



(19)



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 336 779**

(51) Int. Cl.:
C09D 11/00 (2006.01)

(12)

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

(96) Número de solicitud europea: **03730448 .2**

(96) Fecha de presentación : **12.06.2003**

(97) Número de publicación de la solicitud: **1521811**

(97) Fecha de publicación de la solicitud: **13.04.2005**

(54) Título: **Un método para la producción de nano revestimientos y revestimientos de nano polvo conductores y transparentes.**

(30) Prioridad: **13.06.2002 US 387919 P**

(45) Fecha de publicación de la mención BOPI:
16.04.2010

(45) Fecha de la publicación del folleto de la patente:
16.04.2010

(73) Titular/es: **Cima Nano Tech Israel Ltd.
12 Tarshish
38900 Industrial Park Caesarea, IL**

(72) Inventor/es: **Garbar, Arkady;
De la Vega, Fernando y
Matzner, Einat**

(74) Agente: **Elzaburu Márquez, Alberto**

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

Un método para la producción de nano revestimientos y revestimientos de nano polvo conductores y transparentes.

5 **Ámbito de la invención**

La presente invención se refiere generalmente a un método para la producción de revestimientos y tintas transparentes y conductores y revestimientos y tintas de nanopolvo obtenidos por este método.

10 **Antecedentes de la invención**

Las nanopartículas, especialmente nanopartículas de metal tienen propiedades muy especiales que están directamente relacionadas con sus dimensiones y con el hecho de que una gran relación de los átomos en la partícula están en la superficie de la partícula o en las fronteras de la partícula y el grano. Estas propiedades incluyen propiedades ópticas, propiedades de sinterización y difusión, propiedades eléctricas como capacitancia, impedancia y resistencia, actividad catalítica y muchas otras.

Estas propiedades mejoradas tienen una gama de usos y aplicaciones, por ejemplo, catalizadores para reacciones químicas, electrodos, células de combustible, dispositivos médicos, tecnologías para la limpieza de agua, dispositivos electrónicos, revestimientos, y más.

La patente de Estados Unidos 5.476.535, expedida al solicitante, presenta un método para la producción de nanopulvos, especialmente de plata. Este procedimiento, comprende las etapas de (a) formar una aleación de aluminio-plata de una composición de mezcla específica; (b) lixiviar el ingrediente de aluminio mediante una serie de etapas de lixiviación consecuentes en las que se hace reaccionar un agente de lixiviación fresco con el material sólido tratado, proporcionando una aleación de plata gradualmente porosa y homogénea. En la etapa (c), se aplican oscilaciones ultrasónicas, desintegrando el aglomerado y aumentando la penetración del agente de lixiviación en los poros siempre crecientes de la aleación mediante la aplicación de una pluralidad de oscilaciones ultrasónicas. El agente de lixiviación sale del aglomerado de plata en la etapa (d) y después el aglomerado es lavado y secado en una etapa final.

Según la patente de Estados Unidos n° 6.012.658, expedida al solicitante *et al.*, se usó el mismísimo procedimiento como tal para formar escamas de metal. Así, se introdujeron las dos etapas principales siguientes: triturar las aleaciones obtenidas por la anteriormente mencionada patente de Estados Unidos n° 5.476.535 en partículas definidas, y después depositar las partículas obtenidas en aleaciones similares a tiras altamente porosas de características predeterminadas.

35 **Sumario de la invención**

El ámbito de la presente invención está definido por las características de las reivindicaciones.

El núcleo de la presente invención es crear un método útil y nuevo para revestir un sustrato mediante nanopulvos conductores y transparentes en forma de un diseño u ordenado o al azar, en el que dicho diseño se obtiene o espontáneamente o como resultado de una técnica de impresión. Está también en el ámbito de la presente invención usar aditivo de nanometal para producir un revestimiento transparente-conductor tal como en el caso de aditivo de nano (dióxido de titanio) que se mostró útil para la producción de revestimientos transparentes a la luz visible y opacos a las longitudes de onda UV; en el caso de aditivo de nanoslice, se encontró útil para la producción de revestimientos transparentes con especial comportamiento de resistencia; y en el caso de nanopigmentos, que se mostraron útiles para la producción de revestimientos transparentes coloreados.

También es un objeto de la presente invención crear un método útil y nuevo para la producción de revestimientos conductores y transparentes que comprenden nanopulvos de metal. Dicho método comprende las etapas de (i) mezclar nanopolvo de metal en un disolvente orgánico con al menos un ingrediente del grupo: ligante, tensioactivo, aditivo, polímero, tampón, dispersante y/o agente de copulación, de manera que se obtenga una solución homogeneizada; (ii) mezclar la mezcla homogeneizada con agua, disolvente miscible con agua o mezcla de disolventes miscibles con agua, de manera que se forme una emulsión de tipo agua/aceite (W/O); (iii) aplicar la mezcla en emulsión obtenida anteriormente sobre una superficie que se vaya a revestir, por ejemplo, por varias maneras: serigrafía, extensión, revestimiento por centrifugación, bañado, etc.; (iv) evaporar el disolvente de la emulsión de manera que se desarrolle *in situ* un diseño similar a una red autoensamblada; y (v) sinterizar el diseño similar a una red para formar un revestimiento conductor y transparente sobre la superficie.

Está en el ámbito de la presente invención en la que los nanopulvos de metal se usan solos o en combinación con aditivo mejorador de la conductividad seleccionado de al menos uno del grupo: coloides de metal y/o sal reducible de metal y/o complejos de metal orgánicos y/o compuestos organometálicos que descomponen para formar materiales conductores. Preferiblemente, la concentración del nanopolvo de metal en la solución mezclada está entre 1% (peso) hasta 50% (peso) y, más particularmente, en el intervalo de 2% (peso) hasta 10% (peso).

Según la presente invención, la solución mezclada comprende un disolvente orgánico o una mezcla de disolventes orgánicos. Estos disolventes orgánicos se caracterizan por una velocidad de evaporación mayor que la velocidad de

evaporación del agua en condiciones ambientales. La concentración del disolvente orgánico o de la mezcla de disolventes orgánicos en la solución mezclada está entre 20% (peso) hasta 85% (peso). Más específicamente, su concentración está en el intervalo estrecho de 40% (peso) hasta 80% (peso). Se reconoce a este respecto que los disolventes se pueden seleccionar de al menos uno del grupo de éter de petróleo, hexanos, heptanos, tolueno, benceno, dicloroetano, tricloroetileno, cloroformo, diclorometano, nitrometano, dibromometano, ciclopentanona, ciclohexanona o cualquier mezcla de los mismos.

La concentración del anteriormente mencionado ligante en la solución mezclada puede estar entre 0% (peso) hasta 3% (peso). Preferiblemente (pero no limitado a), el ligante se selecciona de etilcelulosa y/o urea modificada.

Es otro objeto de la presente invención crear un método útil y nuevo para la producción de tinta o solución que comprende nanopulvos de metal para la producción de revestimientos transparentes y conductores. Este método es en principio similar al definido anteriormente y comprende las siguientes etapas: (i) mezclar nanopulvo de metal en un disolvente orgánico con al menos un ingrediente del grupo: ligante, tensioactivo, aditivo, polímero, tampón, dispersante y/o agente de copulación, de manera que se obtenga una solución homogeneizada; (ii) mezclar dicha mezcla homogeneizada con agua o disolvente miscible con agua o mezcla de disolventes miscibles con agua, de manera que se obtenga una emulsión de tipo W/O; (iii) aplicar la emulsión obtenida anteriormente sobre dicha superficie que se va a revestir, por ejemplo, mediante extensión, revestimiento por centrifugación, bañado, etc.; (iv) evaporar el disolvente de dicha mezcla homogeneizada de manera que se desarrolle *in situ* un diseño similar a una red autoensamblada; y finalmente, (v) sinterizar el diseño similar a una red para que se obtenga un revestimiento conductor y transparente.

La concentración del tensioactivo o mezcla de tensioactivos anteriormente mencionados puede estar entre 0% (peso) hasta 4% (peso) y/o en la que la concentración del tensioactivo o mezcla de tensioactivos en la emulsión dispersada está entre 0% (peso) hasta 4% (peso). Preferiblemente, la emulsión W/O se obtiene por dichos métodos.

Está además en el ámbito de la presente invención en la que la concentración del disolvente miscible con agua o mezcla de disolventes miscibles con agua en la emulsión dispersada está entre 5% (peso) hasta 70% (peso). Preferiblemente (pero no se limita a), el tensioactivo o mezcla de tensioactivos definidos anteriormente comprende al menos uno del grupo de compuestos no iónicos y iónicos seleccionados de SPAN-20, SPAN-80, monooleato de glicerilo, dodecilsulfato sódico, o cualquier combinación de los mismos. Además, también está en el ámbito de la presente invención en la que la concentración del disolvente miscible con agua o mezcla de disolventes miscibles con agua en la emulsión dispersada está entre 15% (peso) hasta 55% (peso).

El anteriormente mencionado disolvente o mezcla de disolventes miscible(s) con agua se puede seleccionar de (pero no se limita a) al menos uno del grupo de agua, metanol, etanol, etilenglicol, glicerina, dimetilformamida, dimetilacetamida, acetonitrilo, dimetilsulfóxido, N-metil-pirrolidona o cualquier mezcla de los mismos.

La superficie que se va a revestir se puede seleccionar de vidrio, películas u hojas poliméricas tanto flexibles como relativamente no flexibles o cualquier combinación de las mismas. La película polimérica puede comprender al menos uno del grupo de poliésteres, poliamidas, poliimidas, policarbonatos, polietileno, productos de polietileno, polipropileno, productos que contienen acrilato, poli(metacrilatos de metilo) (PMMA), sus copolímeros o cualquier combinación de los mismos y cualquier otro sustrato transparente. Adicional o alternativamente, el método definido anteriormente puede comprender otra etapa de tratar la superficie que se va a revestir por medio de tratamiento por descarga en corona y/o revestimiento mediante imprimación.

La anteriormente mencionada imprimación se puede seleccionar (pero no se limita a) de al menos uno del grupo de 3-aminopropiltriethoxisilano, feniltrimetoxisilano, glicidiltrimetoxisilano, productos Tween disponibles comercialmente, Tween-80, neoalcoxi tri(fosfato de dioctilpropilo)titanato o cualquier combinación de los mismos.

Está además en el ámbito de la presente invención en la que el nanopulvo anteriormente mencionado comprende metal o una mezcla de metales seleccionados de (pero no limitados a) plata, oro, platino, paladio, níquel, cobalto, cobre o cualquier combinación de los mismos.

La extensión de la mezcla homogeneizada sobre una superficie que se va a revestir se puede llevar a cabo por un medio seleccionado de simple extensión; inmersión, revestimiento por centrifugado, bañado o cualquier otra técnica apropiada. Además, según una realización, la etapa de revestir una capa o capas llevada a cabo mediante extensión de la mezcla homogeneizada sobre una superficie que se va a revestir se lleva a cabo para un espesor en húmedo de 5 hasta 200 micrómetros.

La sinterización de la solución homogeneizada evaporada se lleva a cabo en el intervalo de temperatura de 50°C hasta 300°C durante 0,5 hasta 2 horas. Por otra parte, la sinterización del diseño similar a una red se lleva a cabo en el intervalo de temperatura de 50°C hasta 150°C durante 2 hasta 30 minutos.

Es otro objeto de la presente invención crear una capa de revestimiento conductor y transparente eficaz en costes y nueva que comprende nanopulvos de metal, producida en el método como se define en la reivindicación 1 o en cualquiera de sus reivindicaciones precedentes. Adicional o alternativamente, mediante la presente invención se crea una capa o capas de tinta o revestimiento conductor y transparente y se caracteriza por un diseño en forma de red autoensamblada.

Por lo tanto, también está en el ámbito de la presente invención en la que la capa de revestimiento conductor y transparente anteriormente mencionada se caracteriza por transparencias a la luz en el intervalo de 40% hasta 90% a longitud de onda de 400 nm hasta 700 nm; resistencias en el intervalo de 0,1 Ω /cuadrado hasta 9000 Ω /cuadrado y por un valor de la turbiedad en el intervalo de 0,5% hasta 10%; y en la que la capa de tinta conductora y transparente se caracteriza por transparencias a la luz en el intervalo de 10% hasta 90% a longitud de onda de 400 nm hasta 700 nm; resistencias en el intervalo de 0,1 Ω /cuadrado hasta 1.000 Ω /cuadrado y por un valor de turbiedad en el intervalo de 0,1% hasta 5%.

Está además en el ámbito de la presente invención en la que la capa de revestimiento conductor y transparente definida anteriormente se caracteriza por diseños u ordenados o al azar, en la que dichos diseños se crean mediante impresión, impresión por chorro de tinta, disposición por chorro de tinta, autoensamblaje o autoorganización o mediante cualquier otra técnica apropiada. Dicha capa de revestimiento conductor y transparente o la formación de múltiples capas se puede caracterizar además porque se crea una capa protectora, una capa antiarañazo, una capa de conductividad mejorada, una capa de adhesión mejorada a una superficie que se va a revestir o cualquier combinación de las mismas. Además, la capa de revestimiento conductor y transparente obtenida o la formación de múltiples capas anteriormente mencionada se puede adaptar especialmente para ser usada en al menos uno del grupo de pantallas, presentaciones visuales, electrodos, PCBs, productos de chorro de tinta, productos de disposición de chorro de tinta, tarjetas inteligentes, RFID, antena, transistores de película delgada, LCDs o cualquier combinación de los mismos.

20 Breve descripción de las figuras

Con el fin de entender la invención y ver cómo se puede llevar a cabo en la práctica, se describirán ahora las realizaciones preferidas, sólo a modo de ejemplo no limitativo, con referencia a los dibujos que se acompañan, en los que:

Figura 1, que presenta una vista tomada por medio de un microscopio óptico que muestra el diseño autoensamblado de una tinta dispuesta sobre una superficie de vidrio como se obtiene por el método de una realización de la presente invención;

Figura 2, que presenta una vista tomada por medio de un microscopio óptico que muestra el diseño autoensamblado de una tinta dispuesta sobre una superficie de vidrio como se obtiene por el método de otra realización de la presente invención;

Figura 3, que presenta una vista tomada por medio de un microscopio óptico que muestra el diseño autoensamblado de una tinta dispuesta sobre una superficie de vidrio como se obtiene por el método de otra realización de la presente invención;

Figura 4, que presenta una vista tomada por medio de un microscopio óptico que muestra el diseño autoensamblado de una tinta dispuesta sobre una superficie de vidrio como se obtiene por el método de otra realización de la presente invención; y

Figura 5, que presenta una vista tomada por medio de un microscopio óptico que muestra el diseño autoensamblado de una tinta dispuesta sobre una película polimérica como se obtiene por el método de aún otra realización de la presente invención; y

Figura 6, que presenta una vista que muestra el diseño impreso de tinta dispuesta sobre una superficie de vidrio obtenido por el método de otra realización de la presente invención.

1. Un método para revestir un sustrato mediante nanopulvos conductores y/o transparentes en un diseño u ordenado o al azar, en el que dicho diseño se obtiene o espontáneamente o como resultado de una técnica de impresión.
2. El método según el punto 1, útil para la producción de revestimientos conductores y transparentes que comprenden nanopulvos de metal, comprendiendo dicho método:
 - a. mezclar nanopulvo de metal en un disolvente con al menos un ingrediente del grupo seleccionado de: ligante, tensioactivo, aditivo, polímero, tampón, dispersante y/o agente de copulación, de manera que se obtenga una solución homogeneizada;
 - b. aplicar la mezcla homogeneizada obtenida anteriormente sobre una superficie que se vaya a revestir;
 - c. evaporar el disolvente de dicha mezcla homogeneizada; y
 - d. sinterizar la capa revestida proporcionando un revestimiento conductor y transparente en la parte superior de dicha superficie.
3. El método según el punto 2, en el que el nanopulvo de metal se selecciona de al menos uno del grupo de: nanopulvo de metal; nanopulvo de metal con coloides de metal; nanopulvo de metal con una sal reducible

ES 2 336 779 T3

de metal y/o complejos de metal orgánicos y/o compuestos organometálicos que descomponen para formar materiales conductores.

- 5 4. El método según el punto 3, en el que la concentración del nanopolvo de metal en la solución mezclada está entre 1% (peso) hasta 50% (peso).
5. El método según el punto 3, en el que la concentración del nanopolvo de metal en la solución mezclada está entre 2% (peso) hasta 10% (peso).
- 10 6. El método según el punto 2, en el que la solución mezclada comprende disolvente orgánico o una mezcla de disolventes orgánicos, caracterizados por una velocidad de evaporación mayor que la velocidad de evaporación del agua.
- 15 7. El método según el punto 2, en el que la concentración del disolvente orgánico o de la mezcla de disolventes orgánicos en la solución mezclada está entre 20% (peso) hasta 85% (peso).
8. El método según el punto 2, en el que la concentración del disolvente orgánico o de la mezcla de disolventes orgánicos en la solución mezclada está entre 40% (peso) hasta 80% (peso).
- 20 9. El método según el punto 2, en el que el disolvente se selecciona de al menos uno del grupo de éter de petróleo, hexano, heptanos, tolueno, benceno, dicloroetano, tricloroetileno, cloroformo, diclorometano, nitrometano, dibromometano, ciclopentanona, ciclohexanona o cualquier mezcla de los mismos.
- 25 10. El método según el punto 2, en el que la concentración del ligante en la solución mezclada está entre 0% (peso) hasta 3% (peso).
11. El método según el punto 2, en el que el ligante se selecciona de etilcelulosa y/o urea modificada.
- 30 12. El método según el punto 1, útil para la producción de tinta conductora y transparente que comprende nanopulvos de metal, comprendiendo dicho método:
 - a. mezclar nanopolvo de metal en un disolvente con al menos un ingrediente del grupo seleccionado de: ligante, aditivo, polímero, tampón, agente oxidante, dispersante y/o agente de copulación, de manera que se obtenga una solución homogeneizada;
 - 35 b. dispersar una solución de tensioactivo en un disolvente miscible con agua o mezcla de disolventes miscibles con agua de forma que se obtenga una emulsión;
 - c. mezclar dicha mezcla homogeneizada en dicha emulsión;
 - 40 d. extender la mezcla homogeneizada obtenida anteriormente sobre dicha superficie que se va a revestir;
 - e. evaporar el disolvente de dicha mezcla homogeneizada de manera que se desarrolle *in situ* un diseño similar a una red autoensamblado; y
 - 45 f. sinterizar el diseño similar a una red para proporcionar una tinta conductora y transparente.
13. El método según los puntos 2 ó 12, en el que la concentración del tensioactivo o mezcla de tensioactivos está entre 0% (peso) hasta 4% (peso).
- 50 14. El método según el punto 12, en el que la concentración del tensioactivo o mezcla de tensioactivos en la emulsión dispersada está entre 0% (peso) hasta 4% (peso).
15. El método según el punto 12, en el que se obtiene una emulsión de W/O.
- 55 16. El método según el punto 12, en el que la concentración del disolvente miscible con agua o de la mezcla de disolventes miscibles con agua en la emulsión dispersada está entre 5% (peso) hasta 70% (peso).
17. El método según el punto 12, en el que el tensioactivo o mezcla de tensioactivos comprende al menos uno del grupo de compuestos no iónicos y iónicos seleccionados de SPAN-20, SPAN-80, monooleato de glicerilo, dodecilsulfato sódico, o cualquier combinación de los mismos.
- 60 18. El método según el punto 12, en el que la concentración del disolvente miscible con agua o de la mezcla de disolventes miscibles con agua en la emulsión dispersada está entre 15% (peso) hasta 55% (peso).
- 65 19. El método según el punto 12, en el que el disolvente miscible con agua se selecciona de al menos uno del grupo de agua, metanol, etanol, etilenglicol, glicerina, dimetilformamida, dimetilacetamida, acetonitrilo, dimetilsulfóxido, N-metilpirrolidona o cualquier mezcla de los mismos.

ES 2 336 779 T3

20. El método según el punto 1, en el que la superficie que se va a revestir se selecciona de vidrio, películas u hojas poliméricas o flexibles o relativamente no flexibles, productos de polietileno, polipropileno, productos que contienen acrilato, PMMA, sus copolímeros o cualquier combinación de los mismos.
- 5 21. El método según el punto 20, en el que la película polimérica comprende al menos uno del grupo de poliésteres, poliamidas, policarbonatos, polietileno, polipropileno, sus copolímeros o cualquier combinación de los mismos.
- 10 22. El método según el punto 2, que comprende adicionalmente la etapa de tratar la superficie que se va a revestir por un medio de tratamiento por descarga en corona y/o revestimiento por imprimación.
- 15 23. El método según el punto 22, en el que la imprimación se selecciona de al menos uno del grupo de 3-amino-propiltrimetoxisilano, feniltrimetoxisilano, glicidiltrimetoxisilano, productos Tween disponibles comercialmente, Tween-80, neoalcoxi tri(fosfato de dioctilpropilo)titanato o cualquier combinación de los mismos.
- 20 24. El método según el punto 1, en el que el nanopolvo comprende metal o una mezcla de metales seleccionados de plata, oro, platino, paladio, níquel, cobalto, cobre o cualquier combinación de los mismos.
- 25 25. El método según el punto 2, en el que el polímero que se va a mezclar en la solución homogeneizada es polímero miscible con agua.
26. El método según el punto 1, en el que el nanopolvo que comprende metal se mezcla con coloides de metal, nanopolvo de metal con una sal reducible de metal y/o complejos de metal orgánicos y/o compuestos organometálicos que descomponen para formar materiales conductores.
27. El método según el punto 2, que comprende la etapa de polimerizar un monómero en presencia de catalizador y/o agente oxidante y/o agente reductor, de manera que se obtenga un polímero miscible con agua en la solución homogeneizada.
- 30 28. El método según el punto 2, en el que la extensión de la mezcla homogeneizada sobre una superficie que se va a revestir se lleva a cabo por un medio seleccionado de simple extensión; extensión con barra, inmersión; revestimiento por centrifugación; barnizado y/o bañado.
- 35 29. El método según el punto 28, en el que la capa o capas de revestimiento creada(s) por la extensión de la mezcla homogeneizada sobre una superficie que se va a revestir se caracteriza por un espesor en húmedo de 5 hasta 200 micrómetros.
- 40 30. El método según el punto 2, en el que la sinterización de la solución homogeneizada evaporada se lleva a cabo en el intervalo de temperatura de 50°C hasta 300°C durante 0,5 hasta 2 horas.
31. El método según el punto 12, en el que la sinterización del diseño similar a una red se lleva a cabo en el intervalo de temperatura de 50°C hasta 150°C durante 2 hasta 30 minutos.
- 45 32. Una capa de revestimiento conductor y transparente que comprende nanopulvos de metal, producida en el método como se define en el punto 1.
33. Una capa de revestimiento conductor y transparente que comprende nanopulvos de metal, producida en el método como se define en el punto 2.
- 50 34. Una tinta conductora y transparente caracterizada por un diseño de red autoensamblado, producida en el método como se define en el punto 12.
- 55 35. El revestimiento conductor y transparente según los puntos 32 o 33, caracterizado por transparencias a la luz en el intervalo de 30% hasta 95% a longitud de onda de 400 nm hasta 700 nm; resistencias en el intervalo de 0,1 Ω /cuadrado hasta 20 k Ω /cuadrado y por un valor de la turbiedad en el intervalo de 0,5% hasta 10%.
- 60 36. La tinta conductora y transparente según el punto 34, caracterizada por transparencias a la luz en el intervalo de 10% hasta 90% a longitud de onda de 400 nm hasta 700 nm; resistencias en el intervalo de 0,1 Ω /cuadrado hasta 1.000 Ω /cuadrado y por un valor de la turbiedad en el intervalo de 0,1% hasta 5%.
- 65 37. La capa de revestimiento conductor y transparente según los puntos 32-34, caracterizada por diseños u ordenados o al azar, en la que dichos diseños se crean por impresión, impresión por chorro de tinta, disposición por chorro de tinta, autoensamblaje o autoorganización.
38. La capa de revestimiento conductor y transparente o una formación de múltiples capas según el punto 37, caracterizada además porque proporciona una capa protectora, una capa antiarañazo, una capa de conducti-

vidad mejorada, una capa de adhesión mejorada a una superficie que se va a revestir o cualquier combinación de las mismas.

39. La capa de revestimiento conductor y transparente o una formación de múltiples capas según el punto 37, adaptada para ser usada en al menos uno del grupo de pantallas, presentaciones visuales, electrodos, PCBs, productos de chorro de tinta, productos de disposición de chorro de tinta, tarjetas inteligentes, RFID, antena, transistores de película delgada, LCDs o cualquier combinación de los mismos.

10 Descripción detallada de la invención

La siguiente descripción se da, junto con todos los capítulos de la presente invención, para hacer posible que cualquier persona experta en la técnica haga uso de dicha invención y desarrolle los mejores modos contemplados por el inventor de llevar a cabo esta invención. No obstante, diversas modificaciones quedarán evidentes para los expertos en la técnica, puesto que los principios genéricos de la presente invención han sido definidos específicamente para un método para la producción de revestimientos y tintas de nanopulvos de metal y para todos los productos producidos por ellos.

Por la presente, se presenta un nuevo método para la producción de revestimientos y tintas conductores y transparentes que comprenden nanopulvos de metal (es decir, revestimientos o tintas). El método definido aquí toma completa ventaja del hecho de que las partículas y granos de tamaño nano tienen áreas de superficie mucho mayor que los materiales a granel, tienen propiedades ópticas especiales y se pueden trabajar para producir una fase conductora. Es según la presente invención que revistiendo un sustrato con una "tinta", solución o pasta que estaba previamente dispersada, se producen nanomateriales conductores y/o revestimiento conductor transparente eficaz en costes. Estos revestimientos y tintas se caracterizan generalmente por (1) transparencias a la luz entre 40% hasta 90% en el intervalo visible de longitud de onda de alrededor de 400 nm hasta 700 nm; por (2) resistencias entre 0,1 Ω /cuadrado hasta 9 k Ω /cuadrado, y (3) por valores de la turbiedad relativamente bajos, que generalmente varía desde 0,1% hasta 10%.

El término "revestimiento" se refiere, según la presente invención, a cualquier capa óptica conductora y transparente producida de la manera de mezclar nanopulvo de metal en un disolvente con al menos un ingrediente del grupo: ligante, tensioactivo, aditivo, polímero, tampón, dispersante y/o agente de copulación, de manera que se obtenga una solución homogeneizada; extender la mezcla homogeneizada obtenida anteriormente sobre una superficie que se vaya a revestir; evaporar el disolvente de dicha mezcla homogeneizada; y después sinterizar la capa revestida para que se obtenga un revestimiento conductor y transparente en la parte superior de dicha superficie.

El término "tinta" se refiere, según la presente invención, a cualquier tinta que contenga nanopulvos de metal o metales, especialmente composiciones basadas en emulsión creada para materiales colorantes, o alternativamente, para tinta de leyenda (tinta de marcado) apropiada para impresión sobre placas de circuito impreso (PCB en sus siglas en inglés).

Más específicamente, el término "tinta" se refiere, según la presente invención, a cualquier diseño tóxico conductor y transparente producido de la manera de mezclar nanopulvo de metal en un disolvente con al menos un ingrediente del grupo de: ligante, aditivo, polímero, tampón, dispersante y/o agente de copulación, de manera que se obtenga una solución homogeneizada; mezclar dicha mezcla homogeneizada con agua o disolvente miscible con agua o mezcla de disolventes miscibles con agua de manera que se obtenga una emulsión de tipo W/O; extender la mezcla homogeneizada obtenida anteriormente sobre dicha superficie que se va a revestir; evaporar el disolvente de dicha mezcla homogeneizada de manera que se desarrolle *in situ* un diseño similar a una red autoensamblada; y después sinterizar el diseño similar a una red para que se obtenga una tinta conductora y transparente.

Las tintas (por ejemplo, pasta de tinta, tintas, soluciones, revestimientos) según la presente invención están especialmente adaptadas para uso en o sobre la parte superior de sustratos transparentes. La tinta anteriormente mencionada está adaptada para revestimiento, cobertura, inmersión, bañado y/o atrapamiento sobre la parte superior o dentro de matriz sólida o semisólida, o por medio de cualquier otra técnica apropiada sobre tal como un vidrio o cualquier matriz de polímero, incluyendo materiales flexibles, semiflexibles o rígidos. Debido a su transparencia significativa en el intervalo de longitud de onda visible de alrededor de 400 nm hasta 700 nm, la tinta conductora anteriormente mencionada es especialmente útil para pantallas, presentaciones visuales, pantallas de cristal líquido, tarjetas inteligentes y/o para cualquier tecnología que use impresoras de chorros de tinta o cualquier otra tecnología de imprimir material electrónico.

Las técnicas de revestimiento que se han usado son serigrafía, aplicador manual y extensión manual. También se pueden usar otras técnicas apropiadas tales como revestimiento por centrifugación, revestimiento por pulverización, impresión por chorro de tinta, impresión offset, y cualquier técnica apropiada. Se puede revestir cualquier tipo de sustrato transparente y no transparente, por ejemplo, vidrio, policarbonato, películas de polímero y otros.

Para producir un revestimiento transparente-conductor se han encontrado útiles varios sistemas de tinta/pasta y de revestimiento, que difieren en el concepto de formulación y los principales ingredientes que conducen a la conductividad y transparencia. Los principales ingredientes se seleccionan de nanopulvo de metal; nanopulvo de metal con coloides de metal; nanopulvo de metal con una sal reducible de metal; y/o complejos de metal orgánicos y/o com-

ES 2 336 779 T3

puestos organometálicos que se descomponen para formar materiales conductores y todo lo anterior en un sistema autoorganizador.

Estos sistemas de revestimiento basados en nanometal alcanzan transmitancias de la luz de hasta 95% (medida entre 400 nm y 700 nm), bajos valores de turbiedad, con resistencias tan bajas como 1 Ω /cuadrado.

La tinta o las pastas se preparan según el procedimiento general descrito más adelante. Ha de tenerse cuidado para conseguir una buena dispersión de los aditivos conductores (nanopulvos de metal, sales, coloides y otros aditivos).

El sustrato se reviste con la tinta o pasta. El revestimiento se puede llevar a cabo con las diferentes técnicas previamente descritas. La técnica se elige para permitir el control de parámetros físicos tales como espesor y geometrías impresas (para obtener la transmitancia y resistencia deseadas). Se puede calentar la muestra, para obtener la resistencia deseada, hasta entre 50°C hasta 300°C durante 0,5 hasta 2 horas.

El término “sinterizar” se refiere, según la presente invención, a cualquier procedimiento de formar objetos a partir de un polvo de metal calentando el polvo a una temperatura por debajo de su punto de fusión. En la producción de pequeños objetos de metal a menudo no es práctico colarlos. Mediante procedimientos químicos o mecánicos, se puede producir un polvo fino del metal. Cuando el polvo se compacta en la forma deseada y se calienta, es decir, se sinteriza, durante hasta tres horas, las partículas que componen el polvo se juntan para formar un único objeto sólido.

Ejemplos

Más adelante se describen ejemplos para formulaciones para cada método. Éstos son sólo ejemplos representativos y se describen por ello para demostrar la amplia gama de posibilidades que cubre esta invención, por lo cual se pueden usar las propiedades especiales de los nanopulvos de metal. Se reconoce adicionalmente que las formulaciones de los ejemplos descritos aquí se pueden hacer de forma similar con diferentes ligantes, disolventes, polvos de metal, aditivos, polímeros, tampones, tensioactivos, dispersantes y/o agentes de copulación. No obstante, según la presente invención, son especialmente preferidos los metales en nanopulvo y/o las sales de metal en nanopulvo caracterizadas por el pequeño tamaño de partículas ($D_{90} < 0,1 \mu\text{m}$) que son conductores. Las concentraciones se pueden ajustar para controlar la viscosidad y la resistencia y transparencia del sustrato revestido.

Ejemplo 1

Mezclar un ligante, por ejemplo, etilcelulosa, 13% en peso, en un disolvente, por ejemplo, ésteres y aldehídos aromáticos, preferiblemente terpinol. Además homogeneizar 25 partes en peso de la solución de ligante obtenida por medio de un homogeneizador de altas rpm con los siguientes materiales: nanopulvo de plata ($D_{90} < 0,1 \mu\text{m}$), 50% (p/p), un disolvente tal como terpinol, 20% (p/p), y un agente de acoplamiento, por ejemplo, dioleico(fosfato de dioctilo) titanato de isopropilo, también conocido como el NDZ-101 KRTTS comercialmente disponible, 1% (p/p).

Ejemplo 2

Mezclar nanopulvo de metales, por ejemplo, plata coloidal, 12% (p/p), un ligante que sea un promotor de la adhesión, tal como polivinilpirrolidona (PVP), 2,5% (p/p), y agua, 32% (p/p). Todos los componentes se mezclan intensamente por medio de un equipo dispersador de energía ultrasónica y/o de altas rpm. Por separado, mezclar nanopulvo de metales, por ejemplo, nanopulvo de plata ($D_{90} < 0,1 \mu\text{m}$), 14% (p/p), disolvente, tal como etanol, 39,5% (p/p), por medio de un homogeneizador de altas rpm. Finalmente, mezclar la solución obtenida en la primera etapa con la solución obtenida en la segunda etapa, de forma que se obtenga una solución homogeneizada.

Ejemplo 3

Mezclar nanopulvo de metales, por ejemplo sal de formiato de plata - 1 parte en peso, un dispersante, por ejemplo, óxido de trioctilfosfina (TOPO), 2% (p/p), en un disolvente, por ejemplo, acetato de etilo, 80% (p/p). Calentar la solución hasta alrededor de 60°C hasta que todos los componentes se disuelvan. Mezclar nanopulvo de metales, por ejemplo, polvo de plata ($D_{90} < 0,1 \mu\text{m}$), 17% (p/p), en la solución parda obtenida en la primera etapa y posteriormente homogeneizar la mezcla obtenida por medio de un homogeneizador de altas rpm.

Ejemplo 4

Mezclar nanopulvo de metales, por ejemplo, disolver nitrato de plata, 4% (p/p) en un tampón, por ejemplo, amoniac, solución al 25%, 9,5% (p/p). Además, mezclar agua, 47% (p/p) y un dispersante, tal como sal de amonio policarboxílico (por ejemplo, el producto comercialmente disponible T1124), 3,5% (p/p), disolvente, por ejemplo, etanol, 24% (p/p) y nanopulvo de metales, por ejemplo, polvo de plata ($D_{90} < 0,1 \mu\text{m}$), 12% (p/p), y posteriormente homogeneizar la mezcla obtenida por medio de un homogeneizador de altas rpm.

ES 2 336 779 T3

Los datos ópticos y de resistencia para los revestimientos y tintas de nanopulvos de metal producidos en los ejemplos definidos aquí se dan aquí:

TABLA 1

Datos ópticos y de resistencia para revestimientos y tintas de nanopulvos de metal

Ejemplo N°	Geometría de la impresión	Transmitancia %	Resistencia Ω /cuadrado	Turbiedad %	Notas
Blanco		92		8	Portaobjetos de vidrio
1	Pantalla	60-90	4-100	0,5-2	Opacidad a UV
2	Continua	20-85	2-4000	1-10	Opacidad a UV
3	Continua	30-90	10-1200	1-10	Opacidad a UV
4	Continua	55-90	150-8000	1-6	Opacidad a UV

La transmitancia de la luz se midió entre 400 nm y 700 nm. Se dio tratamiento con calor a 280°C durante alrededor de 1 hora.

Está, por lo tanto, de acuerdo con otra realización de la presente invención, presentar un nuevo y simple método de producir revestimientos y tintas transparentes y conductores sobre la parte superior o en las superficies de vidrio y/o poliméricas. Este nuevo método se basa en extender una determinada mezcla definida anteriormente sobre la superficie que se va a revestir. Mientras un disolvente orgánico se evapora de la mezcla extendida, se desarrolla *in situ* el diseño similar a una red autoensamblado, es decir, sobre la superficie. Después de que se completa el secado, el diseño desarrollado se sinteriza a temperaturas relativamente bajas, por ejemplo, a una temperatura que varía desde 50°C hasta 150°C, durante 2 hasta 30 minutos. La resistencia final de la capa conductora está en el intervalo de alrededor de 1 hasta 1.000 Ohm/cuadrado, la transmitancia de luz está en el intervalo de alrededor de 50 hasta 95%, y el valor de la turbiedad está en el intervalo de alrededor de 0,5 hasta 5%.

Dicha mezcla especial es una emulsión de tipo W/O de agua o disolvente miscible con agua (o una mezcla de estos disolventes) en una suspensión de partículas finas de metal en un disolvente orgánico o mezcla de dos o más disolventes no miscibles con agua.

Está de acuerdo con esta realización de la presente invención, en la que la mezcla también contiene al menos un agente emulsionante, ligante o cualquier mezcla de los mismos. Por lo tanto, la fase dispersada se selecciona, de acuerdo con aún otra realización de la presente invención, del grupo que comprende, aunque no se limita a, agua, metanol, etanol, etilenglicol, glicerina, dimetilformamida, dimetilacetamida, acetonitrilo, dimetilsulfóxido, N-metilpirrolidona y/u otros disolventes miscibles con agua.

De acuerdo con aún otra realización de la presente invención, la fase continua se selecciona del grupo que comprende, aunque no se limita a, éter de petróleo, hexanos, heptanos, tolueno, benceno, dicloroetano, tricloroetileno, cloroformo, diclorometano, nitrometano, dibromometano, ciclopentanona, ciclohexanona o cualquier mezcla de los mismos. Preferiblemente, el disolvente o disolventes usados en esta fase continua se caracterizan por mayor volatilidad que la de la fase dispersada.

De forma similar, los agentes emulsionantes se seleccionan del grupo que comprende, aunque no se limita a, compuestos no iónicos y iónicos, tales como los comercialmente disponibles SPAN-20, SPAN-80, monooleato de glicerilo, dodecilsulfato sódico, o cualquier combinación de los mismos. Además, los ligantes se seleccionan, aunque no se limitan a, celulosa modificada, tal como etilcelulosa de PM 100.000-200.000, urea modificada, por ejemplo, las BYK-410, BYK-411, BYK-420 comercialmente disponibles producidas por BYK-Chemie Ltd.

Está de acuerdo con aún otra realización de la presente invención, en la que las partículas finas de metal y nanopulvos se seleccionan, aunque no se limitan a, plata, oro, platino, paladio, níquel, cobalto, cobre o cualquier combinación de los mismos, en la que dicho metal o mezcla de metales se caracteriza por un tamaño promedio de partículas menor que 1 micrómetro, mejor menor que 0,5, y lo más preferiblemente menor que 0,1 micrómetros. El pequeño tamaño de partículas proporciona las propiedades ópticas mejoradas de los revestimientos obtenidos en el método creado por la presente invención. De acuerdo con una realización específicamente preferida de la presente invención, el metal o mezcla de metales anteriormente mencionados se selecciona de metales preciosos debido a su estabilidad química mejorada y conductividad eléctrica mejorada.

TABLA 2

Formulación de mezcla básica de las nanotintas y nanopulvos obtenidos por el método como se define y describe en los ejemplos anteriormente mencionados

Componente	Min. contenido %	Max. Contenido %
Disolvente orgánico o mezcla	40	80
Ligante	0	3
Agente emulsionante	0	4
Polvo de metal	2	10
Disolvente o mezcla miscible con agua	15	55

La mezcla debería prepararse por la siguiente vía: Se disuelve el agente emulsionante y/o el ligante en disolvente orgánico o mezcla y se añade polvo de metal. El polvo de metal debería dispersarse en la fase orgánica por tratamiento ultrasónico, mezcla de alto cizallamiento, mezcla a elevada velocidad o cualquier otra forma usada para la preparación de suspensiones y emulsiones. Después, se añade este disolvente o mezcla miscible con agua y se prepara la emulsión de tipo W/O por tratamiento ultrasónico, mezcla de alto cizallamiento, mezcla a alta velocidad o cualquier otra forma usada por la preparación de emulsiones.

El diseño de red autoensamblado anteriormente mencionado se puede desarrollar sobre diferentes superficies: vidrio, películas y hojas poliméricas (poliésteres, poliamidas, policarbonatos, polietileno, polipropileno, etc.). La superficie que se va a revestir puede estar tanto no tratada como tratada para que cambien las propiedades de la superficie (tratamiento por descarga en corona o revestimiento por imprimación). Como imprimaciones se pueden usar soluciones al 1-2% en acetona o hexano de 3-aminopropiltriethoxisilano, feniltrimetoxisilano, glicidiltrimetoxisilano, Tween-80, neoalcoxi tri(fosfato de dioctilpropilo)titanato, etc. Las técnicas de revestimiento pueden ser las siguientes: simple extensión, revestimiento por centrifugación, bañado. Espesor en húmedo del revestimiento - desde 5 hasta 200 micrómetros.

Una técnica adicional de revestimiento de películas poliméricas es un desarrollo de la red autoensamblada sobre vidrio e impresión del diseño sobre el polímero.

Ejemplo 5

Mezclar un tensioactivo tal como SDS, 0,1 g, en 40 g de agua. Mezclar después un ligante, por ejemplo, etilcelulosa, 1 g, en un disolvente, por ejemplo, tolueno, 60 g, y metales en nanopulvo, por ejemplo, nanopulvo de plata ($D_{90} < 0,1 \mu\text{m}$), 8 g. Después, homogeneizar la solución obtenida por medio de equipo de energía ultrasónica y/o de dispersión a altas rpm. Finalmente, mezclar 31 g de la solución obtenida en la primera etapa con la solución obtenida en la segunda etapa.

Ejemplo 6

Mezclar nanopulvo de metales, por ejemplo, polvo de plata (el máximo tamaño de partículas es menor que 0,12 micrómetros), 4 g; un disolvente, por ejemplo, 1,2-dicloroetano, 30 g; un ligante, por ejemplo, BYK-410, 0,2 g; y homogeneizar la solución por medio de ultrasonidos a 180 W de potencia durante 1,5 minutos, mezclar agua destilada, 15 g, y homogeneizar la emulsión obtenida por medio de ultrasonidos a 180 W de potencia durante 30 s. Esta formulación se imprimó sobre superficie de vidrio y dio buena red desarrollada con grandes celdas (por encima de $40 \mu\text{m}$ hasta $70 \mu\text{m}$ y líneas de alrededor de $2-6 \mu\text{m}$ de ancho). La resistencia estuvo en el intervalo de 7 hasta $40 \Omega/\text{cuadrado}$, la transparencia desde 72 hasta 81%, y el valor de la turbiedad entre 0,8 hasta 1,8%. Se hace referencia ahora a la Fig. 1, que presenta una vista tomada por medio de un microscopio óptico que muestra el diseño sobre superficie de vidrio como se obtiene por el método como se describe en el ejemplo 6.

Ejemplo 7

Mezclar nanopulvo de metales, por ejemplo, polvo de plata (el máximo tamaño de partículas es menor que 0,12 micrómetros), 4 g; un disolvente, por ejemplo, tolueno, 30 g; un ligante, por ejemplo, BYK-410, 0,2 g; homogeneizar la solución por medio de ultrasonidos a 180 W de potencia durante 1,5 minutos, mezclar agua destilada, 15 g, y

homogeneizar la emulsión obtenida por medio de ultrasonidos a 180 W de potencia durante 30 s. Esta formulación, impresa sobre superficie de vidrio, da buena red desarrollada con pequeñas celdas (alrededor de 10 μm y líneas alrededor de 1 hasta 4 μm de ancho). La resistencia estuvo en el intervalo de 7 hasta 40 $\Omega/\text{cuadrado}$, la transparencia estuvo entre 45 hasta 65%, y el valor de la turbiedad entre 1,5 hasta 3,0% después de sinterizar a 150°C durante 5 minutos. Se hace referencia ahora a la Fig. 2, que presenta una vista tomada por medio de un microscopio óptico que muestra el diseño sobre superficie de vidrio como se obtiene por el método como se describe en el ejemplo 7.

Ejemplo 8

Mezclar un ligante, por ejemplo, BYK-410, 0,06 g; un tensioactivo, por ejemplo, SPAN-80, 0,03 g; un disolvente, por ejemplo, ciclopentanona, 0,8 g, y tolueno, 16 g; nanopulvo de metales, por ejemplo, polvo de plata (el máximo tamaño de partículas es menor que 0,12 micrómetros), 0,8 g, y homogeneizar la solución obtenida por medio de ultrasonidos a 180 W de potencia durante 30 segundos. Mezclar agua destilada, 9 ml, y homogeneizar la emulsión obtenida por medio de ultrasonidos a 180 W de potencia durante 20 s. Esta formulación se imprimió sobre vidrio pretratado con solución al 1% en acetona de 3-aminopropiltriethoxisilano y dio buena red desarrollada con celdas de 40 μm hasta 70 μm y líneas de alrededor de 2 hasta 6 μm de ancho. La resistencia estuvo entre 2 hasta 16 $\Omega/\text{cuadrado}$, la transparencia estuvo entre 72 hasta 81%, el valor de la turbiedad estuvo entre 0,8 hasta 1,8% después de sinterizar a 50°C durante 30 minutos en vapor de ácido fórmico. El diseño impreso desde vidrio a diferentes películas poliméricas casi no cambia las propiedades eléctricas y ópticas.

Ejemplo 9

Mezclar un nanopulvo de metales, por ejemplo, polvo de plata (el máximo tamaño de partículas es menor que 0,12 micrómetros), 4 g; un disolvente, por ejemplo, tricloroetileno, 30 g; un ligante, por ejemplo, BYK-410, 0,2 g; y homogeneizar la solución obtenida por medio de ultrasonidos a 180 W de potencia durante 1,5 minutos. Mezclar agua destilada, 15 ml, y homogeneizar la emulsión obtenida por medio de ultrasonidos a 180 W de potencia durante 30 s. Esta formulación se imprimió sobre superficie de vidrio y dio buena red desarrollada con pequeñas celdas: alrededor de 10 hasta 40 μm y líneas de alrededor de 2 hasta 4 μm de ancho. La resistencia estuvo entre 7 hasta 40 $\Omega/\text{cuadrado}$ y la transparencia fue 45 hasta 65% después de sinterizar a 150°C durante 5 minutos. Esta formulación se mostró también útil en el caso donde se usa agitador de alta velocidad (tipo Premier) en vez de la sonicación con ultrasonidos. En este caso, las celdas de la red obtenida son mayores y la transparencia está mejorada. Esta formulación también tiene mejor comportamiento mientras se imprime sobre películas de polímero que no se disuelven por tricloroetileno, tales como PET, PEN, polietileno. Se hace referencia ahora a la Fig. 3, que presenta una vista tomada por medio de un microscopio óptico que muestra el diseño sobre superficie de vidrio como se obtiene por el método como se describe en el ejemplo 9.

Ejemplo 10

Mezclar un ligante, por ejemplo, BYK-410, 0,06 g; un tensioactivo, por ejemplo, SPAN-20, 0,03 g; una mezcla de disolventes, tal como ciclohexanona, 0,8 g, y tricloroetileno, 24 g; nanopulvo de metales, por ejemplo, polvo de plata (el máximo tamaño de partículas es menor que 0,12 micrómetros), 1 g, y homogeneizar la solución obtenida por medio de ultrasonidos a 180 W de potencia durante 30 s. Mezclar agua destilada, 9 ml, y homogeneizar la emulsión obtenida por medio de ultrasonidos a 180 W de potencia durante 20 s. Esta formulación se imprimió sobre vidrio pretratado con solución al 1% en acetona de 3-aminopropiltriethoxisilano y dio buena red desarrollada con celdas de 50 μm hasta 100 μm y líneas alrededor de 2 hasta 8 μm de ancho. La resistencia fue 1,8-10 $\Omega/\text{cuadrado}$, la transparencia 79-86%, el valor de la turbiedad 1,8 hasta 2,8% después de sinterizar a 50°C durante 30 minutos en vapor de ácido fórmico. Se hace referencia ahora a la Fig. 4, que presenta una vista tomada por medio de un microscopio óptico que muestra el diseño sobre superficie de vidrio como se obtiene por el método como se describe en el ejemplo 10. El diseño se imprimió sobre diversas películas poliméricas y no cambió significativamente las propiedades eléctricas y ópticas. Se hace referencia ahora a la Fig. 5, que presenta una vista tomada por medio de un microscopio óptico que muestra el diseño sobre película polimérica como se obtiene por el método como se describe en el ejemplo 10.

Ejemplo 11

Mezclar un ligante, por ejemplo, BYK-411, 0,06 g; un tensioactivo, por ejemplo, SPAN-80, 0,2 g; una mezcla de disolventes, por ejemplo, ciclohexanona, 1 g, y éter de petróleo, 10 g; nanopulvo de metales, por ejemplo, polvo de plata (el máximo tamaño de partículas es menor que 0,12 micrómetros), 1 g, y homogeneizar la solución obtenida por medio de ultrasonidos a 180 W de potencia durante 30 s. Mezclar agua destilada, 7 ml, y homogeneizar la emulsión obtenida por medio de ultrasonidos a 180 W de potencia durante 20 s. Esta formulación se imprimió sobre polímero de poliimida pretratado con solución al 1% en acetona de feniltrimetoxisilano y dio una buena red desarrollada caracterizada por celdas de por encima de 20 μm hasta 60 μm y líneas alrededor de 2 hasta 6 μm de ancho. La resistencia estuvo entre 20 hasta 30 $\Omega/\text{cuadrado}$, la transparencia 68 hasta 78% y el valor de la turbiedad estuvo entre 8 hasta 10% después de sinterizar a 150°C durante 5 minutos.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un método para la producción de revestimientos transparentes y conductores que comprenden nanopulvos de metal, comprendiendo dicho método:
 - a. mezclar nanopulvo de metal en un disolvente orgánico con al menos un ingrediente del grupo seleccionado de ligante, tensioactivo, aditivo, polímero, tampón, dispersante y/o agente de copulación, de manera que se obtenga una mezcla homogeneizada;
 - 10 b. mezclar la mezcla homogeneizada con agua, disolvente miscible con agua o mezcla de disolventes miscibles con agua de manera que se forme una emulsión de tipo agua/aceite (W/O),
 - c. aplicar la mezcla en emulsión sobre una superficie que se vaya a revestir;
 - 15 d. evaporar el disolvente de la emulsión de manera que se desarrolle *in situ* un diseño similar a una red autoensamblado; y
 - e. sinterizar el diseño similar a una red para formar un revestimiento transparente y conductor sobre la superficie.
 - 20
2. El método según la reivindicación 1, en el que la etapa de sinterización se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo de 50°C hasta 150°C durante 2 hasta 30 minutos.
- 25 3. El método según la reivindicación 1, en el que la concentración del nanopulvo de metal en la mezcla homogeneizada está entre 1% (peso) y 50% (peso).
4. El método según la reivindicación 1, en el que la concentración del nanopulvo de metal en la mezcla homogeneizada está entre 2% (peso) y 10% (peso).
- 30 5. El método según la reivindicación 1, en el que la emulsión comprende un disolvente orgánico o mezcla de disolventes orgánicos, **caracterizados** por una evaporación mayor que la velocidad de evaporación del agua.
- 35 6. El método según la reivindicación 1, en el que la concentración de agua, disolvente miscible con agua o mezcla de disolventes miscibles con agua en la emulsión está entre 5% (peso) y 70% (peso).
7. El método según la reivindicación 1, en el que la concentración de agua, disolvente miscible con agua o mezcla de disolventes miscibles con agua en la emulsión está entre 15% (peso) y 55% (peso).
- 40 8. El método según la reivindicación 1, en el que la superficie que se va a revestir se selecciona de vidrio, películas u hojas poliméricas flexibles, películas u hojas poliméricas relativamente no flexibles, productos de polietileno, productos de polipropileno, productos que contienen acrilato, poli(metacrilato de metilo) (PMMA), sus copolímeros y combinaciones de los mismos.
- 45 9. El método según la reivindicación 1, en el que la superficie que se va a revestir es una película polimérica seleccionada de poliésteres, poliamidas, policarbonatos, polietileno, polipropileno, copolímeros de los mismos y combinaciones de los mismos.
- 50 10. El método según la reivindicación 1, en el que el nanopulvo de metal se selecciona de plata, oro, platino, paladio, níquel, cobalto, cobre o combinaciones de los mismos.
11. El método según la reivindicación 1, en el que el nanopulvo de metal se **caracteriza** por un valor de D_{90} menor que 0,1 μm .
- 55 12. El método según la reivindicación 1, en el que el nanopulvo de metal se selecciona de al menos uno del grupo: nanopulvo de metal, nanopulvo de metal con coloides de metal: nanopulvo de metal con una sal reducible de metal y/o complejos de metal orgánicos y/o compuestos organometálicos que descomponen para formar materiales conductores.
- 60 13. El método según la reivindicación 1, que comprende aplicar la emulsión a la superficie según un diseño ordenado o al azar.
14. El método según la reivindicación 1, en el que el revestimiento transparente y conductor se **caracteriza** por una transparencia a la luz entre 40% y 90% en el intervalo visible de 400 nm hasta 700 nm, una resistencia entre 0,1 ohms/cuadrado y 9.000 ohms/cuadrado, y un valor de la turbiedad entre 1% y 10%.
- 65 15. Un revestimiento conductor y transparente producido según el método de las reivindicaciones 1-14.

ES 2 336 779 T3

16. Un revestimiento conductor y transparente según la reivindicación 15, en el que el revestimiento se incorpora a una pantalla, presentación visual, electrodo, placa de circuito impreso (PCB), tarjeta inteligente, artículo de RFID, antena, transistor de película delgada, LCD o combinación de los mismos.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

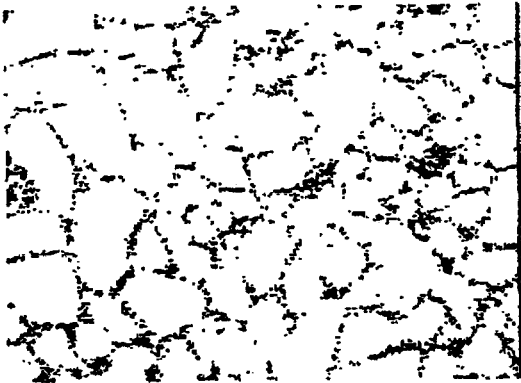


Fig. 1

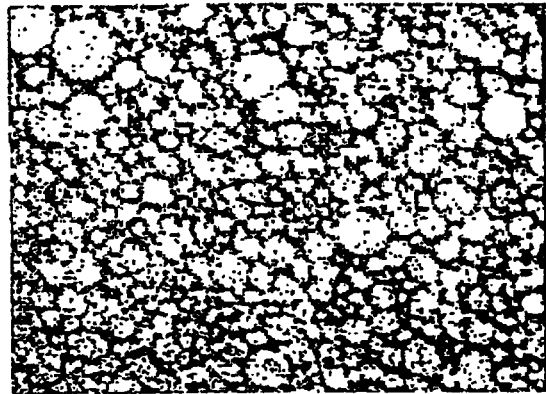


Fig. 2

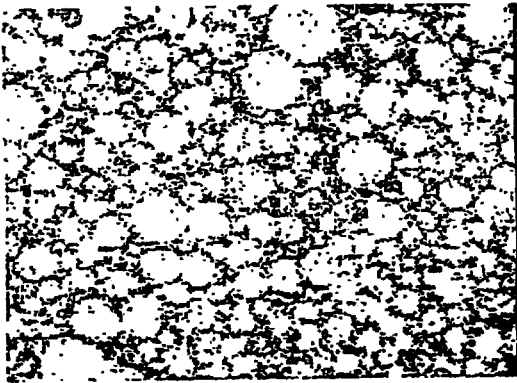


Fig. 3



Fig. 4



Fig. 5



Fig. 6