas y las capas de electrodo interno formadas a partir de la tinta mencionada anteriormente se laminan de manera alterna entre sí, y luego cociendo la lámina laminada de múltiples capas así obtenida para obtener un cuerpo cocido de condensador que sirve como cuerpo principal del condensador.

15 La lámina laminada de múltiples capas puede producirse mediante un método de impresión en el que una suspensión cerámica para formar la capa dieléctrica y la tinta mencionada anteriormente se laminan de manera alterna mediante impresión sobre un medio de impresión; un método de laminación en el que se preparan una pluralidad de láminas, cada una obtenida aplicando la tinta mencionada anteriormente sobre una lámina verde cerámica no cocida formada a partir de la suspensión cerámica para formar la capa dieléctrica, y se laminan entre sí para disponer de manera alterna las capas dieléctricas y las capas de electrodo interno entre sí; y similares.

20 Como suspensión cerámica para formar la capa dieléctrica, puede usarse una suspensión que se prepara, por ejemplo, añadiendo un aglutinante orgánico tal como polivinilbutiral, etc., y un disolvente a un polvo de materia prima cerámico tal como titanato de bario, etc.

25 La lámina laminada de múltiples capas se corta en virutas que tienen un tamaño predeterminado y luego se someten a tratamiento térmico para eliminar las sustancias orgánicas, tales como polímeros, etc., a partir de las mismas mediante la combustión de las mismas, y después de eso se cuece el producto resultante en una atmósfera de un gas reductor para obtener el cuerpo cocido de condensador.

30 La eliminación de las sustancias orgánicas mediante combustión se lleva a cabo preferiblemente, por ejemplo, a una temperatura no inferior a 180 °C y no superior a 400 °C durante un periodo de tiempo de no menos de 0,5 horas y no más de 24 horas.

35 La cocción de la lámina laminada de múltiples capas se lleva a cabo preferiblemente, por ejemplo, a una temperatura no inferior a 700 °C y no superior a 1400 °C durante un periodo de tiempo de no menos de 0,5 horas y no más de 8 horas.

40 Se forman un par de electrodos externos en extremos opuestos del cuerpo cocido de condensador resultante, y los electrodos externos respectivos se conectan eléctricamente a las capas de electrodo interno respectivas para obtener el MLCC.

45 El grosor de la capa de electrodo interno en el MLCC mencionado anteriormente no está particularmente limitado. Sin embargo, el grosor de la capa de electrodo interno es preferiblemente de no más de 5 μm , más preferiblemente no más de 3 μm e incluso más preferiblemente no más de 1 μm desde el punto de vista de reducir el grosor de la capa de electrodo interno y reducir el tamaño del MLCC, y también es preferiblemente de no menos de 0,1 μm , más preferiblemente no menos de 0,3 μm e incluso más preferiblemente no menos de 0,5 μm desde el punto de vista de facilitar la producción del MLCC.

50 El grosor de la capa dieléctrica en el MLCC mencionado anteriormente no está particularmente limitado. Sin embargo, el grosor de la capa dieléctrica es preferiblemente de no más de 5 μm , más preferiblemente no más de 3 μm e incluso más preferiblemente no más de 1 μm desde el punto de vista de reducir el grosor de la capa dieléctrica y reducir el tamaño del MLCC, y también es preferiblemente de no menos de 0,1 μm , más preferiblemente no menos de 0,3 μm e incluso más preferiblemente no menos de 0,5 μm desde el punto de vista de facilitar la producción del MLCC.

55 El grosor de cada una de la capa de electrodo interno y la capa dieléctrica puede medirse usando un microscopio electrónico de barrido (SEM).

60 Ejemplos

En los siguientes ejemplos y ejemplos comparativos, la(s) "parte(s)" y el "%" indican "parte(s) en masa" y "% en masa", respectivamente, a menos que se especifique lo contrario.

65

(1) Medición del tamaño de partícula promedio acumulado de las partículas finas metálicas

Se sometió una muestra que va a medirse a análisis acumulado usando un sistema de análisis de partículas por láser "ELS-8000" disponible de Otsuka Electric Co., Ltd., para medir el tamaño de partícula promedio acumulado de las partículas finas metálicas en la misma. La medición se llevó a cabo en condiciones que incluían una temperatura de 25 °C, un ángulo entre la luz incidente y el detector de 90° y un número acumulado de 100 veces, y el índice de refracción del agua (1,333) se introdujo en el sistema de análisis como índice de refracción del medio de dispersión. La concentración de la muestra que va a medirse se controló al 5×10^{-3} % (en cuanto a contenido de sólidos de la misma).

(2-1) Medición de los contenidos de los componentes respectivos en la dispersión de partículas finas metálicas

Los contenidos de los componentes respectivos, tales como hidroxiacetona, propilenglicol, un dispersante polimérico, un ácido carboxílico de bajo peso molecular, etc., en la dispersión de partículas finas metálicas se determinaron cuantitativamente mediante el siguiente método usando ^1H -RMN.

(Condiciones de medición)

Dispositivo de medición: "FT-NMR Mercury-400" disponible de Varian Medical Systems

Núcleo medido: ^1H

Muestra que va a medirse: usar una mezcla preparada mezclando 0,2 g de la dispersión de partículas finas metálicas con 1,0 g de la siguiente agua deuterada que contiene un patrón interno.

Intensidad de campo magnético: 14,09637 [T]

Número de barridos: 16 veces

Temperatura de medición: 30 °C

Tiempo de relajación: 45 s

(Preparación del agua deuterada que contiene un patrón interno)

Se pesó TSP (3-(trimetilsilil)propionato-2,2,3,3-d₄ de sodio) en una cantidad de 0,1 g en un matraz de medición de 100 ml, y luego se añadió agua deuterada al matraz de medición hasta que el contenido del matraz de medición alcanzó los 100 ml. Se dejó reposar el contenido del matraz de medición durante la noche para disolver completamente los componentes sólidos en el mismo, preparando de ese modo agua deuterada que contiene TSP como patrón interno.

(Determinación cuantitativa de los contenidos de los componentes respectivos en la dispersión de partículas finas metálicas)

Los contenidos de los componentes respectivos en la dispersión de partículas finas metálicas se determinaron cuantitativamente a partir de los valores integrados de las señales de protón de los componentes respectivos basándose en el espectro de ^1H -RMN obtenido. La determinación cuantitativa se llevó a cabo usando el valor integrado a δ 4,1 ppm (para los protones de metileno de la hidroxiacetona), el valor integrado a δ 1,1 ppm (para los protones de metilo del propilenglicol), el valor integrado a δ 1,8 ppm (para los protones de acetilo del ácido acético) y el valor integrado a δ 7,9 ppm (para los protones de formilo del ácido fórmico) suponiendo que la señal del TSP se observaba a δ 0 ppm. Los valores integrados usados para la determinación cuantitativa de los demás componentes se describen a continuación en el presente documento.

(2-2) Análisis cualitativo de los componentes respectivos en la dispersión de partículas finas metálicas

El análisis cualitativo de los componentes respectivos en la dispersión de partículas finas metálicas se llevó a cabo usando un cromatograma de gases (CG). Las condiciones de medición usadas en el análisis son las siguientes.

CG: "Agilent 6890N Network GC" disponible de Agilent Technologies, Inc.

Generador de hidrógeno: "HG26S" disponible de GL Sciences Inc.

Condiciones de temperatura de CG: después de mantener una muestra que va a medirse a 40 °C durante 5 minutos, se calentó la muestra desde 40 °C hasta 240 °C a una velocidad de aumento de temperatura de 10 °C/min y se mantuvo a 240 °C durante 5 minutos.

Muestra que va a medirse: usar un material preparado mezclando 0,1 g de la dispersión de partículas finas metálicas con 9,9 g de acetona, agitando la mezcla resultante a 25 °C durante 10 horas con un agitador magnético y luego sometiendo la mezcla a un tratamiento de filtración a través de un filtro de jeringa "DISMIC-13HP" (PTFE; 0,2 µm) disponible de Advantec Co., Ltd.

Tiempos de detección para muestras patrón: 10,03 min para hidroxiacetona; 5,87 min para ácido fórmico; 11,47 min para ácido acético; 2,48 min para acetona.

(3) Medición del peso molecular promedio en peso y el peso molecular promedio en número del polímero (b)

El peso molecular promedio en peso y el peso molecular promedio en número del polímero (b) se midieron mediante cromatografía de permeación en gel [aparato de CPG: "HLC-8320GPC" disponible de Tosoh Corporation; columnas: "TSKgel Super AWM-H", "TSKgel Super AW3000" y "TSKgel guardcolumn Super AWM-H", todas ellas disponibles de Tosoh Corporation; velocidad de flujo: 0,5 ml/min] usando como eluyente una disolución preparada disolviendo ácido fosfórico y bromuro de litio en *N,N*-dimetilformamida, de manera que las concentraciones de ácido fosfórico y bromuro de litio en la disolución resultante eran de 60 mmol/l y 50 mmol/l, respectivamente, y usando como sustancia patrón de referencia kits de poliestirenos monodispersos que tienen pesos moleculares previamente conocidos [PStQuick B(F-550, F-80, F-10, F-1, A-1000), PStQuick C(F-288, F-40, F-4, A-5000, A-500)], todos ellos disponibles de Tosoh Corporation.

Como muestra que va a medirse, se usó una dispersión preparada mezclando 0,1 g del polímero (b) con 10 ml del eluyente mencionado anteriormente en un vial de vidrio, agitando la mezcla resultante a 25 °C durante 10 horas con un agitador magnético y luego sometiendo la mezcla a un tratamiento de filtración a través de un filtro de jeringa "DISMIC-13HP" (PTFE; 0,2 µm) disponible de Advantec Co., Ltd.

(4) Medición del índice de acidez del polímero (b)

El índice de acidez del polímero (b) se midió mediante el mismo método tal como se define en la norma JIS K 0070, excepto porque se reemplazó únicamente un disolvente mixto de etanol y un éter indicado como disolvente de medición en la norma JIS K 0070 por un disolvente mixto que contenía acetona y tolueno en una razón en volumen [acetona:tolueno] de 4:6.

(5) Medición del contenido de sólidos de la dispersión de partículas finas metálicas o la tinta

Se pesó sulfato de sodio secado hasta peso constante en un desecador en una cantidad de 10,0 g y se cargó en un recipiente de polipropileno de 30 ml (φ: 40 mm; altura: 30 mm), y se añadió aproximadamente 1,0 g de una muestra que va a medirse al recipiente. Se mezclaron entre sí los contenidos del recipiente y luego se pesó con precisión. Se mantuvo la mezcla resultante en el recipiente a 105 °C durante 2 horas para eliminar los componentes volátiles a partir de la misma y se dejó reposar adicionalmente en un desecador ajustado a temperatura ambiente (25 °C) durante 15 minutos, seguido de la medición de la masa de la misma. La masa de la muestra después de eliminar los componentes volátiles a partir de la misma se definió como la masa de sólidos en la misma. El contenido de sólidos de la muestra se calculó dividiendo la masa de los sólidos entre la masa de la muestra añadida inicialmente.

(6) Cálculo de la razón en masa [polímero (b)/(polímero (b) + metal)]

Usando un liofilizador "n.º de modelo: FDU-2100" disponible de TOKYO RIKAKIKAI CO., LTD., equipado con una cámara seca "n.º de modelo: DRC-1000" disponible de TOKYO RIKAKIKAI CO., LTD., se liofilizó la dispersión de partículas finas metálicas o la tinta resultante en condiciones de secado que incluían operaciones de congelación a -25 °C durante 1 hora, reducción de la presión a -10 °C durante 9 horas y reducción de la presión a 25 °C durante 5 horas, en las que el grado de vacío usado durante la reducción de la presión fue de 5 Pa, obteniendo de ese modo un polvo metálico seco que contenía el polímero (b).

Usando un aparato de medición simultánea termogravimétrica diferencial (TG/DTA) "STA7200RV" (nombre comercial) disponible de Hitachi High-Tech Science Corporation, se pesaron 10 mg del polvo metálico seco como muestra que va a medirse en una celda de bandeja de aluminio y se calentaron desde 35 °C hasta 550 °C a una velocidad de aumento de temperatura de 10 °C/min para medir la masa reducida de la muestra bajo un flujo de aire de 50 ml/min. La masa reducida de la muestra tal como se mide en un intervalo de temperatura de desde 35 °C hasta 550 °C se definió como la masa del polímero (b) y la masa del residuo a 550 °C se definió como la masa del metal para calcular la razón en masa [polímero (b)/(polímero (b) + metal)].

(7) Cálculo de la concentración del metal en la dispersión de partículas finas metálicas o la tinta

La concentración del metal en la dispersión de partículas finas metálicas o la tinta, es decir, el contenido del metal en la dispersión de partículas finas metálicas o la tinta, se calculó a partir de la razón en masa [polímero (b)/(polímero (b) + metal)] obtenida en el punto (6) anterior y el contenido de sólidos de la dispersión de partículas finas metálicas o la tinta obtenido en el punto (5) anterior.

<Producción y evaluación de la dispersión de partículas finas metálicas>

Ejemplo 1-1

(Etapa 1)

Se cargó un matraz con forma de berenjena de 100 ml con 10 g de óxido de plata (calidad garantizada) disponible de FUJIFILM Wako Pure Chemical Corporation como compuesto de materia prima metálico A, 0,8 g de un copolímero de ácido acrílico/ácido maleico/acrilato de alcoxi(polietilenglicol/polipropilenglicol) (número de unidades de óxido de alquileo: 32 mol; razón molar [EP/PO] = 75/25) [en forma de un producto seco absoluto (peso molecular promedio en número: 4.500; índice de acidez: 20 mg de KOH/g) de una disolución acuosa del copolímero que tenía un contenido de sólidos del 40 % "DISPERBYK-190" (nombre comercial) disponible de BYK Chemie GmbH] (el producto seco absoluto también se denomina simplemente a continuación en el presente documento "BYK-190dry") como polímero (b) y 20 g de propilenglicol (calidad garantizada; también denominado simplemente a continuación en el presente documento "PG") disponible de FUJIFILM Wako Pure Chemical Corporation como agente reductor C, y se agitaron los contenidos del matraz a una temperatura ordinaria durante 1 hora con un agitador magnético. Después de eso, se sumergió el matraz en un baño de agua a 40 °C para controlar la temperatura interna del matraz a 40 °C. Después de que la temperatura interna del matraz alcanzara 40 °C, se agitaron los contenidos del matraz durante 1 hora para someterlos a un tratamiento de reducción y luego se enfriaron con aire, obteniendo de ese modo una dispersión de partículas finas metálicas D1.

Se midieron y calcularon la razón en masa [polímero (b)/(polímero (b) + metal)] en la dispersión de partículas finas metálicas D1 resultante así como la concentración de metal en la misma, y se midió el tamaño de partícula promedio acumulado de las partículas finas metálicas en la dispersión, mediante los métodos mencionados anteriormente.

Además, se llevó a cabo la determinación cualitativa de los componentes respectivos contenidos en la dispersión de partículas finas metálicas D1 resultante usando CG. Como resultado, se confirmó que se produjeron la hidroxiacetona, el ácido acético y el ácido fórmico. Se determinaron los contenidos de los componentes respectivos contenidos en la dispersión de partículas finas metálicas D1 mediante la ¹H-RMN mencionada anteriormente, y se calcularon las razones en masa respectivas a partir de los contenidos de los componentes respectivos así determinados. Sin embargo, el contenido de "BYK-190dry" en la dispersión de partículas finas metálicas D1 se determinó a partir de la razón en masa [polímero (b)/(polímero (b) + metal)] en la dispersión de partículas finas metálicas D1 y el contenido de sólidos de la dispersión de partículas finas metálicas obtenido mediante los métodos mencionados anteriormente.

Los resultados se muestran en la tabla 1.

Ejemplo 1-2

(Etapa 1-1)

Se cargó un vaso de precipitados de vidrio de 100 ml con 14 g de nitrato de plata como compuesto de materia prima metálico A, 0,8 g de "BYK-190dry" como polímero (b) y 14 g de agua sometida a intercambio iónico como disolvente a base de agua D, y se agitaron los contenidos del vaso de precipitados de vidrio a una temperatura ordinaria con un agitador magnético hasta que se volvieron transparente, obteniendo de ese modo una mezcla. A continuación, se cargaron 23 g de *N,N*-dimetiletanolamina (DMAE) como agente reductor C en un embudo de goteo de 100 ml, y luego se añadieron gota a gota a la mezcla mencionada anteriormente durante 30 minutos. Después de eso, se agitaron los contenidos del vaso de precipitados de vidrio durante 5 horas mientras se sumergía el vaso de precipitados de vidrio en un baño de agua a 40 °C, y luego se enfrió con aire la disolución de reacción obtenida, obteniendo de ese modo un líquido de dispersión en agua de color marrón oscuro (2) de las partículas finas metálicas. Luego, se dejó reposar el líquido de dispersión en agua (2) resultante durante 1 hora.

(Etapa de purificación)

Se cargó el líquido de dispersión en agua (2) de las partículas finas metálicas obtenido en la etapa 1-1 en un tubo de diálisis de celulosa regenerada "Spectra/Por 6" (corte de peso molecular (MWCO) = 50 K) disponible de Spectrum Laboratories Inc., y se selló herméticamente el tubo de diálisis con cierres en los extremos superior e inferior opuestos del mismo. Se sumergió el tubo de diálisis así cerrado en un vaso de precipitados de vidrio de 5 l relleno con 5 l de agua sometida a intercambio iónico, seguido de agitar la dispersión durante 1 hora. Después de eso, se reemplazó toda la cantidad de agua sometida a intercambio iónico por una nueva cada hora, y después de repetir tres veces el procedimiento de reemplazo, se agitó continuamente la dispersión durante 24 horas para completar la diálisis, obteniendo de ese modo un líquido de dispersión en agua purificado (2') de las partículas finas metálicas.

(Etapa 1-2)

Se añadieron 22 g de PG y se mezclaron en el líquido de dispersión en agua así purificado (2') de las partículas finas metálicas, y luego se concentró la dispersión resultante a 80 °C a presión reducida (40 kPa) hasta que ya no se eliminaba agua a partir de la misma, obteniendo de ese modo una dispersión de partículas finas metálicas (d2) que contenía PG como medio de dispersión. Además, se añadieron hidroxiacetona (reactivo garantizado) disponible de Tokyo Chemical Industry Co., Ltd., ácido acético (reactivo garantizado) disponible de Tokyo Chemical Industry Co., Ltd., y ácido fórmico (reactivo garantizado) disponible de Tokyo Chemical Industry Co., Ltd., a la dispersión de partículas finas metálicas (d2) mientras se agitaba con un agitador magnético, obteniendo de ese modo una dispersión de partículas finas metálicas D2 que contenía los componentes respectivos cuyos contenidos (%) en la dispersión de partículas finas metálicas se muestran en la tabla 1.

Además, se midieron y calcularon la razón en masa [polímero (b)/(polímero (b) + metal)] en la dispersión de partículas finas metálicas resultante D2 así como la concentración de metal en la misma, y se midió el tamaño de partícula promedio acumulado de las partículas finas metálicas en la dispersión, mediante los métodos mencionados anteriormente. Los resultados se muestran en la tabla 1.

Ejemplos 1-3 y 1-4

Se repitió el mismo procedimiento que en el ejemplo 1-2, excepto porque se cambió la cantidad de la hidroxiacetona añadida en la etapa 1-2 y se cambiaron los contenidos (%) de los componentes respectivos en la dispersión de partículas finas metálicas a los mostrados en la tabla 1, obteniendo de ese modo las dispersiones de partículas finas metálicas D3 y D4.

Ejemplos 1-5 y 1-6

Se repitió el mismo procedimiento que en el ejemplo 1-2, excepto porque, en el ejemplo 1-5, se cambió el PG añadido en la etapa 1-2 a una combinación de PG y etilenglicol (reactivo garantizado; también denominado simplemente a continuación en el presente documento "EG") disponible de Tokyo Chemical Industry Co., Ltd., y en el ejemplo 1-6, se cambió la cantidad de PG añadida y se cambiaron los contenidos (%) de los componentes respectivos en la dispersión de partículas finas metálicas a los mostrados en la tabla 1, obteniendo de ese modo las dispersiones de partículas finas metálicas D5 y D6. La determinación cuantitativa de EG se llevó a cabo usando el valor integrado a δ 3,7 ppm (para los protones de etileno del EG) en ^1H -RMN.

Ejemplos 1-7 a 1-10

Se repitió el mismo procedimiento que en el ejemplo 1-2, excepto porque se cambiaron la clase y la cantidad del ácido carboxílico añadido en la etapa 1-2 y se cambiaron los contenidos (%) de los componentes respectivos en la dispersión de partículas finas metálicas a los mostrados en la tabla 1, obteniendo de ese modo las dispersiones de partículas finas metálicas D7 a D10.

Por cierto, el ácido acético y el ácido fórmico usados en el ejemplo 1-2 se cambiaron a los otros ácidos carboxílicos, respectivamente, es decir, se cambiaron a ácido fumárico en el ejemplo 1-8 y a ácido propiónico en el ejemplo 1-9. La determinación cuantitativa del ácido fumárico se llevó a cabo usando el valor integrado a δ 6,6 ppm (para los protones de olefina del ácido fumárico) en ^1H -RMN y la determinación cuantitativa del ácido propiónico se llevó a cabo usando el valor integrado a δ 2,4 ppm (para los protones de metileno del ácido propiónico) en ^1H -RMN.

Ejemplo 1-11

Se repitió el mismo procedimiento que en el ejemplo 1-1, excepto porque se cambió el compuesto de materia prima metálico A a óxido de oro (III) (reactivo garantizado) disponible de FUJIFILM Wako Pure Chemical Corporation, obteniendo de ese modo una dispersión de partículas finas metálicas D11 mostrada en la tabla 1.

Ejemplo 1-12

Se repitió el mismo procedimiento que en el ejemplo 1-2, excepto porque se cambió el PG añadido en la etapa 1-2 a una combinación de PG y EG y se cambiaron los contenidos (%) de los componentes respectivos en la dispersión de partículas finas metálicas a los mostrados en la tabla 1, obteniendo de ese modo una dispersión de partículas finas metálicas D12.

Ejemplo 1-13

Se repitió el mismo procedimiento que en el ejemplo 1-2, excepto porque se cambiaron las cantidades de la hidroxiacetona y el PG añadidas en la etapa 1-2 y se cambiaron los contenidos (%) de los componentes respectivos en la dispersión de partículas finas metálicas a los mostrados en la tabla 1, obteniendo de ese modo una dispersión de partículas finas metálicas D13.

Ejemplo 1-14

Se repitió el mismo procedimiento que en el ejemplo 1-2, excepto porque se usó polivinilpirrolidona (reactivo garantizado; peso molecular promedio en peso: 10.000) disponible de FUJIFILM Wako Pure Chemical Corporation como polímero (b) en lugar de "BYK-190dry", obteniendo de ese modo una dispersión de partículas finas metálicas D14 mostrada en la tabla 1. La determinación cuantitativa de la polivinilpirrolidona se llevó a cabo usando el valor integrado a δ 3,5 ppm (para los protones de metilo del anillo de pirrolidona unido al átomo de N de la polivinilpirrolidona) en ^1H -RMN.

Ejemplo comparativo 1-1

Se repitió el mismo procedimiento que en el ejemplo 1-2, excepto porque no se añadió hidroxiacetona, obteniendo de ese modo una dispersión de partículas finas metálicas DC1 mostrada en la tabla 1.

Ejemplo comparativo 1-2

Se repitió el mismo procedimiento que en el ejemplo 1-2, excepto porque se usó EG en lugar de PG, obteniendo de ese modo una dispersión de partículas finas metálicas DC2 mostrada en la tabla 1.

(Estabilidad en almacenamiento)

Se cargó un vial de vidrio de 30 ml con 10 g de las dispersiones de partículas finas metálicas respectivas obtenidas en los ejemplos y ejemplos comparativos mencionados anteriormente. Se calentaron las dispersiones de partículas finas metálicas respectivas cargadas en el vial de vidrio y se almacenaron en una cámara termostática a 80 °C durante 7 días (durante una semana). Después de eso, se dejaron reposar las dispersiones de partículas finas metálicas respectivas a una temperatura ordinaria durante 1 día para medir el tamaño de partícula promedio acumulado de las partículas finas metálicas en las mismas mediante el mismo método tal como se describió anteriormente. Se evaluó la estabilidad en almacenamiento de las dispersiones de partículas finas metálicas respectivas mediante la razón de tamaño de partícula promedio acumulado [tamaño de partícula promedio acumulado después del almacenamiento/tamaño de partícula promedio acumulado antes del almacenamiento]. Cuanto más próximo a 1 es la razón de tamaño de partícula promedio, más excelente es la estabilidad en almacenamiento de la dispersión de partículas finas metálicas. Los resultados se muestran en la tabla 1.

TABLA 1-1

		Dispersión de partículas finas metálicas								
		Clase	Contenidos (% en masa) de los componentes respectivos en la dispersión de partículas finas metálicas							
			Metal	Hidroxiacetona	PG	EG	Polímero (b)	Ácido acético	Ácido fórmico	Otros ácidos carboxílicos
Ejemplos	1-1	D1	31,7	1,7	62,6	0,0	2,7	1,0	0,3	0,0
	1-2	D2	31,0	1,7	63,2	0,0	2,8	1,0	0,3	0,0
	1-3	D3	31,8	0,2	63,7	0,0	2,8	1,1	0,4	0,0
	1-4	D4	23,4	26,2	47,2	0,0	2,1	0,8	0,3	0,0
	1-5	D5	31,2	1,6	0,5	62,6	2,8	1,0	0,3	0,0
	1-6	D6	15,8	0,8	81,3	0,0	1,4	0,5	0,2	0,0
	1-7	D7	32,6	1,6	63,0	0,0	2,8	0,0	0,0	0,0
	1-8	D8	29,9	1,6	64,4	0,0	2,8	0,0	0,0	1,4 (*1)
	1-9	D9	29,8	1,6	64,4	0,0	2,8	0,0	0,0	1,4 (*2)
	1-10	D10	31,4	1,6	63,9	0,0	2,8	0,3	0,0	0,0
	1-11	D11	29,9	1,6	64,8	0,0	2,6	1,0	0,3	0,0
	1-12	D12	8,7	0,4	21,5	68,3	0,8	0,3	0,1	0,0
	1-13	D13	80,3	3,6	5,4	0,0	7,2	2,7	0,9	0,0
	1-14	D14	31,3	1,8	62,9	0,0	2,7	1,0	0,3	0,0
Ejemplos comparativos	1-1	DC1	31,6	0,0	64,3	0,0	2,7	1,0	0,3	0,0
	1-2	DC2	31,9	1,6	0,0	62,4	2,8	1,0	0,3	0,0

Nota *1: ácido fumárico; *2: ácido propiónico

TABLA 1-2

		Dispersión de partículas finas metálicas						
		Razón en masa [hidroxi-acetona/metal]	Razón en masa [PG/metal]	Razón en masa [ácido monocarboxílico/metal]	Razón en masa [polímero (b)/ (polímero (b) + metal)]	Tamaño de partícula promedio acumulado de las partículas finas metálicas (μm)		Evaluación de la estabilidad en almacenamiento
						Antes del almacenamiento	Después del almacenamiento a 80 °C durante una semana	Razón de tamaño de partícula promedio acumulado
Ejemplos	1-1	0,054	2,0	0,041	0,08	0,025	0,025	1,00
	1-2	0,055	2,0	0,042	0,08	0,021	0,022	1,05
	1-3	0,006	2,0	0,047	0,08	0,022	0,030	1,36
	1-4	1,120	2,0	0,047	0,08	0,022	0,028	1,27
	1-5	0,051	0,016	0,042	0,08	0,024	0,033	1,38
	1-6	0,051	5,1	0,044	0,08	0,023	0,029	1,26
	1-7	0,049	1,9	0,000	0,08	0,021	0,022	1,05
	1-8	0,054	2,2	0,047	0,09	0,024	0,034	1,42
	1-9	0,054	2,2	0,047	0,09	0,025	0,027	1,08
	1-10	0,051	2,0	0,0096	0,08	0,024	0,026	1,08
	1-11	0,054	2,2	0,043	0,08	0,021	0,023	1,10
	1-12	0,046	2,5	0,046	0,08	0,022	0,025	1,14
	1-13	0,045	0,1	0,045	0,08	0,030	0,040	1,33
	1-14	0,058	2,0	0,042	0,08	0,032	0,037	1,16
Ejemplos comparativos	1-1	0,000	2,0	0,041	0,08	0,022	0,052	2,36
	1-2	0,050	0,0	0,041	0,08	0,025	0,051	2,04

A partir de los resultados mostrados en la tabla 1, se confirmó que las dispersiones de partículas finas metálicas obtenidas en los ejemplos 1-1 a 1-14 eran excelentes en cuanto a estabilidad en almacenamiento incluso cuando se almacenaron a 80 °C durante una semana a pesar de que las partículas finas metálicas contenidas en las mismas tenían un tamaño de partícula promedio acumulado de no más de 0,1 μm , en comparación con las dispersiones de partículas finas metálicas obtenidas en los ejemplos comparativos 1-1 y 1-2.

<Producción de las tintas y preparación de los materiales impresos, así como evaluación de los mismos>

(Producción de las tintas)

Ejemplo 2-1

Se llevo a cabo el mismo procedimiento que en el ejemplo 1-1 para obtener la dispersión de partículas finas metálicas D1. Se cargó toda la cantidad de la dispersión de partículas finas metálicas D1 resultante en un matraz con forma de berenjena y, mientras se agitaba la dispersión con un agitador magnético, se añadió agua sometida a intercambio iónico al matraz para controlar el contenido del metal en la tinta resultante al 10 %. Después de eso, se sometió la mezcla obtenida a un tratamiento de filtración usando una jeringa sin aguja de 25 ml de capacidad disponible de Terumo Corporation equipada con un filtro de membrana de 5 μm de tamaño de poro "Minisart" (nombre comercial) disponible de Sartorius Inc., obteniendo de ese modo la tinta. Se confirmó que la viscosidad de la tinta así obtenida era de 5,4 mPa·s (32 °C) y el valor de pH de la tinta era de 8,3 (20 °C).

Ejemplos 2-2 a 2-14 y ejemplos comparativos 2-1 y 2-2

Se repitió el mismo procedimiento que en el ejemplo 2-1, excepto porque se reemplazó la dispersión de partículas finas metálicas D1 por cada una de las dispersiones de partículas finas metálicas D2 a D14 y DC1 y DC2 obtenidas en los ejemplos 1-2 a 1-14 y los ejemplos comparativos 1-1 y 1-2, respectivamente, obteniendo de ese modo las

tintas respectivas (contenido de metal: 10 %).

(Preparación del material impreso para la evaluación del brillo mediante impresión por chorro de tinta)

- 5 Usando las tintas respectivas obtenidas en los ejemplos y ejemplos comparativos mencionados anteriormente, se llevó a cabo una operación de impresión mediante el método que usa las siguientes condiciones de impresión, y se evaluó la película metálica formada sobre un medio de impresión para determinar el brillo de la misma mediante el siguiente método de evaluación. Los resultados se muestran en la tabla 2.
- 10 En las condiciones ambientales de una temperatura de 25 ± 1 °C y una humedad relativa del 30 ± 5 %, se cargaron las tintas respectivas en un aparato de evaluación de impresión por chorro de tinta disponible de Trytech Co., Ltd., equipado con un cabezal de impresión por chorro de tinta "KJ4B-QA06NTB-STDV" (tipo piezoeléctrico; número de boquillas: 2.656) disponible de Kyocera Corporation.
- 15 Se establecieron las condiciones de funcionamiento del aparato de evaluación de impresión y del cabezal de impresión a una tensión aplicada al cabezal de 26 V, una frecuencia de accionamiento del cabezal de 20 kHz, una cantidad de gotitas de tinta expulsada de 18 pl, una temperatura del cabezal de 32 °C, una resolución de 600 dpi, el número de disparos de tinta para el lavado antes de la expulsión de 200 disparos y una presión negativa de -4,0 kPa, y se fijó un medio de impresión sobre una mesa de transporte a presión reducida de manera que se alineó la dirección longitudinal del medio de impresión con la dirección de transporte del mismo. Se transmitió una orden de impresión al aparato de evaluación de impresión mencionado anteriormente para expulsar y adherir la tinta sobre el medio de impresión con un ciclo de trabajo del 100 %, y luego se calentó y secó la tinta sobre el medio de impresión en una placa caliente a 60 °C durante 2 minutos para formar una película metálica sobre el medio de impresión, obteniendo de ese modo los materiales impresos 1 a 14 y C1 y C2 para la evaluación del brillo de la tinta.
- 20
- 25 Mientras tanto, como medio de impresión, se usó una película de poliéster "LUMIRROR T60" (grosor: 75 μ m) disponible de Toray Industries Inc.
- [Evaluación del brillo de la película metálica]
- 30 Se midió el valor b^* del material impreso para la evaluación del brillo obtenido anteriormente usando un espectrofotómetro de esferas integradoras "CM-700d" disponible de Konica Minolta Inc., en un modo SCI (modo de luz completa). A medida que el valor b^* se aproxima a 0, es más probable que la película metálica presente el brillo metálico inherente y, por tanto, se indicó que la película metálica tenía un brillo más mejorado. Los resultados se muestran en la tabla 2.
- 35

TABLA 2

		Dispersión de partículas finas metálicas		Tinta
		Clase	Concentración de metal (% en masa)	Evaluación del brillo de la película metálica
				Valor b^* de la película metálica
Ejemplos	2-1	D1	31,7	-0,3
	2-2	D2	31,0	-0,5
	2-3	D3	31,8	-14,0
	2-4	D4	23,4	-11,0
	2-5	D5	31,2	-9,0
	2-6	D6	15,8	-13,0
	2-7	D7	32,6	-15,0
	2-8	D8	29,9	-8,0
	2-9	D9	29,8	-12,0
	2-10	D10	31,4	-14,0
	2-11	D11	29,9	-1,1
	2-12	D12	8,7	-4,0
	2-13	D13	80,3	-2,0
	2-14	D14	31,3	-0,7
Ejemplos comparativos	2-1	DC1	31,6	-26,0
	2-2	DC2	31,9	-21,0

A partir de los resultados mostrados en la tabla 2, se confirmó que las tintas obtenidas en los ejemplos 2-1 a 2-14 eran capaces de presentar el brillo metálico inherente y también eran capaces de formar películas metálicas que eran excelentes en cuanto a brillo, en comparación con las tintas obtenidas en los ejemplos comparativos 2-1 y 2-2.

(Preparación del material impreso para la evaluación de la conductividad mediante impresión por chorro de tinta)

Usando la tinta obtenida en el ejemplo 2-1, se repitió el mismo procedimiento tal como se describió en el párrafo "Preparación del material impreso para la evaluación del brillo" mencionado anteriormente en las mismas condiciones de impresión que se usaron en el mismo, excepto porque se cambió el medio de impresión a una película de poli(naftalato de etileno) (PEN) "TEONEX Q51-A4" (210 mm de longitud x 297 mm de ancho; grosor: 25 μm) disponible de Teijin Film Solutions Ltd., formando de ese modo una película de recubrimiento de tinta como imagen sólida sobre el medio de impresión. Después de eso, se calentó la película de recubrimiento de tinta en las condiciones de una temperatura de 190 °C y una presión de 8 kPa durante 1 hora usando un secador de vacío "AVO-200NB" disponible de AS ONE Corporation para formar una película metálica, obteniendo de ese modo un material impreso 1 para la evaluación de la conductividad.

[Evaluación de la conductividad]

Usando el material impreso para la evaluación de la conductividad obtenido anteriormente, se midió la resistividad volumétrica de la película metálica formada sobre el mismo mediante el siguiente método para evaluar la conductividad de la película metálica.

Usando el material impreso para la evaluación de la conductividad obtenido anteriormente, se conectó una sonda ASP a un medidor de resistividad de baja resistencia "Loresta-GP MCP-T610" disponible de Mitsubishi Chemical Analytech Co., Ltd., y se midieron los valores de resistencia de la película metálica del material impreso en 10 posiciones de la misma mediante el método de sonda de 4 puntos y 4 terminales según la norma JIS K7194 "TESTING METHOD FOR RESISTIVITY OF CONDUCTIVE PLASTICS WITH A FOUR-POINT PROBE ARRAY", y el valor promedio de los valores de resistencia así medidos se definió como la resistividad volumétrica de la película metálica.

Por cierto, el grosor de la película metálica usada para la medición de la resistividad volumétrica se midió observando una sección de la película metálica cortada mediante una navaja de acero inoxidable (navaja 76 para uso ordinario; grosor de cuchilla: 76 μm) disponible de FEATHER Safety Razor Co., Ltd., usando un microscopio electrónico de barrido (SEM) "S-4800" (nombre de dispositivo) disponible de Hitachi Ltd., y se introdujo el grosor así medido de la película metálica en el medidor de resistividad.

El material impreso 1 para la evaluación de la conductividad tenía una resistividad volumétrica de $1,6 \times 10^{-5} (\Omega \cdot \text{cm})$ y, por tanto, presentaba una conductividad suficiente.

<Fabricación de la etiqueta RFID>

(Producción de la antena para una etiqueta RFID mediante impresión por chorro de tinta)

Usando la tinta obtenida en el ejemplo 2-1, se repitió el mismo procedimiento tal como se describió en el párrafo "Preparación del material impreso para la evaluación del brillo" mencionado anteriormente en las mismas condiciones de impresión que se usaron en el mismo, excepto porque se reemplazó el medio de impresión por la película de PEN mencionada anteriormente (210 mm de longitud x 297 mm de ancho; grosor: 25 μm), formando de ese modo un patrón de antena (tamaño de contorno exterior: 95 mm x 8 mm) que actúa como antena para una etiqueta RFID en la banda UHF. Después de eso, se calentó el patrón de antena en las condiciones de una temperatura de 190 °C y una presión de 8 kPa usando el secador de vacío mencionado anteriormente, obteniendo de ese modo una antena 1 para una etiqueta RFID.

(Montaje superficial del circuito de comunicación)

Se montó un chip semiconductor para RFID en la banda UHF "Alien-Higgs 3" disponible de Alien Technology Corporation sobre la antena 1 para una etiqueta RFID obtenida anteriormente usando una pasta conductora "TK Paste CR-2800" (nombre comercial) disponible de KAKEN Tech Co., Ltd., produciendo de ese modo una etiqueta RFID 1. Además, se produjeron 100 etiquetas RFID 1 en total de la misma manera tal como se describió anteriormente.

[Evaluación de RFID en la banda UHF]

Usando un cuerpo principal de lector/escritor de RFID de banda UHF "DOTR-2100" disponible de Tohoku Systems Support Co., Ltd., y un software "RFID-BOX" disponible de Tohoku Systems Support Co., Ltd., se llevó a cabo comunicación por RFID en un intervalo de comunicación de 20 cm para ejecutar escritura y lectura de datos. Se

sometieron las 100 etiquetas RFID 1 producidas anteriormente a la prueba de comunicación por RFID mencionada anteriormente. Como resultado, se confirmó que la totalidad de las 100 etiquetas RFID 1 podían comunicarse y, por tanto, la fracción defectuosa de las etiquetas RFID era del 0 %.

5 <Fabricación del MLCC>

(Preparación de la suspensión cerámica para la formación de la capa dieléctrica)

Se cargó un molino de bolas de porcelana (diámetro exterior: 120 mm; capacidad: 900 ml) disponible de Nitto Kagaku Co., Ltd., con materiales para la formación de una capa dieléctrica que incluía 100 partes de titanato de bario (calidad garantizada) disponible de FUJIFILM Wako Pure Chemical Corporation, 7 partes de polivinilbutilal "S-LEC BM-2" (nombre comercial) disponible de Sekisui Chemical Co., Ltd., 3 partes de ftalato de dioctilo (calidad garantizada) disponible de Tokyo Chemical Industry Co., Ltd., 30 partes de metil etil cetona (calidad garantizada) disponible de FUJIFILM Wako Pure Chemical Corporation, 20 partes de etanol (calidad garantizada) disponible de FUJIFILM Wako Pure Chemical Corporation y 20 partes de tolueno (calidad garantizada) disponible de FUJIFILM Wako Pure Chemical Corporation junto con 600 partes de perlas de zircona "n.º de modelo: YTZ-1" disponible de Nikkato Corporation, y se mezclaron entre sí los contenidos del molino de bolas a 200 rpm durante 20 horas, obteniendo de ese modo una suspensión cerámica 1 para la formación de una capa dieléctrica.

20 (Preparación de la lámina laminada de múltiples capas mediante impresión por chorro de tinta)

Usando la suspensión cerámica 1 para la formación de una capa dieléctrica y la tinta obtenida en el ejemplo 2-1 como tinta para la formación de una capa de electrodo interno, se repitió el mismo procedimiento tal como se describió en el párrafo "Preparación del material impreso para la evaluación del brillo" mencionado anteriormente en las mismas condiciones de impresión que se usaron en el mismo, excepto porque se reemplazó el medio de impresión por la película de PEN mencionada anteriormente (210 mm de longitud x 297 mm de ancho; grosor: 25 µm) para llevar a cabo la impresión para laminar de manera alterna las capas dieléctricas y las capas de electrodo interno sobre el medio de impresión, seguido de liberar el medio de impresión a partir del material laminado resultante, obteniendo de ese modo una lámina laminada de múltiples capas 1. El número de las capas en la lámina laminada de múltiples capas 1 fue de 256 en total como suma de las capas dieléctricas y las capas de electrodo interno laminadas.

(Preparación del MLCC)

35 Se colocó la lámina laminada de múltiples capas 1 así obtenida en un horno de caja de pequeña escala "n.º de modelo: KBF333N1" disponible de Koyo Thermo Systems Co., Ltd., y se sometió a tratamiento térmico a 190 °C durante 1 minuto para secar la lámina y eliminar el disolvente a partir de la misma.

A continuación, se cortó la lámina laminada de múltiples capas 1 así sometida a tratamiento térmico a lo largo de una línea de corte predeterminada mediante corte en cubitos y se le dio la forma de una viruta (tamaño: 32 mm x 16 mm). Se calentaron las virutas así cortadas en el horno de caja de pequeña escala en una atmósfera de N₂ a 350 °C durante 3 horas para quemar y eliminar las sustancias orgánicas, tales como polímeros, etc., a partir de las mismas, y luego se cocieron en el horno de caja de pequeña escala en una atmósfera de gas reductor a 900 °C durante 2 horas, obteniendo de ese modo un cuerpo cocido de condensador 1 como cuerpo principal de condensador.

Luego, se aplicó una pasta de plata que contenía frita de vidrio "n.º de modelo: TDPAG-TS1002-80" disponible de AS ONE Corporation a ambas superficies de extremo del cuerpo cocido de condensador 1, y se quemó adicionalmente el producto resultante en el horno de caja de pequeña escala en una atmósfera de N₂ a 800 °C para formar electrodos externos, obteniendo de ese modo un MLCC 1 en el que los electrodos externos y las capas de electrodo interno estaban conectados eléctricamente entre sí.

[Observación y evaluación del MLCC]

55 Se observó la sección del MLCC 1 mediante el SEM mencionado anteriormente para evaluar la condición de laminación de las capas dieléctricas y las capas de electrodo interno. El grosor de cada una de las capas dieléctricas y las capas de electrodo interno fue de 0,6 µm, y no hubo ninguna variación entre los grosores de las capas respectivas cuando se observaron en 50 posiciones de las mismas, de modo que se confirmó que el MLCC resultante tenía una alta precisión de grosor.

60 Aplicabilidad industrial

Según la presente invención, es posible obtener una dispersión de partículas finas metálicas que es excelente en cuanto a estabilidad en almacenamiento en condiciones de alta temperatura. Además, según la presente invención, usando una tinta que contiene la dispersión de partículas finas metálicas, es posible obtener un material impreso sobre el que se forma una película metálica que es excelente en cuanto a brillo metálico y es capaz de presentar

una alta conductividad. Por este motivo, la dispersión de partículas finas metálicas y la tinta que contiene la dispersión de partículas finas metálicas pueden usarse de manera adecuada en diversos campos de aplicación.

REIVINDICACIONES

1. Dispersión de partículas finas metálicas, que comprende hidroxiacetona y propilenglicol, en la que el tamaño de partícula promedio acumulado de las partículas finas metálicas es de no menos de 0,01 μm y no más de 0,1 μm tal como se mide según la descripción,
5 en la que la concentración del metal en la dispersión es de no menos del 2 % en masa y no más del 85 % en masa, y
10 en la que el metal que constituye las partículas finas metálicas es al menos un metal seleccionado del grupo que consiste en oro, plata y cobre.
2. Dispersión de partículas finas metálicas según la reivindicación 1, en la que las partículas finas metálicas se dispersan con un polímero (b), y el polímero (b) comprende un grupo carboxilo en una cadena lateral del mismo.
15
3. Dispersión de partículas finas metálicas según la reivindicación 1, en la que las partículas finas metálicas se dispersan con un polímero (b), el polímero (b) es un polímero que contiene un grupo no iónico, y el polímero que contiene un grupo no iónico es un polímero que tiene una estructura derivada de vinilpirrolidona.
20
4. Dispersión de partículas finas metálicas según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en la que la razón en masa de la hidroxiacetona con respecto al metal de las partículas finas metálicas [hidroxiacetona/metal] es de no menos de 0,005 y no más de 5.
25
5. Dispersión de partículas finas metálicas según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en la que la razón en masa del propilenglicol con respecto al metal de las partículas finas metálicas [propilenglicol/metal] es de no menos de 0,01 y no más de 20.
30
6. Dispersión de partículas finas metálicas según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, que comprende además un ácido monocarboxílico que tiene no menos de 1 y no más de 24 átomos de carbono.
7. Dispersión de partículas finas metálicas según la reivindicación 6, en la que la razón en masa del ácido monocarboxílico con respecto al metal de las partículas finas metálicas [ácido monocarboxílico/metal] es de no menos de 0,005 y no más de 1,5.
35
8. Dispersión de partículas finas metálicas según la reivindicación 6 ó 7, en la que el ácido monocarboxílico es al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en ácido acético y ácido fórmico.
9. Dispersión de partículas finas metálicas según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en la que el metal que constituye las partículas finas metálicas es plata.
40
10. Dispersión de partículas finas metálicas según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en la que la razón en masa del polímero (b) con respecto a la suma del polímero (b) y el metal de las partículas finas metálicas [polímero (b)/(polímero (b) + metal)] es de no menos de 0,01 y no más de 0,3.
45
11. Tinta que comprende la dispersión de partículas finas metálicas según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10.
12. Método para producir un material impreso, que comprende la etapa de aplicar la tinta según la reivindicación 11 sobre un medio de impresión para producir el material impreso sobre el que se forma una película metálica.
50
13. Método para producir una antena para una etiqueta RFID, comprendiendo el método una etapa de aplicar la tinta según la reivindicación 11 sobre un sustrato y sinterizar las partículas finas metálicas contenidas en la tinta.
55
14. Método para producir una etiqueta RFID, comprendiendo el método una etapa de producir una antena para una etiqueta RFID según la reivindicación 13.
15. Método para producir un condensador cerámico de múltiples capas que comprende una capa de electrodo interno, comprendiendo el método una etapa de producir una capa de electrodo interno a partir de la tinta según la reivindicación 11.
60