



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

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

(11)



1-0030873

(51)<sup>7</sup> C09D 11/00

(13) B

(21) 1-2014-02979

(22) 08/09/2014

(45) 25/01/2022 406

(43) 25/12/2014 321A

(73) Viện Công nghệ Nano - Đại học Quốc gia TP.HCM (VN)  
Khu phố 6, phường Linh Trung, quận Thủ Đức, thành phố Hồ Chí Minh

(72) Đặng Thị Mỹ Dung (VN); Đặng Mậu Chiến (VN).

(54) QUY TRÌNH SẢN XUẤT MỰC IN PHUN NANO DẪN ĐIỆN TRÊN CƠ SỞ HẠT NANO BẠC VÀ MỰC IN PHUN NANO ĐƯỢC SẢN XUẤT THEO QUY TRÌNH NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất mực in phun dẫn điện chứa nano bạc, trong đó quy trình này cho phép tạo ra hạt nano bạc để sản xuất mực in phun nano dẫn điện. Sáng chế còn đề cập đến mực in phun dẫn điện chứa nano bạc thu được bằng quy trình này. Sản phẩm mực in phun dẫn điện chứa nano bạc theo sáng chế cho phép ứng dụng để sản xuất hệ vi cơ điện tử có khả năng dẫn điện vượt trội, độ chính xác cao, độ dính bám tốt với hiệu suất rất cao vì không sử dụng mặt nạ (maskless).

### **Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập**

Sáng chế thuộc lĩnh vực vật liệu nano và công nghệ in, cụ thể là sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất mực in phun nano dẫn điện trên cơ sở hạt nano bạc và mực in phun nano được sản xuất theo quy trình này.

### **Tình trạng kỹ thuật của sáng chế**

Công nghệ in phun (inkjet printing) là một kỹ thuật cho phép sử dụng máy in để in các văn bản, hình ảnh trên chất liệu giấy và các chất liệu khác trên cơ sở phun và sấy mực qua các kim phun. Công nghệ này đã đạt được những tiến bộ vượt bậc cho phép in chất lượng cao, và những năm gần đây chúng được ứng dụng vào lĩnh vực chế tạo các loại màng mỏng. Trong 50 năm vừa qua, chất lượng kỹ thuật in phun liên tục được tăng cao trong khi giá thành vẫn giữ ở mức thấp, có tính cạnh tranh cao trong thị trường máy in văn phòng, máy in công nghiệp và các ứng dụng chuyên biệt khác. Kỹ thuật này thu hút sự quan tâm nhất là ở khả năng phủ màng không cần mặt nạ (maskless), vốn có tiềm năng ứng dụng rất lớn để chế tạo các mạch vi điện tử trên các đế bằng vật liệu dẻo. Mặc dù có nhiều phương pháp in, bao gồm in offset, quang khắc, in nổi bằng khuôn mềm và in phun. Tất cả các phương pháp này đều cho cùng độ phân giải tốt, khoảng 10  $\mu\text{m}$  đến 30  $\mu\text{m}$ , tuy nhiên phương pháp in phun có nhiều ưu điểm hơn cả.

Ưu điểm của in phun so với các phương pháp nêu trên là không cần mặt nạ, một máy tính sẽ điều khiển in từng chấm dựa trên hình ảnh đã thiết kế, bảo đảm nhanh chóng và giảm giá thành. Đây là một lý do khiến cho kỹ thuật in phun có thể ứng dụng trong phòng thí nghiệm để phủ các loại vật liệu “nhạy cảm”, đặc biệt là vật liệu bán dẫn (polyme hoặc vô cơ) mà độ tinh khiết ảnh hưởng lớn đến chất lượng sản phẩm.

Mực in là vấn đề cốt yếu khi chúng ta sử dụng công nghệ in phun. Các nghiên cứu đã công nhận rằng hầu hết các hạn chế và lỗi sản phẩm in phun đều liên quan đến dung dịch mực in phun. Nó phải đáp ứng các điều kiện liên quan đến quá trình phun mực, bao gồm những vấn đề như thấm ướt bên trong đầu in, độ nhớt thường giới hạn trong phạm vi từ 8 đến 20 mPa.s, áp suất hơi thấp, và những yêu cầu khác nhau không

được làm thay đổi chức năng của mực in. Trong thực tế, bản chất mực in phun là chất mang các phân tử hoặc đám phân tử tạo các chức năng cần có của lớp in. Có thể thấy rằng mực in trong đồ họa gồm vật liệu màu với chất bảo vệ chống lại ánh sáng hay những phân tử giúp kiểm soát sự lan truyền trên mặt. Đối với các loại mực dẫn điện thích hợp cho việc chế tạo các mạch vi cơ điện tử, các hạt nano dẫn điện được mang bởi mực in tạo thành lớp màng cuối cùng cần kết đặc sau khi bay hơi dung môi. Lớp này cần phải trải qua một quá trình nung kết khối để được hợp nhất thành một màng liên tục. Để điều này xảy ra, các phân tử hữu cơ được thêm vào mực in để ổn định các hạt nano trong dung dịch không được hình thành một lớp quá bền vững. Các phân tử này sẽ phải được loại bỏ trong lúc sấy khô ở nhiệt độ thấp. Điều này là cần thiết để các hạt nano dẫn điện liên kết với nhau. Vì vậy, hình thành được công thức mực in phun là chìa khóa để chế tạo thành công các màng dẫn điện bằng phương pháp in phun.

Hiện nay, mực in phun nano bạc thương mại đã có và đã được cung cấp bởi các nhà cung cấp khác nhau như Cabot, NovaCentrix, Sun Chemical, Cima Nanotech. Tuy giá thành các loại mực in đặc chế này rất cao, nhưng chúng lại kém ổn định, thường chỉ đạt độ ổn định từ 3 đến 6 tháng và khó tái sản xuất. Ngoài ra, do quá trình vận chuyển, mực thường bị tác động làm ảnh hưởng đến chất lượng mực in. Hơn nữa, các mực này không tương thích với các thiết bị in khác nhau, ví dụ mực từ hãng NovaCentrix có độ nhớt khá thấp, khoảng 4 mPa.s, nên mực in bị chảy ra từ các vòi phun và không thể in được các bản vi mạch do chúng dễ bị chong lún do không kiểm soát tốt được mực in, ngược lại mực in từ hãng Cima Nanotech có các hạt nano bạc kích thước lớn nên dễ dẫn đến bị kết tụ gây tắc vòi phun có thể khiến không in được hoặc gây ra mạch in không đều. Hơn thế nữa, các chế phẩm mực in này không thể điều chỉnh được nồng độ hạt nano bạc cũng như độ nhớt và sức căng bề mặt của mực in phun để có thể đáp ứng tốt các loại thiết bị in cũng như các vòi phun khác nhau gây ra sự độc quyền đối với những chế phẩm mực in cho những thiết bị in cụ thể.

Do đó, cần có giải pháp phát triển mực in phun nano dẫn điện cho phép đáp ứng được các nhu cầu khác nhau trong công nghiệp, cụ thể là trong công nghiệp in vi mạch điện tử với khả năng ổn định, dẫn điện tốt và tương thích với nhiều loại thiết bị in phun khác nhau ứng để in vi mạch điện tử.

### **Bản chất kỹ thuật của sáng chế**

Sáng chế nhằm khắc phục các tồn tại nêu trên, cụ thể là sáng chế nhằm mục đích sản xuất mực in phun nano dẫn điện với độ ổn định, độ nhớt thích hợp tránh được

hiện tượng chảy mực hoặc tắc vòi phun gây đứt mạch hoặc đứt mạch in, tương thích với các thiết bị in phun, có khả năng dẫn điện tốt để ứng dụng trong công nghiệp in vi mạch điện tử, cho phép thay thế được các loại mực in phun chế tạo vi mạch điện tử hiện nay, mực in bền và có khả năng dẫn điện ổn định.

Để đạt được mục đích nói trên, sáng chế đề xuất quy trình sản xuất mực in phun nano dẫn điện trên cơ sở nano bạc và mực in phun nano dẫn điện được sản xuất theo quy trình này.

Theo khía cạnh thứ nhất, sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất mực in phun nano dẫn điện trên cơ sở nano bạc, trong đó quy trình này bao gồm các bước:

a) điều chế dung dịch keo nano bạc bằng cách hòa tan polyvinylpyrrolidon có khối lượng phân tử  $MW=40000$  g/mol với dung môi etylen glycol đến  $10^{-3}M$  ở nhiệt độ phòng trong điều kiện khuấy đến khi thu được dung môi đồng nhất, tiếp đó bổ sung  $AgNO_3$  với nồng độ  $0,5M$  và khuấy siêu âm đến khi thu được dung dịch keo chứa nano bạc với hàm lượng khoảng 20% trọng lượng;

b) thu bột nano bạc bằng cách hòa dung dịch keo chứa nano bạc với axeton theo tỉ lệ 1:3 (thể tích/thể tích) rồi ly tâm với tốc độ là 5000 vòng/phút trong vòng 30 phút, thu phần tủa, sau khi rửa phần tủa bằng dung dịch nước khử ion/axeton tỷ lệ  $\frac{1}{4}$  theo thể tích, tiến hành ly tâm loại dung môi thu được bột nano bạc; và

c) thu mực in phun nano dẫn điện bằng cách phối trộn bột nano bạc với etanol, etyl glycol, glyxerin, 2-isopropoxy etanol, etyl axetat, natri dodecyl sulfat, etyl glycolat, etyl format và nước khử ion lần lượt theo tỷ lệ thành phần theo % trọng lượng sau:

Sáng chế nhằm khắc phục các tồn tại nêu trên, cụ thể là sáng chế nhằm mực tiếp đó khuấy ở nhiệt độ phòng trong 1 giờ để thu được mực in nano bạc dẫn điện.

Theo khía cạnh thứ hai, sáng chế đề cập đến mực in phun nano dẫn điện trên cơ sở nano bạc được sản xuất bằng quy trình theo sáng chế, trong đó mực in phun này bao gồm các thành phần có tỷ lệ % trọng lượng sau:

|                |     |
|----------------|-----|
| nano bạc:      | 20  |
| etanol:        | 12  |
| etylen glycol: | 1,5 |
| glyxerin:      | 15  |

|                        |       |
|------------------------|-------|
| 2-isopropoxy etanol:   | 1,5   |
| etyl axetat:           | 15,6  |
| natri dodexyl sulfat : | 0,3   |
| etyl glycolat:         | 0,05  |
| etyl format:           | 0,05  |
| nước khử ion vừa đủ    | 100%. |

Mực in phun nano dẫn điện trên cơ sở nano bạc theo sáng chế có độ ổn định, các hạt nano bạc ổn định, độ nhớt vừa đủ thích hợp dùng cho các máy in phun để sản xuất các vi mạch điện tử, đặc biệt là các hệ vi cơ điện tử với các đường dẫn kích thước micro đến nano với độ chính xác cao.

Mực in phun nano dẫn điện theo sáng chế trên cơ sở nano bạc theo sáng chế có thể ứng dụng trong in chế tạo các bo mạch công nghiệp vi điện tử, pin mặt trời và các vi mạch trong quá trình sản xuất chip và bộ nhớ.

### Mô tả chi tiết sáng chế

Sau đây, sáng chế được mô tả chi tiết với các ví dụ và các phương án thực hiện cụ thể, tuy nhiên, các ví dụ và các phương án thực hiện cụ thể này chỉ nhằm làm rõ bản chất của sáng chế chứ không nhằm giới hạn phạm vi yêu cầu bảo hộ.

Sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất mực in phun nano dẫn điện trên cơ sở hạt nano bạc và mực in phun nano dẫn điện được sản xuất theo quy trình này.

Theo khía cạnh thứ nhất, sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất mực in phun nano dẫn điện trên cơ sở hạt nano bạc, trong đó quy trình này bao gồm các bước: a) điều chế dung dịch keo nano bạc; b) thu bột nano bạc; c) thu mực in nano dẫn điện.

Các thành phần nguyên liệu được sử dụng để sản xuất mực in phun nano dẫn điện phải đảm bảo độ tinh khiết cao từ 97% đến 99% bao gồm:

| Thành phần                                | Công thức phân tử                   | Khối lượng phân tử |
|-------------------------------------------|-------------------------------------|--------------------|
| Bạc nitrat 98%                            | $\text{AgNO}_3$                     | 170 g/mol          |
| Polyvinylpyrrolidon 40000 (PVP 40000) 98% | $(\text{C}_6\text{H}_9\text{NO})_n$ | 40000 g/mol        |
| Etylen glycol (EG) 98%                    | $\text{C}_2\text{H}_5(\text{OH})_2$ | 46 g/mol           |
| Etanol 98%                                | $(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH})$   | 46 g/mol           |
| Glyxerin 98%                              | $(\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_3)$  | 92 g/mol           |

|                                |                                                      |           |
|--------------------------------|------------------------------------------------------|-----------|
| 2-isopropoxy etanol 99%        | (C <sub>5</sub> H <sub>12</sub> O <sub>2</sub> )     | 104 g/mol |
| Etyl axetat 99%                | (C <sub>4</sub> H <sub>8</sub> O <sub>2</sub> )      | 88 g/mol  |
| Isopropanol 98%                | (C <sub>3</sub> H <sub>8</sub> O)                    | 60 g/mol  |
| Etyl glycolat 99%              | (C <sub>3</sub> H <sub>8</sub> O <sub>3</sub> )      | 92 g/mol  |
| Etyl format 99%                | (C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> O <sub>2</sub> )      | 72 g/mol  |
| Natri dodecyl sulfat (SDS) 97% | (NaC <sub>12</sub> H <sub>25</sub> SO <sub>4</sub> ) | 288 g/mol |
| Nước khử ion                   | H <sub>2</sub> O                                     | 18 g/mol  |

Trong bước điều chế dung dịch keo nano bạc, tiến hành hòa tan polyvinylpyrrolidon có khối lượng phân tử MW=40000 g/mol với dung môi etylen glycol đến  $10^{-3}$ M ở nhiệt độ phòng. Tiến hành khuấy trộn đều đến khi thu được dung môi đồng nhất. Tiếp đó bổ sung AgNO<sub>3</sub> với nồng độ 0,5M và khuấy siêu âm đến khi thu được dung dịch keo chứa nano bạc với hàm lượng khoảng 20% trọng lượng. Quá trình này cho phép thu được nano bạc có kích thước đồng nhất, đảm bảo mực in có chất lượng đồng đều, các hạt nano phân tán đều không gây tắc vòi phun.

Dung dịch keo nano bạc được điều chế bằng theo phương pháp hóa khử (sử dụng thanh rung siêu âm với công suất nhỏ và có thể điều chỉnh) với chất khử và dung môi là etylen glycol (EG) và chất bảo vệ polyvinylpyrrolidon có khối lượng phân tử MW=40000 g/mol (PVP 40000) giúp thu được hạt nano có kích thước nhỏ, không bị kết tụ và ổn định.

Các nghiên cứu hiện nay cho thấy rằng, nếu chỉ sử dụng riêng etylen glycol (EG) thì chỉ hiệu quả khi nhiệt độ cao (trên 170°C), tuy nhiên lúc này dung môi bay hơi mạnh, còn nếu nhiệt độ dưới 80°C thì EG hoạt động không hiệu quả. Ngoài ra, nếu chỉ sử dụng siêu âm thì các hạt nano bạc thu được không đồng đều, có kích thước hạt từ 2-5 nm, nhưng có lẫn những hạt lên tới khoảng 80-100 nm nên dễ gây đứt mạch in hoặc tắc vòi phun. Việc sử dụng khuấy siêu âm kết hợp với etylen glycol và polyvinylpyrrolidon có khối lượng phân tử MW=40000 g/mol (PVP 40000) cho phép thu được dung dịch keo nano bạc có kích thước hạt nano bạc nhỏ (trung bình 3 nm) với độ đồng đều cao, phân bố kích thước hạt hẹp. Ngoài ra, việc kết hợp rung siêu âm trong quá trình phản ứng cho phép chất bảo vệ polyvinylpyrrolidon có khối lượng phân tử MW=40000 g/mol (PVP 40000) vừa kịp bao các hạt bạc vừa tránh sự kết tụ để loại trừ sự kết tụ gây tắc vòi phun.

Trong bước thu bột nano bạc, tiến hành hòa dung dịch keo chứa nano bạc với axeton theo tỉ lệ 1:3 (thể tích/thể tích) rồi ly tâm với tốc độ là 5000 vòng/phút trong

vòng 30 phút. Phần kết tủa được thu hồi, sau khi rửa phần tủa bằng dung dịch nước khử ion/axeton tỷ lệ  $\frac{1}{4}$  theo thể tích, tiến hành ly tâm loại dung môi thu được bột nano bạc. Quá trình này cho phép loại bỏ polyvinylpyrrolidon nhanh chóng để thu được hạt nano bạc. Bằng việc ly tâm trong môi trường axeton, hạt bạc được bao trong chất bảo vệ được tách ra nhanh chóng, cho phép thu được hạt nano bạc không còn lớp bảo vệ bao ngoài.

Để thu được mực in phun, tiến hành phối trộn bột nano bạc thu được ở trên với etanol, etyl glycol, glyxerin, 2-isopropoxy etanol, etyl axetat, natri dodexyl sulfat, etyl glycolat, etyl format và nước khử ion lần lượt theo tỷ lệ thành phần theo % trọng lượng sau:

|                        |      |
|------------------------|------|
| nano bạc:              | 20   |
| etanol:                | 12   |
| etylen glycol:         | 1,5  |
| glyxerin:              | 15   |
| 2-isopropoxy etanol:   | 1,5  |
| etyl axetat:           | 15,6 |
| natri dodexyl sulfat : | 0,3  |
| etyl glycolat:         | 0,05 |
| etyl format:           | 0,05 |
| nước khử ion vừa đủ    | 100% |

Hỗn hợp này được khuấy ở nhiệt độ phòng trong 1 giờ để cho hạt nano phân tán đều trong hỗn hợp, đồng thời ổn định hỗn hợp đến độ nhớt khoảng 9,5 mPa.s và sức căng bề mặt là 36 mN/m, thu được mực in nano bạc dẫn điện.

Sản phẩm mực in được đánh giá khả năng dẫn điện, sự phân bố của các hạt nano bạc, cộng hưởng plasmon và sự ổn định của mực, sức căng và độ nhớt cho thấy các hạt nano bạc có trong sản phẩm mực in có đỉnh cộng hưởng plasmon là 407 nm, kích thước hạt khá nhỏ (trung bình 3 nm), độ đồng đều cao, phân bố kích thước hạt hẹp. Mực in có độ nhớt là 9,5 mPa.s và sức căng bề mặt là 36 mN/m. Đây là kết quả cho thấy chúng có khả năng đáp ứng tốt và phù hợp với yêu cầu kỹ thuật của đa số các thiết bị in phun chuyên dụng dùng trong công nghệ chế tạo các mạch in vi điện tử.

Mực in phun nano dẫn điện trên cơ sở nano bạc theo sáng chế có độ ổn định, các hạt nano bạc ổn định, độ nhớt thích hợp dùng cho các máy in phun để sản xuất các vi

mạch điện tử, đặc biệt là các hệ vi cơ điện tử với các đường dẫn kích thước micro đến nano với độ chính xác cao.

Mực in phun nano dẫn điện theo sáng chế trên cơ sở nano bạc theo sáng chế có thể ứng dụng trong in chế tạo các bo mạch công nghiệp vi điện tử, pin mặt trời và các vi mạch trong quá trình sản xuất chip và bộ nhớ.

### Ví dụ thực hiện sáng chế

#### *Ví dụ 1. Sản xuất mực in phun nano dẫn điện*

Để sản xuất 50 ml mực in phun nano dẫn điện trên cơ sở hạt nano bạc dùng để in các mạch vi điện tử bằng công nghệ in phun. Các nguyên liệu được chuẩn bị bao gồm:

| Hóa chất                                  | Công thức phân tử                           | Khối lượng phân tử | Số lượng  |
|-------------------------------------------|---------------------------------------------|--------------------|-----------|
| Bạc nitrat 98%                            | $\text{AgNO}_3$                             | 170 g/mol          | 22 g      |
| Polyvinylpyrrolidon 40000 (PVP 40000) 98% | $(\text{C}_6\text{H}_9\text{NO})_n$         | 40000 g/mol        | 4 g       |
| Etylen glycol (EG) 98%                    | $\text{C}_2\text{H}_5(\text{OH})_2$         | 46 g/mol           | 100,75 ml |
| Etanol 98%                                | $(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH})$           | 46 g/mol           | 6 ml      |
| Glyxerin 98%                              | $(\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_3)$          | 92 g/mol           | 7,5 ml    |
| 2-isopropoxy etanol 99%;                  | $(\text{C}_5\text{H}_{12}\text{O}_2)$       | 104 g/mol          | 0,75 ml   |
| Etyl axetat 99%                           | $(\text{C}_4\text{H}_8\text{O}_2)$          | 88 g/mol           | 7,8 ml    |
| Natri dodecyl sulfat (SDS) 97%            | $(\text{NaC}_{12}\text{H}_{25}\text{SO}_4)$ | 288 g/mol          | 0,15 g    |
| Etyl glycolat 99%                         | $(\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_3)$          | 92 g/mol           | 0,025 ml  |
| Etyl format 99%                           | $(\text{C}_3\text{H}_6\text{O}_2)$          | 72 g/mol           | 0,025 ml  |
| Nước khử ion                              | $\text{H}_2\text{O}$                        | 18 g/mol           | 17,0 ml   |

Lấy 4 g PVP 40000 hòa tan trong dung môi 100 ml etyl glycol và khuấy ở nhiệt độ phòng trong 15 phút. Kế đến trộn 22 g  $\text{AgNO}_3$  với dung dịch PVP 40000 nêu ở trên và khuấy siêu âm trong 3 phút và thu được dung dịch keo nano bạc.

Hòa dung dịch keo nano bạc đã thu được với axeton theo tỉ lệ dung dịch keo nano bạc và axeton là 1:3 trong ống ly tâm và tiến hành ly tâm với tốc độ 5000 vòng/phút trong 30 phút. Hạt nano bạc sẽ lắng xuống đáy ống. Rót bỏ phần dung dịch phía trên và thu được bột nano bạc (Ag) phía dưới đáy ống ly tâm (phần tủa).



Tiếp đến, rửa lượng PVP 40000 còn dư bám trên hạt nano bạc bằng phương pháp ly tâm. Cho dung dịch nước khử ion và axeton tương ứng theo tỷ lệ 1:4 (theo thể tích) vào ống ly tâm có bột nano bạc dưới đáy ống nêu ở trên và ly tâm với tốc độ 5000 vòng/phút trong 30 phút. Hạt nano bạc sẽ lắng xuống đáy ống. Rót bỏ dung dịch phía trên sẽ thu được bột nano bạc phía dưới đáy ống ly tâm. Lập lại 3 lần như thế thì lượng PVP 40000 còn dư được loại bỏ hoàn toàn và thu được bột nano bạc.

Bột nano bạc thu được ở trên sẽ được hòa tan trong các dung môi bao gồm nước khử ion: 17,0 ml; etanol: 6 ml; etylen glycol: 0,75 ml; glyxerin: 7,5 ml; 2-isopropoxy etanol: 0,75 ml; etyl axetat: 7,8 ml; SDS: 0,15 g; etyl glycolat: 0,025 ml; etyl format: 0,025 ml. Sau khi phối trộn đều, thu được mực in phun nano dẫn điện trên cơ sở các hạt nano bạc ở dạng lỏng, đồng nhất.

### ***Ví dụ 2. Xác định đặc tính của mực in phun nano bạc***

Để đánh giá đặc tính của mực in phun nano bạc, tiến hành đánh giá các đặc tính lý hóa của mực in thu được từ Ví dụ 1, các phương pháp đánh giá xác định đặc tính hóa lý bao gồm:

- Xác định đường kính và sự phân bố hạt nano bạc (Ag) trong mực in bằng kính hiển vi điện tử truyền qua (TEM);
- Xác định cộng hưởng plasmon và sự ổn định của mực in bằng thiết bị đo phổ hấp thụ ánh sáng tử ngoại - khả kiến (UV-Vis);
- Xác định sức căng bề mặt của mực in bằng máy đo góc tiếp xúc;
- Xác định độ nhớt của mực in bằng máy đo độ nhớt động học;

Kết quả thu được cho thấy, qua phương pháp phân tích phổ UV-Vis và ảnh TEM đã xác nhận hạt nano bạc trong mực in với đỉnh cộng hưởng plasmon là 407 nm, kích thước hạt khá nhỏ (trung bình 3 nm), độ đồng đều cao, phân bố kích thước hạt hẹp.

Kết quả đo độ nhớt cho thấy mực có độ nhớt là 9,5 mPa.s và sức căng bề mặt là 36 mN/m. Kết quả này cho thấy mực phù hợp, đáp ứng tốt các yêu cầu của đa số các thiết bị in phun chuyên dụng dùng trong công nghệ chế tạo các mạch in vi điện tử.

Mực in phun nano bạc dẫn điện đã được thử nghiệm trên thiết bị in phun chuyên dụng Dimatix (Hoa Kỳ). Sản phẩm in có độ dính bám trên đế in tốt, độ dẫn điện đạt yêu cầu. Kết quả thử nghiệm mực sau 6 tháng bảo quản ở nhiệt độ thường cho thấy kết quả mạch in vẫn đảm bảo yêu cầu, điều này cho thấy mực có độ ổn định tốt.

### Hiệu quả đạt được của sáng chế

Bằng cách bổ sung polyvinylpyrrolidon có khối lượng phân tử  $MW=40000$  g/mol (PVP 40000) trong môi trường phản ứng giữa bạc nitrat và etylen glycol kết hợp với siêu âm, các hạt bạc sinh ra ngay lập tức được bao bởi polyvinylpyrrolidon cho phép thu được hạt nano bạc siêu mịn, kích thước đồng đều ở mức trung bình khoảng 3 nm, điều này cho phép loại trừ được vấn đề tắc vòi phun do kích thước hạt bạc lớn. Ngoài ra, với kích thước hạt bạc nhỏ, cho phép phân tán đều hạt bạc trên mạch in giúp mạch in ổn định, dẫn điện tốt.

Các thành phần trong mực in trong quá trình in dễ dàng kết khối để tạo thành lớp màng liên tục, các thành phần hữu cơ dễ dàng được loại bỏ để thu được lớp màng ổn định, bám dính tốt. Bằng việc kết hợp hạt nano bạc kích thước siêu mịn với các thành phần phân tán hiệu quả và kết khối tốt cho phép thu được mạch in chất lượng, loại bỏ được tỷ lệ lỗi do tắc hoặc đứt mạch do mực in phủ không đều.

Hệ dung môi phân tán hạt nano bạc để tạo mực in có độ nhớt là 9,5 mPa.s và sức căng bề mặt là 36 mN/m được xem là tối ưu, kết hợp với kích thước hạt nano bạc siêu mịn (khoảng 3 nm) có thể đáp ứng được yêu cầu về các thông số kỹ thuật cho phép sử dụng được trong tất cả các thiết bị in, điều này cho phép mực sử dụng được trên nhiều thiết bị, giúp hạn chế phải sử dụng mực in chuyên dụng cho từng thiết bị riêng biệt.

Mực in phun nano dẫn điện theo sáng chế trên cơ sở nano bạc theo sáng chế có thể ứng dụng trong in chế tạo các bo mạch công nghiệp vi điện tử, pin mặt trời và các vi mạch trong quá trình sản xuất chip và bộ nhớ có kích thước micro-nano, hạn chế được tình trạng đoạn mạch, đứt mạch do hiện tượng chảy mực hoặc tắc vòi phun mực gây ra.

## YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Quy trình sản xuất mực in phun nano dẫn điện trên cơ sở nano bạc, trong đó quy trình này bao gồm các bước:

a) điều chế dung dịch keo nano bạc bằng cách hòa tan polyvinylpyrrolidon có khối lượng phân tử  $MW=40000$  g/mol với dung môi etylen glycol đến  $10^{-3}M$  ở nhiệt độ phòng trong điều kiện khuấy đến khi thu được dung môi đồng nhất, tiếp đó bổ sung  $AgNO_3$  với nồng độ  $0,5M$  và khuấy siêu âm đến khi thu được dung dịch keo chứa nano bạc với hàm lượng khoảng 20% trọng lượng;

b) thu bột nano bạc bằng cách hòa dung dịch keo chứa nano bạc với axeton theo tỉ lệ 1:3 (thể tích/thể tích) rồi ly tâm với tốc độ là 5000 vòng/phút trong vòng 30 phút, thu phần tủa, sau khi rửa phần tủa bằng dung dịch nước khử ion/axeton tỷ lệ  $\frac{1}{4}$  theo thể tích, tiến hành ly tâm loại dung môi thu được bột nano bạc có cỡ hạt 3 nm; và

c) thu mực in phun nano dẫn điện bằng cách phối trộn bột nano bạc với etanol, etyl glycol, glyxerin, 2-isopropoxy etanol, etyl axetat, natri dodexyl sulfat, etyl glycolat, etyl format và nước khử ion lần lượt theo tỷ lệ thành phần theo % trọng lượng sau:

|                        |      |
|------------------------|------|
| nano bạc:              | 20   |
| etanol:                | 12   |
| etylen glycol:         | 1,5  |
| glyxerin:              | 15   |
| 2-isopropoxy etanol:   | 1,5  |
| etyl axetat:           | 15,6 |
| natri dodexyl sulfat : | 0,3  |
| etyl glycolat:         | 0,05 |
| etyl format:           | 0,05 |
| nước khử ion vừa đủ    | 100% |

tiếp đó khuấy ở nhiệt độ phòng trong 1 giờ để thu được mực in nano bạc dẫn điện.

2. Mực in phun nano dẫn điện trên cơ sở nano bạc được sản xuất bằng quy trình theo điểm 1, trong đó mực in phun này bao gồm các thành phần có tỷ lệ % trọng lượng sau:

|           |    |
|-----------|----|
| nano bạc: | 20 |
| etanol:   | 12 |

|                        |      |
|------------------------|------|
| etylen glycol:         | 1,5  |
| glyxerin:              | 15   |
| 2-isopropoxy etanol:   | 1,5  |
| etyl axetat:           | 15,6 |
| natri dodexyl sulfat : | 0,3  |
| etyl glycolat:         | 0,05 |
| etyl format:           | 0,05 |
| nước khử ion vừa đủ    | 100% |

**Hình 1: Quy trình sản xuất mực in phun dẫn điện trên cơ sở các hạt nano bạc (Ag)**

