(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) **1-0032509**

(51)[19] **H01B 13/00**; B05D 7/04; C09D 11/52; B05D 5/12; B32B 27/18

(13) **B**

(21) 1-2019-04473
(22) 15/01/2018
(86) PCT/JP2018/000780 15/01/2018
(87) WO 2018/131702 19/07/2018
(30) 2017-004852 16/01/2017 JP
(45) 25/07/2022 412
(43) 25/11/2019 380A
(73) SHOWA DENKO K.K. (JP)
13-9, Shiba Daimon 1-Chome, Minato-ku, Tokyo, 1058518, Japan
(72) YAMAKI, Shigeru (JP).
(74) Công ty TNHH Quốc tế D&N (D&N INTERNATIONAL CO.,LTD.)

(54) PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT MÀNG DẪN ĐIỆN TRONG SUỐT VÀ MẪU DẪN ĐIỆN TRONG SUỐT

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất màng dẫn điện trong suốt và mẫu dẫn điện trong suốt có độ đồng đều vượt trội về điện trở trong mặt phẳng, bằng phương pháp in phủ rãnh hoặc phủ lăn mực dây nano kim loại. Sáng chế khác biệt ở chỗ phương pháp này bao gồm bước trong đó mực dây nano kim loại chứa các dây nano kim loại, nhựa kết dính chứa nhiều hơn 50% mol đơn vị monome được dẫn xuất từ N-vinylaxetamit, và dung môi, được phủ lên ít nhất một bề mặt của màng nhựa trong suốt và được làm khô để tạo ra lớp dẫn điện trong suốt, bước phủ mực dây nano kim loại lên màng nhựa trong suốt là bước phủ nhờ sử dụng kỹ thuật phủ rãnh hoặc phủ lăn được thực hiện bằng cách sử dụng màng nhựa trong suốt và mực dây nano kim loại mà có góc tiến (θa) của góc tiếp xúc động của mực dây nano kim loại so với màng nhựa trong suốt thỏa mãn điều kiện $10,0° < \theta a \leq 25,0°$, và hiệu số (θa-θr) giữa góc tiến (θa) và góc lùi (θr) là 10,0° hoặc cao hơn.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất màng dẫn điện trong suốt và mẫu dẫn điện trong suốt, và phương pháp sản xuất màng dẫn điện trong suốt và mẫu dẫn điện trong suốt bằng cách sử dụng mực dây nano kim loại phù hợp cho phương pháp in chẳng hạn như phương pháp phủ rãnh hoặc phương pháp phủ lăn.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Gần đây, dây nano kim loại đã nhận được nhiều sự chú ý vì là loại vật liệu dùng cho màng mỏng có tính dẫn điện cao/độ trong suốt cao có thể thay thế cho màng ITO (Indium Tin Oxide - oxit thiếc inđi) dùng cho điện cực trong suốt ở bảng điều khiển chạm, v.v..

Nhìn chung, các dây nano kim loại này được sản xuất bằng cách làm nóng hợp chất kim loại với sự có mặt của polyvinylpyrolidon và polyol như etylen glycol, v.v. (tài liệu phi sáng chế 1).

Tài liệu sáng chế 1 bộc lộ mực để tạo màng dẫn điện trong suốt, chứa các dây nano bạc, dung môi chứa nước, nhựa kết dính gốc xenluloza, và chất hoạt động bề mặt. Tài liệu sáng chế 2 bộc lộ mực dây nano bạc hữu ích làm vật liệu tạo vật dẫn điện trong suốt. Ngoài ra, tài liệu sáng chế 3 bộc lộ chế phẩm tạo ra lớp dẫn điện, chứa các dây nano kim loại, polyvinyl axetamit, và dung môi nước/rượu.

Tài liệu theo giải pháp kỹ thuật đã biết

Tài liệu sáng chế

Tài liệu sáng chế 1: Patent Mỹ số 8,865,027

Tài liệu sáng chế 2: Công bố đơn sáng chế Nhật Bản chưa được thẩm định (Kokai) số 2015-174922

Tài liệu sáng chế 3: Công bố đơn sáng chế Nhật Bản chưa được thẩm định (Kokai) số 2009-253016

Tài liệu phi sáng chế

Tài liệu phi sáng chế 1: Ducamp-Sanguesa, et al., J. Solid State Chem., 1992, 100, 272

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Không phải tất cả các công nghệ thông thường nêu trên đều bộc lộ mực dây nano kim loại phù hợp cho phương pháp in chẳng hạn như phương pháp phủ rãnh hoặc phương pháp phủ lăn, và phương pháp sản xuất màng dẫn điện trong suốt sử dụng mực này. Tài liệu sáng chế 3 bộc lộ chế phẩm bao gồm polyvinyl axetamit, tương tự với sáng chế này. Thành phần cụ thể không được bộc lộ trong tài liệu này. Do đó, tài liệu sáng chế 3 không thể được xem là tình trạng kỹ thuật đã biết có bộc lộ phương pháp sản xuất màng dẫn điện trong suốt bằng cách sử dụng mực dây nano kim loại, bằng phương pháp phủ rãnh hoặc phương pháp phủ lăn.

Một trong các mục đích của sáng chế là đề xuất phương pháp sản xuất màng dẫn điện trong suốt và mẫu dẫn điện trong suốt có tính đồng đều vượt trội về điện trở trong mặt phẳng, bằng phương pháp in chẳng hạn như phủ rãnh hoặc phủ lăn mực dây nano kim loại.

Để đạt được mục đích trên, một khía cạnh của sáng chế được bộc lộ như sau.

[1] Phương pháp sản xuất màng dẫn điện trong suốt bao gồm bước tạo lớp dẫn điện trong suốt bằng cách phủ mực dây nano kim loại lên ít nhất một mặt của màng

nhựa trong suốt, và làm khô mực đã được phủ, mực dây nano kim loại này chứa các dây nano kim loại, nhựa kết dính có nhiều hơn 50% mol đơn vị monome dẫn xuất từ N-vinylaxetamit, và dung môi, trong đó, việc phủ mực dây nano kim loại lên màng nhựa trong suốt được thực hiện bằng phương pháp phủ rãnh hoặc phương pháp phủ lăn, bằng cách sử dụng màng nhựa trong suốt và mực dây nano kim loại trong đó góc tiến (θa) của góc tiếp xúc động của mực dây nano kim loại so với màng nhựa trong suốt thỏa mãn điều kiện $10,0° < \theta a \leq 25,0°$, và hiệu số (θa-θr) giữa góc tiến (θa) và góc lùi (θr) của góc tiếp xúc động là 10,0° hoặc lớn hơn.

[2] Phương pháp sản xuất màng dẫn điện trong suốt theo mục [1], trong đó dây nano kim loại là dây nano bạc.

[3] Phương pháp sản xuất màng dẫn điện trong suốt theo mục [1] hoặc [2], trong đó hàm lượng dây nano kim loại trong mực dây nano kim loại là từ 0,01 đến 1,5% khối lượng.

[4] Phương pháp sản xuất màng dẫn điện trong suốt theo mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [3], trong đó màng nhựa trong suốt là màng làm bằng nhựa được chọn từ nhóm gồm polyeste, polycacbonat, nhựa acrylic và polyme xycloolefin.

[5] Phương pháp sản xuất màng dẫn điện trong suốt theo mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [4], trong đó hàm lượng nhựa kết dính trong mực dây nano kim loại là từ 0,1 đến 2,0% khối lượng.

[6] Phương pháp sản xuất màng dẫn điện trong suốt theo mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [5], trong đó dung môi là dung môi hỗn hợp của rượu và nước, hàm lượng rượu trong dung môi hỗn hợp là 85% khối lượng hoặc lớn hơn và 95% khối lượng hoặc nhỏ hơn, và hàm lượng rượu đơn chức no có 1 đến 3 nguyên tử cacbon được biểu

diễn bằng $C_nH_{2n+1}OH$ (n là số nguyên 1 đến 3) trong rượu là 30% khối lượng hoặc lớn hơn và 85% khối lượng hoặc nhỏ hơn.

[7] Phương pháp sản xuất màng dẫn điện trong suốt theo mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [6], trong đó phương pháp này còn bao gồm bước tạo lớp phủ ngoài che phủ lớp dẫn điện trong suốt.

[8] Phương pháp sản xuất mẫu dẫn điện trong suốt bao gồm bước tạo mẫu lớp dẫn điện trong suốt của màng dẫn điện trong suốt thu được bằng phương pháp sản xuất màng dẫn điện trong suốt theo mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [7].

[9] Phương pháp sản xuất mẫu dẫn điện trong suốt theo mục [8], phương pháp này còn bao gồm bước tạo lớp phủ ngoài che phủ mẫu dẫn điện trong suốt.

Theo phương pháp sản xuất màng dẫn điện trong suốt và mẫu dẫn điện trong suốt của sáng chế, lớp dẫn điện trong suốt đồng đều và có điện trở thấp có thể được tạo ra bằng cách in mực dây nano kim loại bằng phương pháp phủ rãnh hoặc phương pháp phủ lăn.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig.1 là hình vẽ mô tả phương pháp đánh giá độ đồng đều trong mặt phẳng của điện trở tấm trong mỗi ví dụ và ví dụ so sánh.

Mô tả chi tiết sáng chế

Dưới đây, một khía cạnh của sáng chế (sau đây được gọi là khía cạnh) sẽ được giải thích.

Khía cạnh thứ nhất của sáng chế là phương pháp sản xuất màng dẫn điện trong suốt bao gồm bước tạo lớp dẫn điện trong suốt bằng cách phủ mực dây nano kim loại lên ít nhất một mặt của màng nhựa trong suốt, và làm khô mực đã được phủ, mực dây

nano kim loại này chứa các dây nano kim loại, nhựa kết dính có nhiều hơn 50% mol đơn vị monome dẫn xuất từ N-vinylaxetamit, và dung môi, trong đó, việc phủ mực dây nano kim loại lên màng nhựa trong suốt được thực hiện bằng phương pháp phủ rãnh hoặc phương pháp phủ lăn, sử dụng màng nhựa trong suốt và mực dây nano kim loại có góc tiến (θa) của góc tiếp xúc động của mực dây nano kim loại so với màng nhựa trong suốt thỏa mãn điều kiện $10,0° < \theta a \leq 25,0°$, và hiệu số (θa-θr) giữa góc tiến (θa) và góc lùi (θr) của góc tiếp xúc động là 10,0° hoặc lớn hơn.

Màng dẫn điện trong suốt thu được bằng phương pháp sản xuất theo sáng chế, lớp chứa dây nano kim loại được tạo lớp trên màng nhựa trong suốt là nền hỗ trợ. Màng nhựa trong suốt được dùng cho nền hỗ trợ trong suốt. Độ dày của màng nhựa trong suốt không bị giới hạn cụ thể, nhưng để đạt được đủ độ đàn hồi thì độ dày của màng này tốt hơn là 1 mm hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 500 μm hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 250 μm hoặc nhỏ hơn, và đặt biệt tốt là 125 μm hoặc nhỏ hơn. Từ góc độ về khả năng gia công, độ dày tốt hơn là 10 μm hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 18 μm hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 25 μm hoặc lớn hơn, và đặt biệt tốt là 38 μm hoặc lớn hơn.

Các ví dụ ưu tiên của màng nhựa trong suốt có thể được sử dụng cho nền hỗ trợ bao gồm màng nhựa trong suốt bằng polyeste (polyetylen terephtalat [PET], polyetylen naphtalat [PEN], v.v.), polycacbonat, nhựa acrylic chẳng hạn như polymetylmetacrylat [PMMA], v.v., polyme xycloolefin, và tương tự. Trong số các màng này, từ góc độ về độ truyền sáng, tính đàn hồi và các đặc tính cơ học ưu việt, thì việc sử dụng polyetylen terephtalat và polyme xycloolefin được ưu tiên. Đối với polyme xycloolefin, polyme xycloolefin loại polyme hoán vị mở vòng được hydro hóa của norbornen và polyme xycloolefin loại copolyme cộng hợp norbornen/etylen có thể được sử dụng.

Ngoài ra, để sử dụng màng dẫn điện trong suốt thu được bằng phương pháp sản

xuất theo sáng chế làm thiết bị đầu vào chẳng hạn như bảng điều khiển chạm, thì cần phải sử dụng màng nhựa trong suốt có độ truyền sáng toàn phần là 70% hoặc lớn hơn, tốt hơn là 80% hoặc lớn hơn. Khi nhấn mạnh vào độ trong suốt, và cũng xét đến cả tính đàn hồi và khả năng gia công làm nền hỗ trợ, màng nhựa trong suốt có độ dày tốt hơn là nằm trong khoảng xấp xỉ 10 đến 500 μm.

Dây nano kim loại có trong mực dây nano kim loại được sử dụng theo khía cạnh này là vật liệu dẫn điện làm bằng kim loại và có hình dạng dây với đường kính đo bằng nano mét. Theo khía cạnh này, ngoài (bằng cách trộn lẫn với) hoặc thay vì dây nano kim loại, ống nano kim loại là vật liệu dẫn điện có dạng ống rỗng hoặc không rỗng, có thể được sử dụng. Trong bản mô tả này, cả "dạng dây" và "dạng ống" đều dùng để chỉ hình dạng dài, nhưng dạng dây dùng để chỉ thân đặc, trong khi đó dạng ống dùng để chỉ thân rỗng. Cả hai dạng đều có thể mềm hoặc cứng. Dạng dây được gọi là "dây nano kim loại theo nghĩa hẹp", và dạng ống được gọi là "ống nano kim loại theo nghĩa hẹp". Dưới đây, trong bản mô tả này, thuật ngữ "dây nano kim loại" được sử dụng để bao gồm cả dây nano kim loại theo nghĩa hẹp và ống nano kim loại theo nghĩa hẹp. Chỉ dây nano kim loại theo nghĩa hẹp, hoặc chỉ ống nano kim loại theo nghĩa hẹp có thể được sử dụng, hoặc chúng có thể được trộn lẫn với nhau.

Các dây nano kim loại và ống nano kim loại có đường kính trung bình tốt hơn là từ 1 đến 500 nm, tốt hơn nữa là từ 2 đến 200 nm, còn tốt hơn nữa là từ 5 đến 100 nm, và đặc biệt tốt hơn là từ 10 đến 100 nm. Các dây nano kim loại và ống nano kim loại có chiều dài trục chính trung bình tốt hơn là từ 1 đến 100 μm, tốt hơn nữa là từ 1 đến 50 μm, còn tốt hơn nữa là từ 2 đến 50 μm, và đặc biệt tốt hơn là từ 5 đến 30 μm. Khi thỏa mãn điều kiện về đường kính trung bình và chiều dài trục chính trung bình nói trên, dây nano kim loại và ống nano kim loại có tỷ lệ phương diện trung bình tốt hơn là lớn hơn 5, tốt hơn nữa là 10 hoặc lớn hơn, còn tốt hơn nữa là 100 hoặc lớn hơn, và đặc biệt tốt hơn

là 200 hoặc lớn hơn. Ở đây, tỷ lệ phương diện dùng để chỉ giá trị thu được bằng a/b, trong đó "b" biểu thị đường kính trung bình của dây nano kim loại và ống nano kim loại và "a" biểu thị chiều dài trục chính trung bình của chúng. Các giá trị "a" và "b" có thể được đo bằng kính hiển vi điện tử quét (scanning electron microscope - SEM).

Loại kim loại có thể là ít nhất một loại được chọn từ nhóm bao gồm vàng, bạc, bạch kim, đồng, niken, sắt, coban, kẽm, ruteni, rodi, paladi, catmi, osimi, hoặc iridi, hoặc có thể là hợp kim, v.v., được tạo ra bằng cách kết hợp một số kim loại trong số đó. Để thu được lớp dẫn điện trong suốt có điện trở bề mặt thấp và độ truyền sáng toàn phần cao, thì việc chứa ít nhất một trong vàng, bạc, và đồng được ưu tiên. Các kim loại này có độ dẫn điện cao, và do đó, khi điện trở bề mặt nhất định thu được, mật độ của kim loại trong bề mặt có thể được giảm đi, và có thể đạt được độ truyền sáng toàn phần cao.

Trong số các kim loại này, ưu tiên là chứa ít nhất là vàng hoặc bạc. Ví dụ thích hợp nhất có thể là dây nano bạc.

Đối với phương pháp sản xuất dây nano kim loại hoặc ống nano kim loại, phương pháp đã biết có thể được áp dụng. Ví dụ, các dây nano bạc có thể được tổng hợp bằng cách khử bạc nitrat với sự có mặt của polyvinylpyrolidon, sử dụng phương pháp polyol (tham khảo Chem. Mater., 2002, 14, 4736). Tương tự, các dây nano vàng có thể được tổng hợp bằng cách khử axit vàng clorua hydrat với sự có mặt của polyvinylpyrolidon (tham khảo J. Am. Chem. Soc., 2007, 129, 1733). Tài liệu WO 2008/073143 và WO 2008/046058 đã nêu chi tiết mô tả về công nghệ tổng hợp và tinh chế ở quy mô lớn các dây nano bạc và dây nano vàng. Ống nano vàng có cấu trúc rỗng có thể được tổng hợp bằng cách sử dụng các dây nano bạc làm khuôn mẫu, và khử dung dịch axit vàng clorua. Các dây nano bạc dùng làm khuôn mẫu được hòa tan trong dung dịch bằng phản ứng oxy hóa khử với axit vàng clorua, và kết quả là, có thể sản xuất

được các ống nano vàng có cấu trúc rỗng (tham khảo J. Am. Chem. Soc., 2004, 126, 3892-3901).

Hàm lượng dây nano kim loại trong mực dây nano kim loại tốt hơn là 0,01 đến 1,5% khối lượng. Nếu hàm lượng nhỏ hơn 0,01% khối lượng, thì vật liệu dẫn điện có nồng độ quá thấp, màng phủ thu được bằng cách phủ (in) có độ dẫn điện quá thấp, và do đó, việc đo điện trở tấm bằng phương pháp đo được mô tả trong các ví dụ dưới đây có thể là không khả thi. Trong khi đó, nếu hàm lượng vượt quá 1,5% khối lượng, thì có thể không đảm bảo được độ trong suốt. Hàm lượng này tốt hơn là từ 0,1 đến 1,0% khối lượng, tốt hơn nữa là 0,15 đến 0,5% khối lượng, và tốt hơn nữa là 0,2 đến 0,4% khối lượng. Trong bản mô tả sáng chế này, thuật ngữ "trong suốt" chỉ thực tế là nền mà mực dây nano kim loại được in lên đó có độ truyền sáng toàn phần là 70% hoặc lớn hơn, và độ mờ là 2% hoặc nhỏ hơn.

Nhựa kết dính được sử dụng trong mực dây nano kim loại theo khía cạnh này là có thể poly-N-vinylaxetamit (PNVA), đây là một homopolyme của N-vinylaxetamit (NVA), nhưng một copolyme có nhiều hơn 50% mol đơn vị monome dẫn xuất từ N-vinylaxetamit (NVA) cũng có thể được sử dụng. Các ví dụ về monome mà có thể được loại copolyme với N-vinylaxetamit (NVA) bao gồm axit acrylic, axit metacrylic, natri acrylat, natri metacrylat, acrylamit, và tương tự. Polyme này có khối lượng phân tử trung bình khối tốt hơn là từ 30.000 đến 1.500.000, và tốt hơn nữa là từ 80.000 đến 900.000. Ngoài ra, hàm lượng nhựa kết dính trong mực dây nano kim loại tốt hơn là 0,1 đến 2,0% khối lượng. Nếu hàm lượng nhỏ hơn 0,1% khối lượng, có thể không thu được màng phủ đồng đều. Trong khi đó, nếu hàm lượng vượt quá 2,0% khối lượng, màng phủ trở nên dày và các dây nano kim loại bị vùi lấp trong nhựa kết dính (các dây nano kim loại không có phần nào bị lộ ra), dẫn đến việc giảm độ dẫn điện (không thể thực hiện đo

điện trở tấm). Hàm lượng này tốt hơn là từ 0,15 đến 1,0% khối lượng, tốt hơn nữa là 0,15 đến 0,5% khối lượng, và tốt hơn nữa là 0,15 đến 0,30% khối lượng.

Dung môi trong mực dây nano kim loại được sử dụng theo khía cạnh này tốt hơn là dung môi hỗn hợp gồm rượu và nước vì các dây nano kim loại có thể được phân tán tốt và tốc độ làm khô có thể được kiểm soát dễ dàng. Hàm lượng rượu trong dung môi hỗn hợp tốt hơn là 85% khối lượng hoặc lớn hơn và 95% khối lượng hoặc nhỏ hơn. Đối với rượu, chứa ít nhất một loại rượu đơn chức no có từ 1 đến 3 nguyên tử cacbon (metanol, etanol, propanol chuẩn, và isopropanol), được biểu diễn bởi công thức $C_nH_{2n+1}OH$ (n biểu thị số nguyên từ 1 đến 3). Hàm lượng rượu đơn chức no có từ 1 đến 3 nguyên tử cacbon, so với tổng lượng rượu, tốt hơn là 30% khối lượng hoặc lớn hơn và 85% khối lượng hoặc nhỏ hơn, và tốt hơn nữa là 30% khối lượng hoặc lớn hơn và 70% khối lượng hoặc nhỏ hơn. Có lợi khi sử dụng rượu đơn chức no có từ 1 đến 3 nguyên tử cacbon trong quá trình này bởi vì bước làm khô trở nên dễ dàng.

Đối với rượu, rượu không phải rượu đơn chức no có từ 1 đến 3 nguyên tử cacbon có thể được sử dụng cùng nhau. Rượu khác có thể được sử dụng cùng, có thể là etylen glycol, propylen glycol, etylen glycol monometyl ete, etylen glycol monoetyl ete, propylen glycol monometyl ete, propylen glycol monoetyl ete, và tương tự. Hàm lượng rượu không phải là rượu đơn chức no có từ 1 đến 3 nguyên tử cacbon tốt hơn là 15% khối lượng hoặc lớn hơn và 70% khối lượng hoặc nhỏ hơn, và tốt hơn nữa là 30% khối lượng hoặc lớn hơn và 70% khối lượng hoặc nhỏ hơn, so với tổng lượng rượu. Nếu loại rượu bất kỳ trong số này được sử dụng cùng với rượu đơn chức no có từ 1 đến 3 nguyên tử cacbon, thì tốc độ làm khô có thể được điều chỉnh.

Ngoài ra, hàm lượng nước trong dung môi hỗn hợp tốt hơn là từ 5% khối lượng đến 15% khối lượng, và tốt hơn nữa là 5% khối lượng đến 10% khối lượng. Nếu hàm

lượng nước nhỏ hơn 5% khối lượng, thì hiện tượng kháng cự có thể xảy ra ở thời điểm phủ, và quá trình phủ có thể không được hoàn thành. Do đó, tỷ lệ hàm lượng (tỷ lệ khối lượng) ưu tiên giữa rượu đơn chức no có từ 1 đến 3 nguyên tử cacbon (S1), rượu khác ngoài rượu đơn chức no có từ 1 đến 3 nguyên tử cacbon (S2), và nước (S3) tốt hơn là (S1):(S2):(S3) là 25 đến 80:70 đến15:5 đến 15, và tốt hơn nữa là (S1):(S2):(S3) là 30 đến 65:65 đến 30:5 đến 15 (với điều kiện là (S1)+(S2)+(S3)=100).

Mực dây nano kim loại được sử dụng theo khía cạnh này có thể chứa chất phụ gia chẳng hạn như chất hoạt động bề mặt, chất chống oxy hóa, chất làm đầy, và tương tự, miễn là không gây ảnh hưởng xấu đến đặc tính chẳng hạn như khả năng in, độ dẫn điện, đặc tính quang học, v.v.. Để điều chỉnh độ nhớt của chế phẩm, các chất làm đầy chẳng hạn như silic oxit khói, v.v., có thể được sử dụng. Tổng lượng chất phụ gia sẽ được trộn trong mực dây nano kim loại tốt hơn là 5% khối lượng hoặc nhỏ hơn.

Mực dây nano kim loại theo khía cạnh này có thể được sản xuất bằng cách pha trộn dây nano kim loại nêu trên, nhựa kết dính, dung môi, và các chất phụ gia có thể được cho vào theo nhu cầu, theo tỷ lệ trộn nêu trên (% khối lượng) (các phần còn lại là dung môi hỗn hợp của rượu và nước), và khuấy và trộn sản phẩm đã pha trộn bằng thiết bị trộn ly tâm hành tinh, v.v.. Qua đó, có thể thu được mực dây nano kim loại có độ nhớt xấp xỉ bằng 1 đến 50 mPa·s (25°C).

Phương pháp sản xuất màng dẫn điện trong suốt theo khía cạnh này bao gồm bước phủ mực dây nano kim loại lên ít nhất một mặt của màng nhựa trong suốt bằng phương pháp phủ rãnh hoặc phương pháp phủ lăn, và làm khô sản phẩm. Để tạo ra lớp dẫn điện trong suốt có độ đồng đều vượt trội về điện trở trong mặt phẳng, mực dây nano kim loại cần phải có tính thấm ẩm vượt trội vào màng nhựa trong suốt.

Để cải thiện tính thấm ẩm giữa mực và màng, nhìn chung, phương pháp làm giảm góc tiếp xúc giữa mực và màng được sử dụng. Tuy nhiên, khi mực được phủ lên màng, thì những giọt chất lỏng lại di chuyển. Do đó, việc đánh giá bằng cách sử dụng góc tiếp xúc tĩnh là không đủ, và việc đánh giá bằng cách sử dụng góc tiếp xúc động được ưu tiên hơn. Góc tiếp xúc động có thể được đo bằng các góc tiếp xúc (góc tiến (θa) và góc lùi (θr)) khi bề mặt chung của mực tiến hoặc lùi khi mực tiếp xúc với các lần duỗi ra hoặc co lại của màng. Trong trường hợp cả góc tiến (θa) và góc lùi (θr) đều thấp, thì tính thấm ẩm cao. Cũng như vậy, khi hiệu số (θa-θr) giữa góc tiến (θa) và góc lùi (θr) lớn, thì lực kết dính giữa mực và màng mạnh, dẫn đến đặc tính phủ vượt trội.

Các kết quả nghiên cứu của các tác giả sáng chế cho thấy khi mực dây nano kim loại chứa nhựa kết dính có nhiều hơn 50% mol đơn vị monome dẫn xuất từ N-vinylaxetamit, và dung môi được sử dụng, và nếu góc tiếp xúc động của mực dây nano kim loại với màng nhựa trong suốt thỏa mãn điều kiện rằng góc tiến (θa) là $10,0° < \theta a \leq 25,0°$ và hiệu số (θa-θr) giữa góc tiến (θa) và góc lùi (θr) là 10,0° hoặc lớn hơn, và tốt hơn là 20,0° hoặc nhỏ hơn, và mực dây nano kim loại được phủ lên màng nhựa trong suốt bằng phương pháp phủ rãnh hoặc phương pháp phủ lăn, màng dẫn điện trong suốt có độ đồng đều vượt trội về điện trở trong mặt phẳng có thể được tạo ra. Phương pháp phủ rãnh bao gồm phủ thanh, phủ khe (chết), và phủ phẩy. Phương pháp phủ lăn bao gồm bước in chìm và in flexo.

Trong phương pháp sản xuất màng dẫn điện trong suốt theo khía cạnh này, sau khi mực dây nano kim loại được phủ lên ít nhất một mặt của màng nhựa trong suốt và được làm khô, sản phẩm thu được có thể trải qua quá trình nung kết tùy theo nhu cầu. Việc nung kết có thể được thực hiện bằng cách gia nhiệt bằng lò, bức xạ ánh sáng xung, bức xạ vi sóng, v.v., nhưng phương pháp nung kết không bị giới hạn ở đây.

Nhằm bảo vệ lớp dẫn điện trong suốt của màng dẫn điện trong suốt, lớp phủ ngoài có thể được hình thành. Có thể sử dụng lớp phủ ngoài đã biết trong lĩnh vực, nhưng tốt hơn là sử dụng chế phẩm để tạo ra màng bảo vệ bao gồm (A) polyuretan chứa nhóm carboxyl, (B) hợp chất epoxy, (C) chất thúc đẩy lưu hóa, và (D) dung môi, trong đó hàm lượng của dung môi (D) là từ 95,0% khối lượng đến 99,9% khối lượng, (D) bao gồm (D1) và (D2), (D1) là dung môi có nhiệt độ sôi trên 100°C và chứa nhóm hydroxyl, (D2) là dung môi có nhiệt độ sôi bằng 100°C hoặc thấp hơn, và hàm lượng của dung môi (D2) có nhiệt độ sôi bằng 100°C hoặc thấp hơn là từ 30% khối lượng đến 85% khối lượng, và tốt hơn là 30% khối lượng đến 80% khối lượng của toàn bộ dung môi.

Bằng phương pháp sản xuất màng dẫn điện trong suốt nêu trên, có thể thu được màng dẫn điện trong suốt có độ truyền sáng toàn phần là 70% hoặc lớn hơn, tốt hơn là 80% hoặc lớn hơn, và tốt hơn nữa là 90% hoặc lớn hơn, và có giá trị độ mờ từ 0,1 đến 2,0%, tốt hơn là 0,3 đến 1,7%, và tốt hơn nữa là 0,5 đến 1,5%.

Điện trở tấm của màng dẫn điện trong suốt nêu trên có thể được lựa chọn sao cho phù hợp tùy theo mục đích sử dụng. Ví dụ, khi màng được dùng làm dây dẫn điện trong suốt của điện cực trong suốt cho bảng điều khiển chạm, v.v., điện trở tấm tốt hơn là từ 1 đến 200Ω/□.

Các giá trị này được đo bằng phương pháp được mô tả trong phần ví dụ dưới đây.

Khía cạnh thứ hai của sáng chế là phương pháp sản xuất mẫu dẫn điện trong suốt bao gồm bước tạo mẫu lớp dẫn điện trong suốt của màng dẫn điện trong suốt được sản xuất theo khía cạnh thứ nhất. Đối với phương pháp tạo mẫu lớp dẫn điện trong suốt của màng dẫn điện trong suốt, thì các phương pháp đã biết chẳng hạn như in ảnh litô, khắc axit laze có thể được sử dụng để thu được mẫu định trước. Việc tạo mẫu có thể được thực hiện ở lớp dẫn điện trong suốt có lớp phủ ngoài. Việc tạo mẫu được thực hiện ở lớp

dẫn điện trong suốt trước khi lớp phủ ngoài được tạo ra, và lớp phủ ngoài được tạo ra để che đi mẫu dẫn điện trong suốt thu được theo cách tương tự như trong khía cạnh thứ nhất.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Dưới đây, các ví dụ cụ thể của sáng chế sẽ được trình bày cụ thể. Các ví dụ được mô tả dưới đây nhằm mục đích hiểu sáng chế dễ dàng hơn, và sáng chế không chỉ giới hạn ở các ví dụ này.

Quan sát hình dạng dây nano bạc

Hình dạng (độ dài, đường kính) của dây nano bạc thu được bằng cách quan sát đường kính và độ dài của 50 dây nano được lựa chọn tùy ý, bằng cách sử dụng kính hiển vi điện tử quét phát xạ trường có độ phân giải siêu cao SU8020, do công ty Hitachi High-Technologies Corporation sản xuất (điện áp tăng từ 3 đến 10 kV), và thu được các giá trị số học trung bình.

Bằng cách sử dụng quang phổ kế khả kiến UV/NIR V-670 được sản xuất bởi JASCO Corporation, đo phổ hấp thụ khả kiến UV ở 300 đến 600 nm, và thu được tỷ lệ (Abs(λ450)/Abs(λmax)), Abs(λmax) là giá trị đỉnh cực đại của độ hấp thụ ánh sáng ở bước sóng 370 nm đến 380 nm dựa vào các dây nano bạc, và Abs(λ450) là giá trị hấp thụ ánh sáng ở bước sóng 450 nm thể hiện các hạt bạc hình cầu. Mặc dù là tùy thuộc vào hình dạng của các dây nano bạc, nhưng tỷ lệ ưu tiên là 0,1 đến 0,5. Tỷ lệ càng nhỏ thì lượng hạt hình cầu được tạo ra ở thời điểm tổng hợp các dây nano bạc càng nhỏ. Nếu không có mặt hạt hình cầu nào, thì tỷ lệ là xấp xỉ 0,1.

Tổng hợp dây nano bạc

100g propylen glycol (được sản xuất bởi Wako Pure Chemical Industries, Ltd.) được cân vào bình thủy tinh 200 mL, và 2,3 g (13 mmol) bạc nitrat (được sản xuất bởi

Toyo Chemical Industrial Co., Ltd.) được cho vào đó làm muối kim loại, khuấy trong 2 giờ ở nhiệt độ phòng, qua đó điều chế dung dịch bạc nitrat (dung dịch thứ hai).

600 g propylen glycol, 0,052 g (0,32 mmol) tetraetylamoni clorua (được sản xuất bởi Lion Specialty Chemicals Co., Ltd.) làm dẫn xuất ion, 0,008 g (0,08 mmol) natri bromua (được sản xuất bởi Manac Incorporated), và 7,2 g polyvinylpyrolidon K-90 (PVP) (trọng lượng phân tử trung bình: 350.000, được sản xuất bởi Wako Pure Chemical Industries, Ltd.) làm tác nhân điều khiển cấu trúc được cho vào bình bốn cổ 1L (máy khuấy cơ, phễu nhỏ giọt, ống hồi lưu, nhiệt kế, ống dẫn khí nitơ), trong môi trường khí nitơ. Sản phẩm thu được được khuấy ở số vòng quay là 200 vòng/phút, ở nhiệt độ 150°C trong một giờ đến khi tan hoàn toàn, bằng cách đó thu được dung dịch thứ nhất. Dung dịch bạc nitrat được điều chế trước đó (dung dịch thứ hai) được đưa vào phễu giọt, và trong khi nhiệt độ của dung dịch thứ nhất được giữ ở 150°C, việc nhỏ giọt được thực hiện trong 2,5 giờ (tốc độ cấp trung bình của bạc nitrat là 0,087 mmol/phút), bằng cách đó tổng hợp các dây nano bạc. Trong trường hợp này, tỷ lệ mol (số mol cấp trung bình của bạc nitrat/dẫn xuất ion) là 0,22, tỷ lệ này được tính từ số mol của tổng số nguyên tử halogen của dẫn xuất ion trong dung dịch thứ nhất (0,40 mmol) và tốc độ cấp trung bình của bạc nitrat (0,087 mmol/phút). Ngoài ra, nồng độ ion bạc của dung dịch thứ nhất được đo trong quá trình phản ứng. Tỷ lệ mol (muối kim loại/dẫn xuất ion) giữa số mol của tổng số nguyên tử halogen của dẫn xuất ion trong dung dịch thứ nhất trong quá trình phản ứng, và muối kim loại nằm trong khoảng từ 0,2 đến 6,7. Sau khi hoàn thành quá trình nhỏ giọt, tiếp tục đun nóng và khuấy trong một giờ, và kết thúc phản ứng. Nồng độ muối kim loại (ion bạc) trong dung dịch thứ nhất được đo bằng thiết bị chuẩn độ tự động AUT-301 được sản xuất bởi DKK-TOA Corporation, bằng kỹ thuật chuẩn độ điện thế sử dụng máy đo điện thế oxy hóa-khử với các điện cực bạc.

Hỗn hợp phản ứng được pha loãng 5 lần (khối lượng) bằng metanol, khi đó lực ly tâm được áp dụng ở số vòng quay 6000 vòng/phút trong 5 phút, sử dụng máy tách ly tâm, qua đó làm lắng đọng các dây nano bạc. Sau khi dịch nổi được lấy ra thì cho metanol vào, khi đó thực hiện quy trình tương tự ở số vòng quay 6000 vòng/phút trong 5 phút lặp lại hai lần, để rửa sạch PVP và dung môi còn trong hệ thống.

Đường kính và độ dài của các dây nano bạc thu được từ các hình ảnh thu được bằng phương pháp nêu trên sử dụng kính hiển vi điện tử quét phát xạ trường SU8020 (FE-SEM). Đường kính trung bình là 36,3 nm, và độ dài trung bình là 25,5 μm.

Ngoài ra, dựa vào phổ hấp thụ khả kiến UV của các dây nano bạc thu được, Abs(λ450)/Abs(λmax) là 0,21.

Nền hỗ trợ (màng)

Bốn loại nền hỗ trợ (màng) sau đây được sử dụng trong các ví dụ và ví dụ so sánh.

Màng COP (ZEONOR (nhãn hiệu đã đăng ký): polyme xycloolefin loại polyme hoán vị mở vòng được hydro hóa ZF14 (độ dày 100 μm), được sản xuất bởi Zeon Corporation))

Màng COC (polyme xycloolefin loại loại copolyme cộng hợp norbornen CN-P (độ dày 50 μm), được sản xuất bởi Showa Denko K.K.)

Màng PET (OPTERIA (nhãn hiệu đã đăng ký) H522-50 (độ dày 50 μm), được sản xuất bởi Lintec Corporation)

Màng PET (COSMOSHINE (nhãn hiệu đã đăng ký) A4100 (độ dày 100 μm), được sản xuất bởi Toyobo Co., Ltd.)

Điều chế mực

Mực 1

Nguồn cho nhựa kết dính là poly-N-vinylaxetamit (PNVA) (GE191-103, homopolyme (trọng lượng phân tử trung bình 900.000 (giá trị danh mục), được sản xuất bởi Showa Denko K.K.), dung dịch 10% trong nước) được sử dụng.

Dung dịch phân tán dây nano bạc (dung môi là metanol) thu được nêu trên, dung dịch 10% trong nước của PNVA, nước (H_2O), metanol (MeOH), etanol (EtOH), propylen glycol monometyl ete (PGME), và propylen glycol (PG) được đưa vào bình có nắp, nắp đóng kín, và sản phẩm thu được được trộn bằng thiết bị trộn ly tâm hành tinh. Mực 1 thu được bằng cách điều chỉnh lượng trộn sao cho thành phần trộn là nước (H_2O): metanol (MeOH): etanol (EtOH): propylen glycol monometyl ete (PGME): propylen glycol (PG) [tỷ lệ khối lượng] = 10:10:40:34:6, và so với tổng lượng hỗn hợp, lượng thành phần PNVA được cấp từ dung dịch nước PNVA là 0,18% khối lượng, và lượng kim loại bạc được cấp bởi các dây nano bạc là 0,23% khối lượng (99,59 phần khối lượng còn lại là môi trường phân tán của thành phần nêu trên).

Mực 2

Mực 2 thu được ở các điều kiện tương tự như Mực 1, ngoại trừ việc polyvinylpyrolidon (PVP) (Sokalan (nhãn hiệu đã đăng ký) K-120, được sản xuất bởi BASF) được sử dụng thay cho PNVA làm nhựa kết dính (bảng 1).

Mực 3

Mực 3 thu được ở các điều kiện tương tự như Mực 1, ngoại trừ việc rượu polyvinyl (PVA) (Kuraray Poval PVP-505, được sản xuất bởi Kuraray Co., Ltd.) được sử dụng thay cho PNVA làm nhựa kết dính (bảng 1).

Mực 4

Mực 4 thu được ở các điều kiện tương tự như Mực 1, ngoại trừ việc polyme gốc xenluloza (hydroxypropyl xenluloza (HPC), được sản xuất bởi Wako Pure Chemical Industries, Ltd.) được sử dụng thay cho PNVA làm nhựa kết dính (bảng 1).

Mực 5

Mực 5 thu được ở các điều kiện tương tự như Mực 1, ngoại trừ việc polyme gốc xenluloza (etyl xenluloza (ETHOCEL) (nhãn hiệu đã đăng ký) Industrial STD 100 CPS, được sản xuất bởi Nisshin Kasei Co., Ltd.) được sử dụng thay cho PNVA làm nhựa kết dính (bảng 1).

Mực 6

Mực 6 được điều chế ở các điều kiện tương tự như Mực 1, ngoại trừ việc polyme gốc xenluloza (metyl xenluloza (METHOCEL), được sản xuất bởi Wako Pure Chemical Industries, Ltd.) được sử dụng thay cho PNVA làm nhựa kết dính. Tuy nhiên, nhựa kết dính không tan trong dung môi (bảng 1).

Mực 7

Mực 7 thu được theo cách tương tự như Mực 1, ngoại trừ việc lượng trộn của dung môi được điều chỉnh sao cho thành phần trộn là nước (H_2O): metanol (MeOH): isopropanol (IPA): propylen glycol monometyl ete (PGME) [tỷ lệ khối lượng] = 10:10:40:40, và so với tổng lượng hỗn hợp, lượng kim loại bạc được cấp bởi các dây nano bạc là 0,25% khối lượng (99,57 phần khối lượng còn lại là môi trường phân tán của thành phần nêu trên).

Mực 8

Mực 8 thu được theo cách tương tự như Mực 1, ngoại trừ việc lượng trộn của dung môi được điều chỉnh sao cho thành phần trộn là nước (H_2O): metanol (MeOH):

etanol (EtOH): propylen glycol monometyl ete (PGME) [tỷ lệ khối lượng] = 10:35:35 SA:20, và so với tổng lượng hỗn hợp, lượng kim loại bạc được cấp bởi các dây nano bạc là 0,25% khối lượng (99,57 phần khối lượng còn lại là môi trường phân tán của thành phần nêu trên).

Mực 9

Mực 9 thu được theo cách tương tự như Mực 1, ngoại trừ việc lượng trộn của dung môi được điều chỉnh sao cho thành phần trộn là nước (H_2O): metanol (MeOH): etanol (EtOH): propylen glycol monometyl ete (PGME) [tỷ lệ khối lượng] = 10:10:60:20, và so với tổng lượng hỗn hợp, lượng kim loại bạc được cấp bởi các dây nano bạc là 0,25% khối lượng (99,57 phần khối lượng còn lại là môi trường phân tán của thành phần nêu trên).

Mực 10

Mực 10 thu được theo cách tương tự như Mực 1, ngoại trừ việc lượng trộn của dung môi được điều chỉnh sao cho thành phần trộn là nước (H_2O): metanol (MeOH): isopropanol (IPA): propylen glycol monometyl ete (PGME) [tỷ lệ khối lượng] = 10:10:60:20, và so với tổng lượng hỗn hợp, lượng kim loại bạc được cấp bởi các dây nano bạc là 0,25% khối lượng (99,57 phần khối lượng còn lại là môi trường phân tán của thành phần nêu trên).

Mực 11

Mực 11 thu được theo cách tương tự như Mực 1, ngoại trừ việc lượng trộn của dung môi được điều chỉnh sao cho thành phần trộn là nước (H_2O): metanol (MeOH): etanol (EtOH): propylen glycol monometyl ete (PGME) [tỷ lệ khối lượng] = 3:35:35 CH:15, và so với tổng lượng hỗn hợp, lượng kim loại bạc được cấp bởi các dây nano

bạc là 0,25% khối lượng (99,57 phần khối lượng còn lại là môi trường phân tán của thành phần nêu trên).

Hàm lượng bạc

Chất lỏng mẫu mà các dây nano bạc phân tán trong đó được thu từ mực dây nano bạc thu được (Mực 1), và axit nitric được cho vào chất lỏng để hòa tan dây nano bạc. Lượng bạc được đo bằng quang phổ kế hấp thụ nguyên tử (thiết bị: lò quang phổ kế hấp thụ nguyên tử AA280Z, được sản xuất bởi Agilent Technologies Japan, Ltd.). Kết quả là, hàm lượng bạc là 0,233% khối lượng, tương đương với 0,23% khối lượng, tức là, giá trị đích khi điều chế mực. Theo đó, trong bảng 1, hàm lượng bạc được thể hiện bằng giá trị danh nghĩa (giá trị đích) (điều tương tự cũng đúng đối với mỗi ví dụ dưới đây).

Bảng 1 thể hiện thành phần, độ hòa tan vào dung môi, và độ nhớt thu được bằng nhớt kế kỹ thuật số DV-E (trục: SC4-18) được sản xuất bởi Brookfield, ở nhiệt độ 25°C, đối với mỗi loại từ Mực 1 đến Mực 11.

Sản xuất màng dẫn điện trong suốt

Bằng cách sử dụng máy phủ 70F0 được sản xuất bởi Imoto Machinery Co., Ltd., mỗi loại mực dây nano bạc được phủ bằng máy phủ thanh để có độ dày màng ướt xấp xỉ 15 μm, ở tốc độ in là 100 mm/giây, trên nền hỗ trợ (nền màng) có kích thước 21 cm × 30 cm. Sau đó, bằng cách sử dụng máy sấy khí nóng (ETAC HS350, được sản xuất bởi Kusumoto Chemicals, Ltd.), mực được làm khô. Đối với Mực 1 đến Mực 5, quá trình làm khô được thực hiện ở nhiệt độ 100°C trong 10 phút. Đối với Mực 7 đến Mực 11, quá trình làm khô được thực hiện ở nhiệt độ 80°C trong 5 phút. Bằng cách đó tạo ra các màng dẫn điện trong suốt có lớp dẫn điện trong suốt.

Điện trở tấm/đặc tính quang học

Điện trở tấm của màng dẫn điện trong suốt thu được được đo bằng Loresta GP (được sản xuất bởi Mitsubishi Chemical Analytech Co., Ltd.). Các đặc tính quang học của màng dẫn điện trong suốt là độ truyền sáng toàn phần và độ mờ được đo bằng máy đo độ mờ NDH 2000, được sản xuất bởi Nippon Denshoku Industries Co., Ltd. Để tham khảo về phép đo đặc tính quang học, phép đo sử dụng không khí được thực hiện. Các kết quả được thể hiện trong bảng 1.

Đo độ đồng đều trong mặt phẳng của điện trở tấm

Như được thể hiện trên Fig.1, 70 ô vuông, mỗi ô có kích thước 3 cm × 3 cm, được bố trí thành mảng hình chữ nhật có 7 hàng và 10 cột trên tấm mẫu khổ A4 (màng dẫn điện trong suốt) sẽ được đo, và các giá trị điện trở bề mặt ở 12 ô vuông được thể hiện bằng các đường gạch mờ được đo lần lượt. Trong số các giá trị điện trở bề mặt, giá trị cực đại được biểu diễn bằng Rmax, và giá trị cực tiểu được biểu diễn bằng Rmin, và độ đồng đều trong mặt phẳng được tính dựa trên công thức (1).

$$\text{Độ đồng đều trong mặt phẳng [\%]} = [(Rmax-Rmin)/(Rmax+Rmin)] \times 100 \quad (1)$$

Xử lý plasma nền hỗ trợ (nền màng)

Xử lý plasma được thực hiện dưới dạng xử lý bề mặt nền màng, sử dụng thiết bị xử lý plasma (AP-T03, được sản xuất bởi Sekisui Co., Ltd.) với công suất đầu ra 1 kW trong 20 giây, trong môi trường khí nitơ.

Góc tiếp xúc

Các góc tiếp xúc được đo bằng máy Drop Master DM500, được sản xuất bởi Kyowa Interface Science, Inc. Vì bề mặt chất lỏng chuyển động khi phủ, nên các góc tiếp xúc động, tức là góc tiến (θa) và góc lùi (θr) so với nền màng COP, được đo bằng phương pháp co/duỗi. Bằng cách sử dụng mực dây nano bạc nêu trên, cùng với thể tích

chất lỏng là 3 μL, phép đo được thực hiện ở năm phần khác nhau. Giá trị trung bình của kết quả đo được thể hiện trong bảng 2.

Ví dụ 1.

Màng dẫn điện trong suốt được tạo ra, bằng cách sử dụng màng COP (có xử lý plasma) làm nền hỗ trợ (nền màng), và bằng cách sử dụng Mực 1 làm mực. Kết quả đánh giá được thể hiện trong bảng 2.

Kết quả thu được rất tốt, có điện trở tấm là 39,4 Ω/□, và độ đồng đều trong mặt phẳng là 20% hoặc nhỏ hơn (9,1%). Các đặc tính quang học gồm có độ truyền sáng toàn phần là 90%, và độ mờ là 1,31%.

Ví dụ 2.

Màng dẫn điện trong suốt được tạo ra, bằng cách sử dụng màng COC (có xử lý plasma) làm nền hỗ trợ (nền màng), và bằng cách sử dụng Mực 1 làm mực. Kết quả đánh giá được thể hiện trong bảng 2.

Ví dụ 3.

Màng dẫn điện trong suốt được tạo ra, bằng cách sử dụng màng PET (OPTERIA (nhãn hiệu đã đăng ký) H522-50, được sản xuất bởi Lintec Corporation) (không xử lý plasma) có lớp phủ cứng làm nền hỗ trợ (nền màng), và bằng cách sử dụng Mực 1 làm mực. Kết quả đánh giá được thể hiện trong bảng 2.

Ví dụ 4.

Màng dẫn điện trong suốt được tạo ra, bằng cách sử dụng màng PET (OPTERIA (nhãn hiệu đã đăng ký) H522-50, được sản xuất bởi Lintec Corporation) có lớp phủ cứng (có xử lý plasma lên lớp phủ cứng) làm nền hỗ trợ (nền màng), và bằng cách sử dụng Mực 1 làm mực. Kết quả đánh giá được thể hiện trong bảng 2.

Ví dụ 5.

Màng dẫn điện trong suốt được tạo ra, bằng cách sử dụng màng PET (COSMOSHINE (nhãn hiệu đã đăng ký) A4100, được sản xuất bởi Toyobo Co., Ltd.) có lớp dễ dính (không xử lý plasma) làm nền hỗ trợ (nền màng), và bằng cách sử dụng Mực 1 làm mực. Kết quả đánh giá được thể hiện trong bảng 2.

Ví dụ 6.

Màng dẫn điện trong suốt được tạo ra, bằng cách sử dụng màng COP (có xử lý plasma) làm nền hỗ trợ (nền màng), và bằng cách sử dụng Mực 7 làm mực. Kết quả đánh giá được thể hiện trong bảng 2.

Ví dụ 7.

Màng dẫn điện trong suốt được tạo ra, bằng cách sử dụng màng PET (OPTERIA (nhãn hiệu đã đăng ký) H522-50, được sản xuất bởi Lintec Corporation) có lớp phủ cứng làm nền hỗ trợ (nền màng), và bằng cách sử dụng Mực 7 làm mực. Kết quả đánh giá được thể hiện trong bảng 2.

Ví dụ 8.

Màng dẫn điện trong suốt được tạo ra, bằng cách sử dụng màng PET (COSMOSHINE (nhãn hiệu đã đăng ký) A4100, được sản xuất bởi Toyobo Co., Ltd.) có lớp dễ dính (không xử lý plasma) làm nền hỗ trợ (nền màng), và bằng cách sử dụng Mực 7 làm mực. Kết quả đánh giá được thể hiện trong bảng 2.

Ví dụ 9.

Màng dẫn điện trong suốt được tạo ra, bằng cách sử dụng màng PET (OPTERIA (nhãn hiệu đã đăng ký) H522-50, được sản xuất bởi Lintec Corporation) có lớp phủ

cứng làm nền hỗ trợ (nền màng), và bằng cách sử dụng Mực 8 làm mực. Kết quả đánh giá được thể hiện trong bảng 2.

Ví dụ 10.

Màng dẫn điện trong suốt được tạo ra, bằng cách sử dụng màng PET (OPTERIA (nhãn hiệu đã đăng ký) H522-50, được sản xuất bởi Lintec Corporation) có lớp phủ cứng làm nền hỗ trợ (nền màng), và bằng cách sử dụng Mực 9 làm mực. Kết quả đánh giá được thể hiện trong bảng 2.

Ví dụ 11.

Màng dẫn điện trong suốt được tạo ra, bằng cách sử dụng màng PET (OPTERIA (nhãn hiệu đã đăng ký) H522-50, được sản xuất bởi Lintec Corporation) có lớp phủ cứng làm nền hỗ trợ (nền màng), và bằng cách sử dụng Mực 10 làm mực. Kết quả đánh giá được thể hiện trong bảng 2.

Ví dụ 12.

Màng dẫn điện trong suốt được tạo ra, bằng cách sử dụng màng PET (OPTERIA (nhãn hiệu đã đăng ký) H522-50, được sản xuất bởi Lintec Corporation) có lớp phủ cứng làm nền hỗ trợ (nền màng), và bằng cách sử dụng Mực 11 làm mực. Kết quả đánh giá được thể hiện trong bảng 2.

Trong tất cả các ví dụ, kết quả thu được đều rất tốt, có điện trở tấm nhỏ hơn 60 Ω/□, và độ đồng đều trong mặt phẳng là 20% hoặc nhỏ hơn. Các đặc tính quang học bao gồm độ truyền sáng toàn phần cao xấp xỉ 90%, và độ mờ nhỏ hơn 2%.

Ví dụ so sánh 1.

Màng dẫn điện trong suốt được tạo ra, bằng cách sử dụng màng COP (không xử lý plasma) làm nền hỗ trợ (nền màng), và bằng cách sử dụng Mực 1 làm mực. Ví dụ so

sánh 1 khác với ví dụ 1 ở chỗ việc xử lý plasma có được thực hiện lên màng COP dùng nền hỗ trợ (nền màng) hay không. Vì màng COP không được xử lý plasma nên góc tiến (θa) lớn hơn 25,0°, và có thể không thu được màng phủ đều, khác với ví dụ 1.

Ví dụ so sánh 2.

Màng dẫn điện trong suốt được tạo ra, bằng cách sử dụng màng COP (có xử lý plasma) làm nền hỗ trợ (nền màng), và sử dụng Mực 2 làm mực. Ví dụ so sánh 2 khác với ví dụ 1 ở chỗ polyvinylpyrolidon (PVP) (Sokalan (nhãn hiệu đã đăng ký) K-120, được sản xuất bởi BASF) được dùng thay cho PNVA đã sử dụng trong ví dụ 1 để làm nhựa kết dính cho mực. Kết quả đánh giá được thể hiện trong bảng 2. Hiệu số (θa-θr) giữa góc tiến (θa) và góc lùi (θr) nhỏ hơn 10,0°, và độ đồng đều trong mặt phẳng của điện trở tấm kém hơn như trong ví dụ 1.

Ví dụ so sánh 3.

Màng dẫn điện trong suốt được tạo ra, bằng cách sử dụng màng COP (có xử lý plasma) làm nền hỗ trợ (nền màng), và sử dụng Mực 3 làm mực. Ví dụ so sánh 3 khác với ví dụ 1 ở chỗ rượu polyvinyl (PVA) (Kuraray Poval PVP-505, được sản xuất bởi Kuraray Co., Ltd.) được dùng thay cho PNVA đã sử dụng trong ví dụ 1 để làm nhựa kết dính cho mực. Kết quả đánh giá được thể hiện trong bảng 2. Mặc dù góc tiến (θa), và hiệu số (θa-θr) giữa góc tiến (θa) và góc lùi (θr) không khác biệt đáng kể so với trong ví dụ 1, nhưng độ đồng đều trong mặt phẳng của điện trở tấm kém hơn so với ví dụ 1. Không có nguyên nhân rõ ràng cho việc này, nhưng vì các loại nhựa kết dính khác nhau nên đặc điểm phân tán của các dây nano bạc trong mực có thể kém hơn so với trong ví dụ 1.

Ví dụ so sánh 4.

Màng dẫn điện trong suốt được tạo ra, bằng cách sử dụng màng COP (có xử lý plasma) làm nền hỗ trợ (nền màng), và sử dụng Mực 4 làm mực. Ví dụ so sánh 4 khác với ví dụ 1 ở chỗ polyme gốc xenluloza (hydroxypropyl xenluloza (HPC), được sản xuất bởi Wako Pure Chemical Industries, Ltd.) được dùng thay cho PNVA làm nhựa kết dính trong ví dụ 1 để làm nhựa kết dính cho mực. Kết quả đánh giá được thể hiện trong bảng 2. Hiệu số (θa-θr) giữa góc tiến (θa) và góc lùi (θr) nhỏ hơn 10,0°, điện trở tấm cao hơn gần mười lần so với trong ví dụ 1, và độ đồng đều trong mặt phẳng kém hơn so với ví dụ 1.

Ví dụ so sánh 5.

Màng dẫn điện trong suốt được tạo ra, bằng cách sử dụng màng COP (có xử lý plasma) làm nền hỗ trợ (nền màng), và sử dụng Mực 5 làm mực. Ví dụ so sánh 5 khác với ví dụ 1 ở chỗ polyme gốc xenluloza (etyl xenluloza (ETHOCEL) (nhãn hiệu đã đăng ký) Industrial STD 100 CPS, được sản xuất bởi Nisshin Kasei Co., Ltd.) được sử dụng thay cho PNVA đã làm nhựa kết dính trong ví dụ 1 để nhựa kết dính cho mực. Kết quả đánh giá được thể hiện trong bảng 2. Hiệu số (θa-θfr) giữa góc tiến (θa) và góc lùi (θr) nhỏ hơn 10,0°, và độ mờ cao hơn gấp ba lần hoặc lớn hơn so với trong ví dụ 1, tức là, kém hơn so với trong ví dụ 1.

Bảng 1

	Mực dây nano bạc														Độ hòa tan	Độ nhớt [mPa·s@25°C]
	Dây dẫn điện	Môi trường phân tán							Nhựa kết dính							
	Bạc [% khối lượng]	[% khối lượng]	Tỷ lệ trộn [tỷ lệ khối lượng]						[% khối lượng]							
			H_2O	MeOH	EtOH	IPA	PGME	PG	PNVA	PVP	PVA	HPC	ETHOCEL	METHOCEL		
Mực 1	0,23	99,59	10	10	40	---	34	6	0,18						Tốt	5,2
Mực 2	0,23	99,59	10	10	40	---	34	6		0,18					Tốt	3,5
Mực 3	0,23	99,59	10	10	40	---	34	6			0,18				Tốt	3,6
Mực 4	0,23	99,59	10	10	40	---	34	6				0,18			Tốt	10,2
Mực 5	0,23	99,59	10	10	40	---	34	6					0,18		Tốt	4,3
Mực 6	0,23	99,59	10	10	40	---	34	6						0,18	Nhựa kết dính không hòa tan	
Mực 7	0,25	99,57	10	10	---	40	40	---	0,18						Tốt	4,8
Mực 8	0,25	99,57	10	35	35	---	20	---	0,18						Tốt	5,2
Mực 9	0,25	99,57	10	10	60	---	20	---	0,18						Tốt	4,9
Mực 10	0,25	99,57	10	10	---	60	20	---	0,18						Tốt	4,5
Mực 11	0,25	99,57	15	35	35	---	15	---	0,18						Tốt	5,1

Bảng 2

	Nền màng			Giọt chất lỏng	Tính thấm ẩm (Góc tiếp xúc động)			Đặc tính điện trở		Đặc tính quang học	
	Vật liệu	Mẫu số	Xử lý bề mặt		Góc tiến	Góc lùi	Hiệu số	Điện trở tấm	Độ đồng đều trong mặt phẳng	Độ truyền sáng toàn phần	Độ mờ
					θa[°]	θr[°]	θa-θr[°]	[Ω/□]	[%]	[%]	[%]
Ví dụ 1	COP	ZF14	Xử lý plasma	Mực 1	14,5	3,1	11,4	39,4	9,1	90	1,31
Ví dụ 2	COC	CN-P	Xử lý plasma	Mực 1	20,0	2,4	17,6	46,3	13,4	90	1,71
Ví dụ 3	PET	H522-50	Xử lý phủ cứng	Mực 1	14,8	2,5	12,3	37,9	12,5	90	1,47
Ví dụ 4	PET	H522-50	Xử lý phủ cứng →Xử lý plasma	Mực 1	11,5	1,2	10,3	46,2	10,8	90	1,38
Ví dụ 5	PET	A4100	Không xử lý plasma	Mực 1	13,9	3,3	10,6	56,1	19,4	89	1,85
Ví dụ 6	COP	ZF14	Xử lý plasma	Mực 7	11,5	1,4	10,1	48,7	11,1	90	0,79
Ví dụ 7	PET	H522-50	Xử lý phủ cứng	Mực 7	13,8	1,5	12,3	46,2	13,0	90	0,88
Ví dụ 8	PET	A4100	Không xử lý plasma	Mực 7	12,1	0,9	11,2	43,6	15,1	88	1,36
Ví dụ 9	PET	H522-50	Xử lý phủ cứng	Mực 8	15,7	1,8	13,9	49,9	12,2	90	0,84
Ví dụ 10	PET	H522-50	Xử lý phủ cứng	Mực 9	14,1	1,4	12,7	50,7	14,3	90	0,83
Ví dụ 11	PET	H522-50	Xử lý phủ cứng	Mực 10	13,7	1,0	12,7	50,9	10,5	90	0,86
Ví dụ 12	PET	H522-50	Xử lý phủ cứng	Mực 11	16,8	1,4	15,4	54,2	16,3	90	0,82
Ví dụ so sánh 1	COP	ZF14	Không có	Mực 1	28,1	3,4	24,7	Không thể phủ đều			

Ví dụ so sánh 2	COP	ZF14	Xử lý plasma	Mực 2	5,4	1,9	3,5	75,5	25,8	90	1,23
Ví dụ so sánh 3	COP	ZF14	Xử lý plasma	Mực 3	16,4	0,8	15,6	134,1	45,1	90	1,32
Ví dụ so sánh 4	COP	ZF14	Xử lý plasma	Mực 4	10,7	1,6	9,1	369,9	67,3	89	1,45
Ví dụ so sánh 5	COP	ZF14	Xử lý plasma	Mực 5	5,8	1,0	4,8	41,0	20,8	90	4,46

Từ các kết quả thể hiện trong bảng 2, thấy rằng hiển nhiên là khi PNVA được sử dụng cho nhựa kết dính, và góc tiến (θa) của góc tiếp xúc động giữa màng và mực dây nano kim loại là 25,0° hoặc nhỏ hơn, thì không quan sát thấy hiện tượng kháng cự nào và có thể thực hiện in. Ngoài ra, khi hiệu số (θa-θr) giữa góc tiến (θa) và góc lùi (θr) là 10,0° hoặc lớn hơn, độ đồng đều về điện trở trong mặt phẳng là 20% hoặc nhỏ hơn. Ngoài ra, từ góc độ về các đặc tính quang học thì độ truyền sáng cao và độ mờ thấp.

Mặt khác, khi góc tiến (θa) của góc tiếp xúc động giữa màng và mực dây nano kim loại vượt quá 25,0°, thì mực bị đẩy ra và không thể thực hiện việc phủ (ví dụ so sánh 1). Ngoài ra, khi sử dụng các loại nhựa kết dính khác so với nhựa kết dính được sử dụng trong các ví dụ, ngay cả khi hiệu số (θa-θr) giữa góc tiến (θa) và góc lùi (θr) là 10,0° hoặc lớn hơn, thì độ đồng đều về điện trở trong mặt phẳng vẫn có thể kém hơn (ví dụ so sánh 3). Do đó, về cơ bản là không thể sử dụng thiết bị chẳng hạn như bảng điều khiển chạm.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp sản xuất màng dẫn điện trong suốt bao gồm bước tạo ra lớp dẫn điện trong suốt bằng cách phủ mực dây nano kim loại lên ít nhất một mặt của màng nhựa trong suốt, và làm khô mực đã được phủ, mực dây nano kim loại bao gồm các dây nano kim loại, nhựa kết dính có nhiều hơn 50% mol đơn vị monome dẫn xuất từ N-vinylaxetamit, và dung môi,

trong đó, việc phủ mực dây nano kim loại lên màng nhựa trong suốt được thực hiện bằng phương pháp phủ rãnh hoặc phương pháp phủ lăn, bằng cách sử dụng màng nhựa trong suốt và mực dây nano kim loại trong đó góc tiến (θa) của góc tiếp xúc động của mực dây nano kim loại so với màng nhựa trong suốt thỏa mãn điều kiện $10,0° < \theta a \leq 25,0°$, và hiệu số (θa-θr) giữa góc tiến (θa) và góc lùi (θr) của góc tiếp xúc động là 10,0° hoặc lớn hơn.

2. Phương pháp sản xuất màng dẫn điện trong suốt theo điểm 1, trong đó dây nano kim loại là dây nano bạc.

3. Phương pháp sản xuất màng dẫn điện trong suốt theo điểm 1 hoặc điểm 2, trong đó hàm lượng dây nano kim loại trong mực dây nano kim loại là từ 0,01 đến 1,5% khối lượng.

4. Phương pháp sản xuất màng dẫn điện trong suốt theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó màng nhựa trong suốt là màng làm từ nhựa được chọn từ nhóm gồm polyeste, polycacbonat, nhựa acrylic và polyme xycloolefin.

5. Phương pháp sản xuất màng dẫn điện trong suốt theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó hàm lượng nhựa kết dính trong mực dây nano kim loại là từ 0,1 đến 2,0% khối lượng.

6. Phương pháp sản xuất màng dẫn điện trong suốt theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, trong đó dung môi là dung môi hỗn hợp của rượu và nước, hàm lượng rượu trong dung môi hỗn hợp là 85% khối lượng hoặc lớn hơn và 95% khối lượng hoặc nhỏ hơn, và hàm lượng rượu đơn chức no có 1 đến 3 nguyên tử cacbon được biểu diễn bằng công thức $C_nH_{2n+1}OH$ (n biểu thị số nguyên 1 đến 3) trong rượu là 30% khối lượng hoặc lớn hơn và 85% khối lượng hoặc nhỏ hơn.

7. Phương pháp sản xuất màng dẫn điện trong suốt theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, trong đó phương pháp này còn bao gồm bước tạo lớp phủ ngoài che phủ lớp dẫn điện trong suốt.

8. Phương pháp sản xuất mẫu dẫn điện trong suốt bao gồm bước tạo mẫu lớp dẫn điện trong suốt của màng dẫn điện trong suốt thu được bằng phương pháp sản xuất màng dẫn điện trong suốt theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 7.

9. Phương pháp sản xuất mẫu dẫn điện trong suốt theo điểm 8, trong đó phương pháp này còn bao gồm bước tạo lớp phủ ngoài che phủ mẫu dẫn điện trong suốt.
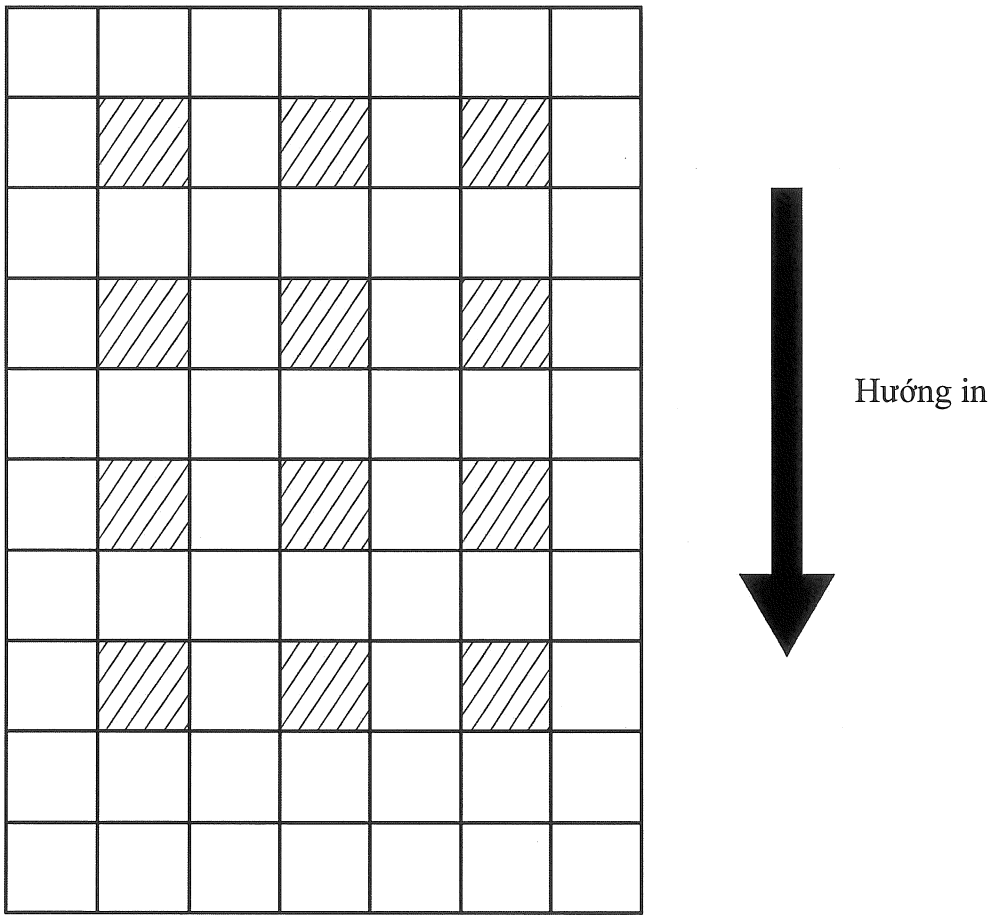
Fig.1