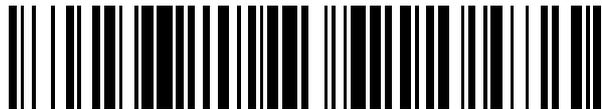


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 699 786**

51 Int. Cl.:

C09D 11/52 (2014.01)

B01F 17/00 (2006.01)

C09D 11/00 (2014.01)

B01F 17/16 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **24.11.2014 PCT/EP2014/075416**

87 Fecha y número de publicación internacional: **04.06.2015 WO15078819**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **24.11.2014 E 14802441 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **03.10.2018 EP 3074472**

54 Título: **Dispersiones de nanopartículas de plata**

30 Prioridad:

27.11.2013 FR 1302744

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

12.02.2019

73 Titular/es:

**GENES'INK SA (100.0%)
39 Avenue Gaston Imbert ZI de Rousset
13790 Rousset, FR**

72 Inventor/es:

**KAUFFMANN, LOUIS DOMINIQUE;
DELPONT, NICOLAS;
EL QACEMI, VIRGINIE y
STAELENS, GREGOIRE**

74 Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

ES 2 699 786 T3

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

DESCRIPCIÓN

Dispersiones de nanopartículas de plata

5 La presente invención tiene por objeto formulaciones de dispersiones de nanopartículas de plata y tintas a base de dichas dispersiones. En particular, la presente invención se refiere a dispersiones estables y de alta concentración de nanopartículas de plata.

10 Más particularmente, la presente invención hace referencia al campo de las tintas a base de nanopartículas conductoras adecuadas para numerosos métodos de impresión. A modo de ejemplos no limitativos, se citarán los siguientes métodos de impresión: chorro de tinta, pulverización, serigrafía, huecogrado, flexografía, técnica del Doctor Blade, recubrimiento por centrifugado y recubrimiento por extrusión.

15 Las tintas a base de nanopartículas conductoras según la presente invención se pueden imprimir en todos los tipos de soportes. A modo de ejemplo, se pueden citar los siguientes soportes: polímeros y derivados de polímeros, materiales compuestos, materiales orgánicos, materiales inorgánicos.

20 Las tintas a base de nanopartículas conductoras según la presente invención presentan numerosas ventajas, entre las que se mencionarán a modo de ejemplos no limitativos:

- una estabilidad en el tiempo superior a las tintas actuales;
- una versatilidad en cuanto a su campo de aplicación;
- una no toxicidad de disolventes y nanopartículas;
- una conservación de las propiedades intrínsecas de las nanopartículas; y, en particular,
- 25 - una conservación de las propiedades electrónicas, y
- una conductividad mejorada para temperaturas de recocido inferiores a 200 °C y más particularmente para temperaturas de recocido inferiores o iguales a 150 °C. Esta conductividad mejorada se demuestra generalmente gracias a la medición de la resistencia al cuadrado del material.

30 La presente invención también se refiere a un método de preparación mejorado de dichas dispersiones y tintas; finalmente, la presente invención también se refiere al uso de dichas tintas en los campos de la electrónica impresa (por ejemplo, los soportes RFID (Identificación por radiofrecuencia)), fotovoltaica, OLED (diodo orgánico de emisión de luz), sensores (por ejemplo, sensores de gas), pantallas táctiles, biosensores y tecnologías sin contacto ("*contactless technologies*").

35 A la vista de la literatura de estos últimos años, los nanocristales coloidales conductores han recibido mucha atención gracias a sus nuevas propiedades optoelectrónicas, fotovoltaicas y catalíticas. Esto los hace particularmente interesantes para futuras aplicaciones en el campo de la nanoelectrónica, celdas solares, sensores y productos biomédicos.

40 El desarrollo de nanopartículas conductoras permite recurrir a nuevas implementaciones y vislumbrar una multitud de nuevas aplicaciones. Las nanopartículas poseen una relación superficie/volumen muy importante y la sustitución de su superficie con tensioactivos provoca el cambio de ciertas propiedades, en particular propiedades ópticas, y la posibilidad de dispersarlas.

45 Sus pequeñas dimensiones pueden conducir en algunos casos a efectos de confinamiento cuántico. Las nanopartículas son compuestos de los cuales al menos una de sus dimensiones es inferior a 100 nm. Pueden presentar diferentes formas: perlas (de 1 a 100 nm), bastones (L < 200 a 300 nm), hilos (unos pocos cientos de nanómetros o incluso unos pocos micrómetros), discos, estrellas, pirámides, tetrápodos, cubos o cristales cuando no tienen una forma predefinida.

50 Se han desarrollado varios procedimientos con el fin de sintetizar nanopartículas conductoras. Entre ellos, se pueden citar de forma no exhaustiva:

- 55 - los procedimientos físicos:
 - la deposición química de vapor (también conocida como "*Chemical Vapor Deposition - CVD*") cuando un sustrato se expone a precursores químicos volatilizados que reaccionan o se descomponen en su superficie. Este procedimiento conduce generalmente a la formación de nanopartículas cuya morfología depende de las condiciones utilizadas;
 - 60 ■ la evaporación térmica;
 - la epitaxia por haces moleculares (también conocida con la denominación "*Molecular Beam Epitaxy*") cuando los átomos que constituirán las nanopartículas son bombardeados a alta velocidad sobre el sustrato (en el que serán fijados), en forma de un flujo gaseoso;
- 65 - los procedimientos químicos o fisicoquímicos:

- la microemulsión,
- el impulso láser en solución, cuando una solución que contiene un precursor se irradia con un rayo láser. Las nanopartículas se forman en la solución a lo largo del haz luminoso;
- la síntesis por irradiación por microondas;
- 5 ■ la síntesis orientada asistida por surfactantes;
- la síntesis bajo ultrasonidos;
- la síntesis electroquímica;
- la síntesis organometálica;
- la síntesis en un medio alcohólico;
- 10 ■ la química sol-gel;
- la síntesis de óxido-reducción.

Las síntesis físicas consumen más materias primas con pérdidas significativas. Generalmente requieren tiempo y temperaturas elevadas que las hacen poco atractivas para la transición a una producción a escala industrial. Esto las hace inadecuadas para ciertos sustratos, por ejemplo, sustratos flexibles. Además, las síntesis se llevan a cabo directamente sobre los sustratos en armazones con dimensiones reducidas. Estos modos de producción resultan ser relativamente rígidos y no permiten producir en sustratos de grandes dimensiones.

Las síntesis químicas, a su vez, poseen numerosas ventajas. La primera es trabajar en solución, las nanopartículas conductoras obtenidas de este modo ya están dispersas en un disolvente, lo que facilita el almacenamiento y el uso. En la mayoría de los casos, las nanopartículas no están fijadas a un sustrato, lo que conlleva mayor libertad en su uso. Estos métodos también permiten un mejor control de las materias primas involucradas y limitan las pérdidas. Un buen ajuste de los parámetros de síntesis conduce a un buen control de la síntesis y la cinética del crecimiento de las nanopartículas conductoras. Esto permite garantizar una buena reproducibilidad entre los lotes así como un buen control de la morfología final de las nanopartículas. La parte delicada es obtener soluciones estables coloidalmente con el tiempo sin agregación de nanopartículas ni precipitación. La personalización de la superficie de las nanopartículas permite combatir este fenómeno de manera efectiva mediante la elección para ello de entidades estabilizadoras tales como ligandos. Estos ligandos previenen riesgos de agregación y sedimentación. Ofrecen una segunda ventaja al afectar también las propiedades de la tinta formulada a base de estas nanopartículas conductoras. Por lo tanto, es posible ajustar la naturaleza de los ligandos según la aplicación prevista. En el contexto de aplicación biomédica, son preferidos los ligandos, tales como los péptidos, que aumentan la biocompatibilidad de las nanopartículas en el medio biológico. En el caso del sector de la electrónica impresa, esto allana el camino para el empleo de sustratos de diferentes tamaños y diferentes naturalezas. Finalmente, estos métodos sintéticos permiten producir en cantidad soluciones estables de nanopartículas en un plazo relativamente corto. Todos estos puntos resaltan las fortalezas y la flexibilidad de las vías de síntesis químicas para considerar una producción a escala industrial de nanopartículas.

La presente invención tiene por objeto compensar una o más desventajas de la técnica anterior al proporcionar una dispersión de nanopartículas de plata estable y elevada concentración, así como una tinta que comprende dicha dispersión.

Según un modo de ejecución de la presente invención, este objetivo se logra gracias a una dispersión cuya composición comprende al menos:

- a. un compuesto "a" que consiste en nanopartículas de plata,
- b. un compuesto "b" que consiste en un disolvente de ciclooctano y/o un disolvente de tipo éster metílico de ácidos grasos y/o un disolvente de terpeno seleccionado entre hidrocarburos y sus derivados aldehídos, cetonas y/o ácidos de terpeno, y/o una mezcla de dos o más de dichos disolventes,
- c. un compuesto "c" que consiste en un agente dispersante, y
- 50 d. un compuesto "d" que consiste en un agente dispersante diferente del compuesto c utilizado.

El solicitante ha descubierto inesperadamente que la combinación específica de los componentes de la dispersión según la presente invención permitió obtener dispersiones de nanopartículas de plata en altas concentraciones y con una estabilidad mejorada.

La presente invención, por lo tanto, también se refiere a una tinta cuya composición comprende al menos

1. una dispersión acorde con la presente invención (con los compuestos "a", "b", "c" y "d"),
2. un compuesto "e" que consiste en un disolvente diferente del compuesto "b" utilizado, y
- 60 3. un compuesto "f" opcional que consiste en un modificador de reología.

El documento US2010143591 describe una composición de tinta que comprende nanopartículas de plata, un disolvente hidrocarbonado y un co-disolvente de alcohol. La composición de tinta es adecuada para la impresión de líneas conductoras uniformes, lisas y estrechas en varias superficies de sustrato. El documento WO2012171934 se refiere a una composición imprimible conductora de corriente eléctrica que comprende partículas de plata, un agente dispersante, un disolvente, un primer agente tensioactivo y un segundo agente tensioactivo a base de flúor. Las

composiciones descritas en el documento WO2012171934 comprenden agua con un contenido superior a 30 % en peso. Los disolventes descritos se seleccionan entre 1,2-propanodiol, 2-pirrolidona, etilenglicol y 2-metil-1,3 propanodiol.

- 5 La viscosidad de la tinta según la presente invención está preferentemente comprendida entre 1 y 10.000 mPa.s, más preferentemente comprendida entre 1 y 1.000 mPa.s, por ejemplo, comprendida entre 2 y 20 mPa.s.

El solicitante ha descubierto que la combinación de la dispersión según la presente invención con los compuestos "e" y "f" opcional permitiría la obtención de una tinta con propiedades mejoradas, en particular una mejor estabilidad.

- 10 Esto hace que esta tinta sea particularmente atractiva para usos en los campos de la electrónica impresa (por ejemplo, los soportes RFID (Identificación por radiofrecuencia)), fotovoltaica, OLED (diodo orgánico de emisión de luz), sensores (por ejemplo, sensores de gas), pantallas táctiles, biosensores y tecnologías sin contacto ("*contactless technologies*").

- 15 El compuesto "a" según la presente invención, consiste por lo tanto en nanopartículas de plata.

- Según una variante de realización de la presente invención, los objetivos de la presente invención se logran particularmente bien cuando el compuesto "a" está constituido por nanopartículas de plata cuyas dimensiones están comprendidas entre 1 y 50 nm, preferentemente entre 2 y 20 nm. El tamaño de las nanopartículas se define como el diámetro medio de las partículas que contienen plata, excluyendo los estabilizadores, según lo determinado, por ejemplo, por microscopía electrónica de transmisión.

- 25 Según una variante de realización de la presente invención, las nanopartículas de plata tienen una forma esférica y/o esférica. Para la presente invención y las reivindicaciones que siguen, el término "de forma esférica" significa que la forma se parece a la de una esfera, pero no es perfectamente redonda ("casi esférica"), por ejemplo, una forma elipsoidal. La forma de las nanopartículas se identifica generalmente por medio de fotografías tomadas por microscopio. Por lo tanto, según esta variante de realización de la presente invención, las nanopartículas tienen diámetros comprendidos entre 1 y 50 nm, preferentemente entre 2 y 20 nm.

- 30 Según un modo de ejecución particular de la presente invención, las nanopartículas de plata han sido sintetizadas previamente por síntesis química. Cualquier síntesis química puede utilizarse preferentemente en el contexto de la presente invención. En un modo de ejecución preferido según la presente invención, las nanopartículas de plata se obtienen mediante una síntesis química que utiliza como precursor de plata una sal de plata orgánica o inorgánica. A modo de ejemplo no limitativo, se pueden mencionar acetato de plata, nitrato de plata, carbonato de plata, fosfato de plata, trifluorato de plata, cloruro de plata, perclorato de sodio, solos o en combinación. Según una variante preferida de la presente invención, el precursor es acetato de plata.

- 40 Según un modo de ejecución preferido de la presente invención, las nanopartículas de plata se sintetizan así por síntesis química, por reducción del precursor de plata por medio de un agente reductor en presencia del agente dispersante denominado el compuesto "c" de la presente invención; esta reducción se puede llevar a cabo en ausencia o en presencia de un disolvente (en lo sucesivo, también denominado "disolvente de síntesis"). Cuando la síntesis se lleva a cabo en ausencia de disolvente, el agente dispersante actúa generalmente como agente dispersante y como disolvente del precursor de plata; un ejemplo particular de síntesis de nanopartículas en un medio sin disolventes y de preparación de la dispersión según la presente invención se describe a modo ilustrativo a continuación.

- 50 Preparación de la dispersión de las nanopartículas en el disolvente "b": en un reactor que contiene acetato de plata, el agente dispersante de síntesis (compuesto "c", por ejemplo, dodecilamina) se añade en exceso y la mezcla se agita menos de 30 minutos a 65 °C. El agente reductor hidrazina se añade rápidamente a la mezcla y el conjunto se deja en agitación durante aproximadamente 60 minutos. La mezcla se trata por la adición de metanol (o de cualquier otro disolvente adecuado, por ejemplo, otro alcohol monohídrico con 2 a 3 átomos de carbono, por ejemplo, etanol) y el sobrenadante se elimina durante varios lavados sucesivos (las nanopartículas de plata así formadas permanecen en estado de dispersión y en contacto con el líquido). El disolvente de ciclooctano (compuesto "b") se añade y se evapora el metanol residual. Acto seguido se añade el compuesto "d" (un agente dispersante diferente del compuesto "b" utilizado, por ejemplo, una octilamina) y la mezcla se agita durante 15 minutos a temperatura ambiente. Las dispersiones de nanopartículas de plata así obtenidas se utilizan directamente para la formulación de tintas conductoras.

- 60 En general, cuando la síntesis se lleva a cabo en presencia de un disolvente, el precursor de plata se disuelve en dicho disolvente de síntesis; preferentemente, este disolvente de síntesis es diferente del compuesto "b" (en lo sucesivo, también denominado "disolvente de dispersión"). El disolvente de síntesis es preferentemente un disolvente orgánico seleccionado entre la siguiente lista de hidrocarburos:

- 65 - alcanos que tienen de 5 a 20 átomos de carbono, los cuales se citarán a título ilustrativo, pentano (C₅H₁₂), hexano (C₆H₁₄), heptano (C₇H₁₆), octano (C₈H₁₈), nonano (C₉H₂₀), decano (C₁₀H₂₂), undecano (C₁₁H₂₄),

dodecano (C₁₂H₂₆), tridecano (C₁₃H₂₈), tetradecano (C₁₄H₃₀), pentadecano (C₁₅H₃₂), cetano (C₁₆H₃₄), heptadecano (C₁₇H₃₆), octadecano (C₁₈H₃₈), nonadecano (C₁₉H₄₀), eicosano (C₂₀H₄₂), ciclopentano (C₅H₁₀), ciclohexano (C₆H₁₂), metilciclohexano (C₇H₁₄); cicloheptano (C₇H₁₄), ciclooctano (C₈H₁₆) (preferentemente cuando no se utiliza como compuesto "b"), ciclononano (C₉H₁₈), ciclodecano (C₁₀H₂₀);

- 5 - los hidrocarburos aromáticos que tienen de 7 a 18 átomos de carbono, se citarán a título ilustrativo, tolueno, xileno, etilbenceno o etiltolueno; y
- sus mezclas.

10 Según un modo de ejecución esencial de la presente invención, al menos un agente dispersante (el compuesto "c") también está presente además del precursor de plata (y del disolvente de síntesis cuando se utiliza este último).

Este agente dispersante, al que se le llamará agente dispersante de síntesis correspondiente al compuesto "c" mencionado anteriormente, se selecciona preferentemente entre la lista de agentes dispersantes que se describe a continuación en la presente descripción.

15 Según un modo de ejecución preferido de la presente invención, las nanopartículas de plata se sintetizan así por síntesis química, por reducción del precursor de plata por medio de un agente reductor en presencia del agente dispersante de síntesis (el compuesto "c"), todo esto llevándose a cabo preferentemente en el disolvente de síntesis. Esta síntesis se lleva a cabo preferentemente en condiciones de presión y temperatura no vinculantes como se define más adelante en la presente descripción.

20 El agente reductor podrá seleccionarse entre una amplia gama de compuestos que permiten la reducción del precursor de plata. Se citarán a título ilustrativo los siguientes compuestos: hidrógeno; hidruros, entre los que se mencionarán a modo de ejemplo NaBH₄, LiBH₄, KBH₄ y borohidruro de tetrabutilamonio; hidrazinas, entre las cuales se mencionarán a modo de ejemplo hidracina (H₂N-NH₂), hidracina sustituida (metilhidrazina, fenilhidrazina, dimetilhidracina, difenilhidracina, etc.), sal de hidracina (sustituida), etc.; aminas, entre las cuales se citarán a modo de ejemplo trimetilamina, trietilamina, etc.; y sus mezclas.

25 En general, después de la etapa de reducción, las nanopartículas se someten a una etapa de lavado/purificación que permite eliminar todo lo que no esté relacionado química o físicamente con las nanopartículas.

30 Según un modo de ejecución particular de la presente invención, una fase líquida está siempre presente tanto durante la etapa de reducción del precursor de plata como durante todas las etapas (por ejemplo, las etapas de lavado y purificación mencionadas anteriormente) que preceden a la adición del compuesto "b". En otras palabras, una característica preferida de la presente invención consiste en que las nanopartículas de plata nunca se aíslan y se secan; por lo tanto, preferentemente permanecen en contacto con una fase líquida (por ejemplo, un disolvente) en la que se dispersan. Como se demuestra más adelante en la descripción, esta característica permite mejorar considerablemente ciertas propiedades (monodispersión, homogeneidad, estabilidad y recocido a una temperatura más baja) de las nanopartículas de plata. Este enfoque permite suprimir la etapa de aislamiento de las nanopartículas, lo que tiene un impacto positivo en términos de costos de producción, de higiene y seguridad de las personas.

35 El compuesto "b" según la presente invención consiste, por lo tanto, en un disolvente de ciclooctano y/o un disolvente de tipo éster metílico de ácidos grasos y/o un disolvente de terpeno seleccionado entre hidrocarburos y sus derivados aldehídos, cetonas y/o ácidos de terpeno, y/o una mezcla de dos o más de dichos disolventes.

40 El disolvente de éster metílico de ácidos grasos es preferentemente una cadena hidrocarbonada corta; por ejemplo, una cadena que comprende entre 4 y 8 átomos de carbono. Se citarán a modo de ejemplos butanoato de metilo, hexanoato de metilo y/o octanoato de metilo.

45 El disolvente de terpeno es preferentemente de tipo monoterpeno. Se citarán a modo de ejemplos hidrocarburos así como sus derivados (aldehídos, cetonas y ácidos) terpénicos, preferentemente hidrocarburos terpénicos. Se citarán a modo de ejemplos limoneno, mentona, alcanfor, mirceno, alfa-pineno y/o beta-pineno.

50 Los compuestos "c" (agente dispersante de síntesis) y "d" (agente dispersante) según la presente invención, consisten, por lo tanto, en agentes dispersantes caracterizados por que el agente dispersante "d" es diferente del agente "c" utilizado. Esta diferencia es mostrada por una química diferente; se citará a título ilustrativo una longitud de cadena carbonada diferente (por ejemplo, una diferencia de al menos dos átomos de carbono en la cadena), y/o un compuesto de cadena carbonada lineal y el otro no, y/o un compuesto de cadena carbonada cíclica y el otro no y/o un compuesto de cadena carbonada aromática y el otro no. Según un modo de ejecución preferido de la presente invención, el compuesto "c" posee una masa molecular y/o una longitud de cadena carbonada al menos 20 % superior a la del compuesto "d", por ejemplo, al menos 40 % superior.

55 Estos agentes dispersantes pueden seleccionarse ventajosamente entre las familias de agentes dispersantes orgánicos que comprenden al menos un átomo de carbono. Estos agentes dispersantes orgánicos también pueden comprender uno o más heteroátomos no metálicos, tales como un compuesto halogenado, nitrógeno, oxígeno,

azufre, silicio.

Se pueden a título ilustrativo tioles y sus derivados, aminas y sus derivados (por ejemplo, los aminoalcoholes y los éteres de amino alcoholes), ácidos carboxílicos y sus derivados carboxilatos, polietilenglicoles y/o sus mezclas.

5 En una variante de realización preferida de la presente invención, los agentes dispersantes orgánicos "c" y "d" se seleccionarán en el grupo constituido por aminas tales como, por ejemplo, propilamina, butilamina, pentilamina, hexilamina, heptilamina, octilamina, nonilamina, decilamina, undecilamina, dodecilamina, tridecilamina, tetradecilamina, hexadecilamina, diaminopentano, diaminohexano, diaminoheptano, diaminoetano, diaminononano, 10 diaminododecano, dipropilamina, dibutilamina, dipentilamina, dihexilamina, diheptilamina, dioctilamina, dinonilamina, didecilamina, metilpropilamina, etilpropilamina, propilbutilamina, etilbutilamina, etilpentilamina, propilpentilamina, butilpentilamina, tributilamina, trihexilamina, o sus mezclas.

15 Según un modo de ejecución preferido de la presente invención, los compuestos "b" y "d" se añaden a las nanopartículas de plata ya sintetizadas en presencia del compuesto "c".

Esta adición tiene lugar generalmente después de las etapas de lavado/purificación de las nanopartículas como se describe en la presente descripción.

20 Un ejemplo particular de síntesis de nanopartículas y de preparación de la dispersión según la presente invención se describe a continuación a modo de ilustración:

Preparación de la dispersión de las nanopartículas en el disolvente "b".

25 En un reactor que contiene acetato de plata en tolueno, el agente dispersante de síntesis (compuesto "c", por ejemplo, dodecilamina) se añade y la mezcla se agita durante menos de 30 minutos a 65 °C. El agente reductor hidrazina se añade rápidamente a la mezcla y el conjunto se deja en agitación durante aproximadamente 60 minutos. La mezcla se trata por la adición de metanol (o cualquier otro disolvente adecuado, por ejemplo, otro alcohol monohídrico con 2 a 3 átomos de carbono, por ejemplo, etanol) y el sobrenadante se elimina durante tres lavados sucesivos (las nanopartículas de plata así formadas permanecen en estado de dispersión y en contacto con el líquido, en este caso en contacto con metanol). Se añade el disolvente de ciclooctano (compuesto "b") y se 30 evapora el metanol residual. Acto seguido se añade el compuesto "d" (un agente dispersante diferente del compuesto "b" utilizado, por ejemplo, una octilamina) y la mezcla se agita durante 15 minutos a temperatura ambiente. Las dispersiones de nanopartículas de plata así obtenidas se utilizan directamente para la formulación de tintas conductoras.

35 Según una variante preferida de realización de la presente invención, las nanopartículas que se utilizan se caracterizan por valores de D50 (que pueden medirse, por ejemplo, por medio del método descrito a continuación) que están preferentemente comprendidos entre 2 y 12 nm.

40 Para las nanopartículas sintetizadas en presencia de disolvente, el intervalo preferido de D50 estará entre 2 y 8 nm; para las nanopartículas sintetizadas en ausencia de disolvente, el intervalo preferido de D50 estará entre 5 y 12 nm.

45 La dispersión así obtenida podrá utilizarse directamente o bien diluida para obtener las propiedades deseadas antes de incorporarse, por ejemplo, en una tinta. Sin embargo, y esto representa una ventaja considerable de las dispersiones según la presente invención, dichas dispersiones se caracterizan por una estabilidad superior (antes de la dilución) como se demuestra en los ejemplos.

Según un modo de ejecución de la presente invención, la dispersión de nanopartículas de plata comprende

- 50
- un compuesto "a" en un contenido superior a 30 % en peso, preferentemente superior a 35 % en peso, por ejemplo, superior a 40 % en peso,
 - un compuesto "b" en un contenido comprendido entre 20 y 65 % en peso, preferentemente entre 40 y 60 % en peso,
 - un compuesto "c" en un contenido comprendido entre 3 y 15 % en peso, preferentemente entre 3 y 10 % en peso, y
 - 55 • un compuesto "d" en un contenido comprendido entre 0,1 y 15 % en peso, preferentemente entre 0,4 y 5 % en peso.

60 Según un modo de ejecución de la presente invención, la dispersión de las nanopartículas de plata también puede integrar en su composición compuestos adicionales entre los cuales se mencionarán a modo de ejemplo disolventes (por ejemplo, éteres, alcoholes, ésteres) y/o aditivos (por ejemplo, polímeros) cuyo objetivo puede ser, por ejemplo, la mejora de la dispersión de las nanopartículas. Sin embargo, los compuestos "a", "b", "c" y "d" (en los intervalos de las proporciones indicadas anteriormente) constituyeron preferentemente al menos 55 % en peso de la dispersión final, preferentemente al menos 75 % en peso, por ejemplo, al menos 90 % en peso, al menos 95 % en peso, al menos 99 % en peso, o incluso 100 % en peso de la dispersión final.

65 Según un modo de ejecución de la presente invención, la dispersión de nanopartículas de plata no integra agua en

su composición. Sin embargo, dado que los componentes de la dispersión pueden tolerar trazas de agua en función de su grado de pureza, no hace falta decir que la suma de estas trazas de agua correspondientes serán aceptables en las dispersiones de nanopartículas de plata según la presente invención. Por lo tanto, el contenido de agua en la dispersión final depende en general esencialmente del contenido de agua de los disolventes utilizados para su preparación; el alcohol monohídrico (el metanol de lavado de la dispersión en nuestro ejemplo de realización anterior) tendrá en este citrato el impacto más importante, en comparación con los otros disolventes utilizados durante la preparación de la dispersión, en el contenido final de agua de la dispersión. Según un modo de ejecución particular de la presente invención, las dispersiones de nanopartículas de plata comprenden concentraciones de agua inferiores a 2 % en peso, preferentemente inferiores a 1 % en peso, por ejemplo, inferiores a 0,5 % en peso o incluso inferiores a 0,2 % en peso.

Según un modo de ejecución preferido de la presente invención, con la excepción de trazas de agua posiblemente presentes en los compuestos de formulación/preparación de la dispersión, el agua no se añade durante la formulación de las dispersiones de nanopartículas de plata.

El compuesto "e" presente en la tinta según la presente invención consiste, por lo tanto, en un disolvente diferente del compuesto "b" utilizado (ciclooctano y/o éster metílico de ácidos grasos y/o disolvente de terpeno).

Este compuesto disolvente "e" se caracteriza preferentemente por una polaridad más elevada que el disolvente de dispersión utilizado y/o un punto de ebullición inferior a 260 °C. Pertenece preferentemente a la categoría de alcoholes y/o derivados de alcoholes (por ejemplo, éteres de glicol). Se citarán a modo de ejemplo, alcoholes monohídricos (por ejemplo, isopropanol, butanol, pentanol, hexanol, etc.) y/o glicoles (por ejemplo, etilenglicol, propilenglicol, dietilenglicol, etc.), y/ o éteres de glicol (por ejemplo, mono o di-éter de glicol, entre los cuales se mencionarán a modo de ejemplo etilenglicol propil éter, etilenglicol butil éter, etilenglicol fenil éter, dietilenglicol metil éter, etilenglicol etil éter, dietilenglicol propil éter, dietilenglicol butil éter, propilenglicol metil éter, propilenglicol butil éter, propilenglicol propil éter, etilenglicol di-metil éter, etilenglicol dietiléter, etilenglicol di-butil éter, glimas, éter dietílico de dietilenglicol, éter dietílico de di-butilenglicol, diglimas, etil diglima, butil diglima) y/o acetatos de éter de glicol (por ejemplo, acetato de 2-butoxietilo, dietilenglicol monoetil éter acetato, dietilenglicol butiléter acetato, propilenglicol metil éter acetato, y/o una mezcla de dos o más de dichos disolventes mencionados anteriormente.

El compuesto "f" opcional según la presente invención, consiste, por lo tanto, en un modificador de reología. Se mencionarán a modo de ejemplo, alquilcelulosa, preferentemente etilcelulosa, nitrocelulosas, resinas alquídicas y acrílicas y ureas modificadas, preferentemente poliureas, y/o sus mezclas.

Según un modo de ejecución particular de la presente invención, las composiciones de tinta también pueden comprender un disolvente adicional, que se llamará disolvente "X" y que podrá seleccionarse ventajosamente entre uno o más de los disolventes de síntesis de nanopartículas y/o de disolventes "b" de dispersión mencionados anteriormente y/o una mezcla de dos o más de dichos solventes. El uso de este(os) disolvente(s) adicional(es) es particularmente ventajoso para la aplicación del compuesto "f" cuando este último se utiliza en la composición de la tinta según la presente invención. Según un modo de ejecución particular según la presente invención, el disolvente "X" es idéntico al disolvente "b" utilizado.

Un ejemplo particular de preparación de la tinta según la presente invención se describe a continuación a modo ilustrativo: en un reactor que contiene una mezcla de disolvente "e" y "X" (butanol y ciclooctano), se añade con agitación y a temperatura ambiente un agente modificador de reología de tipo poliureado (compuesto "f"). La solución de nanopartículas de plata en dispersión (mezcla de los compuestos "a", "b", "c" y "d") se añade y se agita el conjunto durante 15 minutos a temperatura ambiente.

Según un modo de ejecución particular de la presente invención, las tintas formuladas según la presente invención contienen un contenido inferior a 60 % en peso de nanopartículas (compuesto "a"), preferentemente entre 5 y 45 %, y más particularmente entre 10 y 40 % en peso.

Según un modo de ejecución de la presente invención, la tinta de plata comprende

- 55 • una dispersión acorde con la presente invención (con los compuestos "a", "b", "c" y "d"), en un contenido inferior o igual a 60 % en peso, y preferentemente superior a 5 % en peso, preferentemente superior a 10 % en peso, por ejemplo, superior a 20 % en peso e incluso superior a 40 % en peso,
- un compuesto "e" en un contenido comprendido entre 1 y 40 % en peso, preferentemente entre 15 y 30 % en peso,
- 60 • un compuesto "f" opcional en un contenido inferior a 20 % en peso, preferentemente entre 0,1 y 2 % en peso, y
- un compuesto "X" opcional en un contenido inferior a 60 % en peso, preferentemente inferior a 40 % en peso, y preferentemente superior a 5 % en peso, por ejemplo, superior a 15 % en peso.

Según un modo de ejecución de la presente invención, la tinta también puede integrar en su composición otros compuestos entre los cuales se mencionarán a modo de ejemplo aditivos (por ejemplo, un aditivo de la familia de los silanos) cuyos objetivo puede ser, por ejemplo, mejorar la resistencia a diferentes tipos de estrés mecánico, por

ejemplo la adherencia a numerosos sustratos; se podrá citar a título de ilustración los siguientes sustratos: poliimida, policarbonato, politéterftalato (PET), polietilen naftalato (PEN), poliarilhercetona, poliéster, poliéster termoestabilizado, vidrio, vidrio ITO, vidrio AZO, vidrio SiN.

5 Sin embargo, los compuestos "a", "b", "c", "d", "e", "f" y "X" (en los intervalos de proporciones indicadas anteriormente) constituyeron preferentemente al menos 50 % en peso de la tinta final, preferentemente al menos 75 % en peso, por ejemplo, al menos 90 % en peso, al menos 95 % en peso, al menos 99 % en peso, o incluso 100 % en peso de la tinta final.

10 Según un modo de ejecución de la presente invención, la tinta no integra agua en su composición. Sin embargo, dado que los componentes de tinta pueden tolerar trazas de agua dependiendo de su grado de pureza, es obvio que la suma de estas trazas de agua correspondientes serán aceptables en las tintas según la presente invención. Por lo tanto, el contenido de agua en la tinta final depende en general esencialmente del contenido de agua de los disolventes utilizados para su preparación; el alcohol monohídrico (el metanol de lavado de la dispersión en nuestro ejemplo de realización anterior) tendrá en este citrato el impacto más importante, en comparación con los otros disolventes utilizados durante la preparación de la tinta, en el contenido final de agua de la tinta. Según un modo de ejecución particular de la presente invención, las tintas comprenden concentraciones de agua inferiores a 2 % en peso, preferentemente inferiores a 1 % en peso, por ejemplo, inferiores a 0,5 % en peso, o incluso inferiores a 0,2 % en peso.

20 Según un modo de ejecución preferido de la presente invención, con la excepción de trazas de agua posiblemente presentes en los compuestos de formulación/preparación de la tinta, no se añade agua durante la formulación de las tintas.

25 Según una variante de realización de la presente invención, la preparación de la dispersión de nanopartículas según la presente invención se caracteriza por las siguientes etapas:

- a. síntesis de las nanopartículas de plata en presencia del agente dispersante (compuesto "c") por reducción por medio de un agente reductor de un precursor de plata;
- 30 b. lavado/purificación de las nanopartículas obtenidas en la etapa "a",
- c. adiciones del compuesto "b" y compuesto "d".

35 Según una variante de realización preferida de la presente invención, una fase líquida está siempre presente durante todas estas etapas de preparación. En otras palabras, una característica preferida de la presente invención consiste en que las nanopartículas de plata nunca se aíslan y se secan; por lo tanto, permanecen preferentemente en contacto con una fase líquida (por ejemplo, un disolvente) en la que se dispersan.

40 Según una variante de realización preferido de la presente invención, durante la etapa "a", la adición del agente reductor se lleva a cabo en cualquier recipiente adecuado (por ejemplo, un reactor) con la característica de que se lleva a cabo subnivel, por ejemplo, utilizando un émbolo introducido directamente en el medio de reacción.

45 Una ventaja adicional de la dispersión según la presente invención reside en el hecho de que su preparación puede llevarse a cabo en condiciones de presión y/o temperatura no limitantes, por ejemplo, en condiciones de presión y/o temperatura cercanas a las condiciones normales o ambientales. Es preferible permanecer dentro del 40 % de las condiciones de normales o ambientales de presión y, en lo que respecta a la temperatura, esta última es generalmente inferior a 80 °C, preferentemente inferior a 70 °C. Por ejemplo, el solicitante ha constatado que es preferible mantener las condiciones de presión durante la preparación de la dispersión a valores que oscilan a lo sumo en un 30 %, preferentemente en un 15 % alrededor de los valores de las condiciones de presión normales o ambientales, preferentemente cerca de la presión atmosférica. Por lo tanto, un control de estas condiciones de presión y/o temperatura puede incluirse ventajosamente en el dispositivo de preparación de la dispersión para cumplir estas condiciones.

Esta ventaja relacionada con una preparación de la dispersión en condiciones no vinculantes también se traduce claramente por un uso facilitado de dichas dispersiones.

55 Según una variante de realización de la presente invención, la preparación de la tinta a base de nanopartículas según la presente invención se caracteriza por las siguientes etapas consecutivas:

- a. introducción del compuesto "e" en un recipiente, y
- 60 b. adición de la dispersión según la presente invención en dicho recipiente.

La tinta así obtenida se puede utilizar directamente o diluir para obtener las propiedades deseadas.

65 Según un modo de ejecución particular de la presente invención, cuando se utiliza un agente modificador de la reología (compuesto "f") en la composición de la tinta, dichas formulaciones de tinta comprenden preferentemente un disolvente adicional (disolvente "X"). En este modo de ejecución particular, la preparación de la tinta a base de

nanopartículas según la presente invención se caracteriza por las siguientes etapas consecutivas:

- a. aplicación del compuesto "f" en una mezcla de los compuestos "e" y "X", y
- b. adición de la dispersión según la presente invención.

5 Una ventaja adicional de la tinta según la presente invención reside en el hecho de que su preparación puede llevarse a cabo en condiciones de presión y/o temperatura no limitantes, por ejemplo en condiciones de presión y/o temperatura cercanas o idénticas a las condiciones normales o ambientales. Es preferible permanecer dentro del 40 % de las condiciones normales o ambientales de presión y/o temperatura. Por ejemplo, el solicitante ha
10 constatado que es preferible mantener las condiciones de presión y/o temperatura durante la preparación de la tinta en valores que oscilan a lo sumo 30 %, preferentemente 15 % en torno a los valores de las condiciones normales o ambientes. Por lo tanto, un control de estas condiciones de presión y/o temperatura puede incluirse ventajosamente en el dispositivo de preparación de tinta para cumplir estas condiciones. Esta ventaja relacionada con una preparación de tinta en condiciones no vinculantes también se traduce claramente por un uso facilitado de dichas tintas.

Según un modo de ejecución de la presente invención, la tinta se puede utilizar ventajosamente en cualquier método de impresión, en particular chorro de tinta, pulverización, serigrafía, huecograbado, flexografía, técnica del Doctor Blade, recubrimiento por centrifugado y recubrimiento por extrusión.

Por lo tanto, es obvio para los expertos en la materia que la presente invención permite modos de realización en muchas otras formas específicas sin apartarse del dominio de aplicación de la invención como se reivindica. Por consecuencia, los presentes modos de realización deben considerarse a modo de ilustración, pero pueden modificarse en el campo definido por el alcance de las reivindicaciones adjuntas.

La presente invención y sus ventajas se ilustrarán ahora por medio de las formulaciones enumeradas en la tabla a continuación. La síntesis de las dispersiones (en presencia de disolvente de síntesis - tolueno) y las formulaciones de tinta se prepararon según los modos de ejecución preferidos descritos anteriormente en la descripción. Los compuestos químicos utilizados se indican en la segunda columna de la tabla.

La resistencia al cuadrado de la tinta como se menciona en la presente invención puede medirse por cualquier método adecuado. A modo de ejemplo correspondiente a las medidas que figuran en la tabla, puede medirse ventajosamente según el siguiente método:

Una tinta depositada mediante recubrimiento por centrifugación sobre un sustrato (600 rpm/3 min, por ejemplo, vidrio) se somete a un recocido utilizando una placa caliente o un horno. Se realiza un análisis de la resistencia al cuadrado en las siguientes condiciones:

Referencia del aparato: Soporte de resistividad S302
Referencia del cabezal de 4 puntos: SP4-40045TFY
Referencia de la fuente eléctrica: Agilent U8001A
Referencia multímetro: Agilent U3400
Temperatura de medición: temperatura ambiente
Coeficiente de conversión tensión/resistencia: 4,5324

- Ejemplo 1 (formulación 1 de la tabla a continuación): 50 mohms/m² para un espesor de 1,3 μm en poliimida o poliéster -150 °C/30 min.

Según una variante de realización de la presente invención, el solicitante ha descubierto que los valores de resistencia al cuadrado (medidos como se ha descrito anteriormente) de las tintas obtenidas según la presente invención fueron preferentemente inferiores a 100 mohms/m² para espesores superiores o iguales a 1 μm (temperatura de recocido 150 °C). Esta propiedad particular de resistencia al cuadrado confiere a las tintas de la presente invención una conductividad mejorada para temperaturas de recocido inferiores a 200 °C y más particularmente para temperaturas de recocido inferiores o iguales a 150 °C (como se demuestra en el ejemplo y la medición).

El contenido de nanopartículas de plata como se menciona en la presente invención puede medirse en cualquier medida apropiada. A modo de ejemplo correspondiente a las medidas que figuran en la tabla, puede medirse ventajosamente según el siguiente método:

Análisis termogravimétrico
Aparato: TGA Q50 de TA Instrument
Crisol: alúmina
Método: rampa
Intervalo de medición: de temperatura ambiente a 600 °C
Subida de temperatura: 10 °C/min.

La distribución de tamaño de las nanopartículas de plata (en la dispersión D50) como se menciona en la presente invención se puede medir por cualquier método adecuado. A modo de ejemplo, puede medirse ventajosamente según el siguiente método: uso de un aparato del tipo Nanosizer S de Malvern con las siguientes características:
Método de medición DLS (dispersión dinámica de la luz):

- 5 - Tipo de depósito: vidrio óptico
- Material: Ag
- Índice de refracción de las nanopartículas: 0,54
- Absorción: 0,001
- 10 - Dispersante: ciclooctano
- Temperatura: 20 °C
- Viscosidad: 2,133
- Índice de refracción del dispersante: 1,458
- Opciones generales: parámetros Mark-Houwink
- 15 - Modelo de análisis: fin general
- Equilibrio: 120 s
- Número de medición: 4

20 Las figuras 1 y 2 son representativas de un ejemplo general del espectro DLS (dispersión dinámica de la luz) obtenido durante la síntesis de las nanopartículas según la presente invención, respectivamente, con disolvente de síntesis (figura 1) y sin disolvente de síntesis (Figura 2). Se puede ver los espectros granulométricos en número de tamaño (en nm) de las nanopartículas de plata.

- 25 Figura 1 - D50: 5,6 nm
- Figura 2 - D50: 8,0 nm

D₅₀ es el diámetro para el cual el 50 % de las nanopartículas de plata en número son más pequeñas. Este valor se considera representativo del tamaño medio de los granos.

30 La viscosidad de la tinta como se menciona en la presente invención puede medirse por cualquier método adecuado. A modo de ejemplo, puede medirse ventajosamente según el siguiente método:

- Aparato: Reómetro AR-G2 de TA Instrument
- Tiempo de acondicionamiento: 1 minuto para las formulaciones 1, 2 y 3 y 30 minutos para la formulación 4
- 35 Tipo de ensayo: rampa continua
- Rampa: velocidad de cizallamiento (1/s)
- De: 0,001 a 40 (1/s)
- Duración: 5 minutos
- Modo: lineal
- 40 Medida: cada 10 segundos
- Temperatura: 20 °C
- Método de procesamiento de la curva: newtoniano
- Zona expresada: toda la curva

	Componente	Nombre producido	Dispersión	F1	F2	F3	F4
Dispersión	"a"	Ag	45,05	20,00	20,00	20,00	20,00
	"b"	ciclooctano	49,84	22,13	22,13	22,13	22,13
	"c"	dodecilamina	4,50	2,00	2,00	2,00	2,00
	"d"	octilamina	0,61	0,27	0,27	0,27	0,27
	"e"	1-butanol	/	20,00	20,00	20,00	20,00
	"e' "	ciclooctano		35,40	30,40	35,60	34,60
	"e' "	dietilenglicol dibutil éter		0,00	5,00	0,00	0,00
	"f"	poliurea - BYK410D		0,20	0,20	0,00	1,00
		% total	100	100,00	100,00	100,00	100,00
		R al cuadrado (mΩ/2)	50	50	180	190	60
		espesor (µm)	0,4	1,3	0,3	0,3	1,1
		Viscosidad (cP)	4	10	10	4	220

Tabla

REIVINDICACIONES

1. Dispersión de nanopartículas de plata cuya composición comprende al menos:

- 5 a. un compuesto "a" que consiste en nanopartículas de plata,
 b. un compuesto "b" que consiste en un disolvente de ciclooctano y/o un disolvente de tipo éster metílico de ácidos grasos y/o un disolvente de terpeno seleccionado entre hidrocarburos y sus derivados aldehídos, cetonas y/o ácidos de terpeno, y/o una mezcla de dos o más de dichos disolventes,
 10 c. un compuesto "c" que consiste en un agente dispersante, y
 d. un compuesto "d" que consiste en un agente dispersante diferente del compuesto "c" utilizado.

2. Dispersión según la reivindicación precedente, caracterizada por que los agentes dispersantes orgánicos "c" y "d" son aminas, preferentemente aminas seleccionadas entre el grupo constituido por propilamina, butilamina, pentilamina, hexilamina, heptilamina, octilamina, nonilamina, decilamina, undecilamina, dodecilamina, tridecilamina, 15 tetradecilamina, hexadecilamina, diaminopentano, diaminohexano, diaminoheptano, diaminoetano, diaminononano, diaminododecano, dipropilamina, dibutilamina, dipentilamina, dihexilamina, diheptilamina, dioctilamina, dinonilamina, didecilamina, metilpropilamina, etilpropilamina, propilbutilamina, etilbutilamina, etilpentilamina, propilpentilamina, butilpentilamina, tributilamina, trihexilamina, o una mezcla de dos o más de estos compuestos.

20 3. Dispersión según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizada por que comprende:

- el compuesto "a" en un contenido superior a 30 % en peso, preferentemente superior a 35 % en peso, por ejemplo, superior a 40 % en peso,
- el compuesto "b" en un contenido comprendido entre 20 y 65 % en peso, preferentemente entre 40 y 60 % en peso,
- el compuesto "c" en un contenido comprendido entre 3 y 15 % en peso, preferentemente entre 3 y 10 % en peso, y
- el compuesto "d" en un contenido comprendido entre 0,1 y 15 % en peso, preferentemente entre 0,4 y 5 % en peso.

30 4. Dispersión según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizada por que las nanopartículas de plata se sintetizan químicamente por reducción de un precursor de plata en presencia de un disolvente de síntesis y por que el disolvente de síntesis utilizado es diferente del compuesto "b" utilizado.

35 5. Dispersión según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizada por que los compuestos "a", "b", "c" y "d" constituyen al menos 55 % en peso de la dispersión final, preferentemente al menos 75 % en peso, por ejemplo, al menos 90 % en peso, al menos 95 % en peso, al menos 99 % en peso, o incluso 100 % en peso de la dispersión final.

40 6. Dispersión según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizada por que comprende un contenido de agua inferior a 2 % en peso, preferentemente inferior a 1 % en peso, por ejemplo, inferior a 0,5 % en peso, o incluso inferior a 0,2 % en peso.

45 7. Tinta a base de nanopartículas de plata, cuya composición comprende al menos

- a. una dispersión según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6,
- b. un compuesto "e" que consiste en un disolvente diferente del compuesto "b" utilizado, y
- c. un compuesto "f" opcional que consiste en un modificador de la reología.

50 8. Tinta según la reivindicación precedente, caracterizada por una viscosidad comprendida entre 2 y 20 mPa.s.

9. Tinta según una cualquiera de las reivindicaciones 7 y 8, caracterizada por que el compuesto "e" es un alcohol, preferentemente un alcohol seleccionado entre el grupo que consiste en alcoholes monohídricos (por ejemplo, butanol, pentanol, hexanol, etc.) y/o glicoles (por ejemplo, etilenglicol, propilenglicol, dietilenglicol, etc.), y/ o éteres de glicol (por ejemplo, mono o di-éter de glicol, entre los cuales se mencionarán a modo de ejemplo etilenglicol propil 55 éter, etilenglicol butil éter, etilenglicol fenil éter, dietilenglicol metil éter, etilenglicol etil éter, dietilenglicol propil éter, dietilenglicol butil éter, propilenglicol metil éter, propilenglicol butil éter, propilenglicol propil éter, etilenglicol di-metil éter, etilenglicol dietiléter, etilenglicol di-butil éter, glimas, éter dietílico de dietilenglicol, éter dietílico de di-butilenglicol, diglimas, etil diglima, butil diglima) y/o acetatos de éter de glicol (por ejemplo, acetato de 2-butoxietilo, dietilenglicol monoetil éter acetato, dietilenglicol butiléter acetato, propilenglicol metil éter acetato, y/o una mezcla de 60 dos o más de dichos disolventes.

10. Tinta según una cualquiera de las reivindicaciones 7 a 9, caracterizada por que el compuesto "f" (agente modificador de la reología) está presente y se selecciona entre alquicelulosa, preferentemente etilcelulosa, 65 nitrocelulosas, resinas alquídicas y acrílicos y ureas modificadas, preferentemente poliureas, y/o sus mezclas.

11. Tinta según una cualquiera de las reivindicaciones 7 a 10, caracterizada por que comprende un disolvente adicional, el compuesto "X", que es preferentemente idéntico al compuesto "b".
- 5 12. Tinta según una cualquiera de las reivindicaciones 7 a 11, caracterizada por que comprende
- la dispersión según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6 en un contenido inferior o igual a 60 % en peso, y preferentemente superior a 5 % en peso, preferentemente superior a 10 % en peso, por ejemplo, superior a 20 % en peso
 - el compuesto "e" en un contenido comprendido entre 1 y 40 % en peso, preferentemente entre 15 y 30 % en peso,
 - el compuesto "f" opcional en un contenido inferior a 20 % en peso, preferentemente entre 0,1 y 2 % en peso, y
 - el compuesto "X" opcional en un contenido inferior a 60 % en peso, preferentemente inferior a 40 % en peso, y preferentemente superior a 5 % en peso, por ejemplo, superior a 15 % en peso.
- 10
- 15 13. Tinta según una cualquiera de las reivindicaciones 7 a 12, caracterizada por que los compuestos "a", "b", "c", "d", "e", "f" y "X" constituyen al menos 50 % en peso de la tinta final, preferentemente al menos 75 % en peso, por ejemplo al menos 90 % en peso, al menos 95 % en peso, al menos 99 % en peso, o incluso 100 % en peso de la tinta final.
- 20 14. Tinta según una cualquiera de las reivindicaciones 7 a 13, caracterizada por que comprende un contenido de agua inferior a 2 % en peso, preferentemente inferior a 1 % en peso, por ejemplo, inferior a 0,5 % en peso o incluso inferior a 0,2 % en peso.
- 25 15. Procedimiento de preparación de la dispersión de nanopartículas según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado por las siguientes etapas:
- a. síntesis de las nanopartículas de plata en presencia del agente dispersante (compuesto "c") por reducción por medio de un agente reductor de un precursor de plata;
 - b. lavado/purificación de las nanopartículas obtenidas en la etapa "a",
 - c. adiciones del compuesto "b" y compuesto "d", y
- 30
- caracterizado por que una fase líquida siempre está presente durante estas etapas de preparación.
- 35 16. Procedimiento de preparación de la tinta según una cualquiera de las reivindicaciones 7 a 14, caracterizado por que la dispersión se ha preparado según la reivindicación 15.

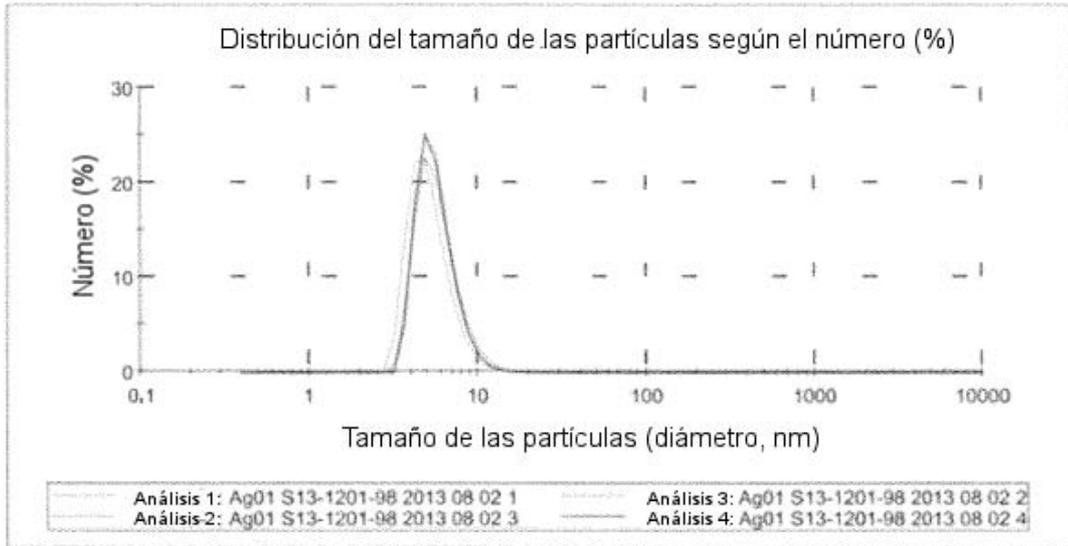


FIGURA 1

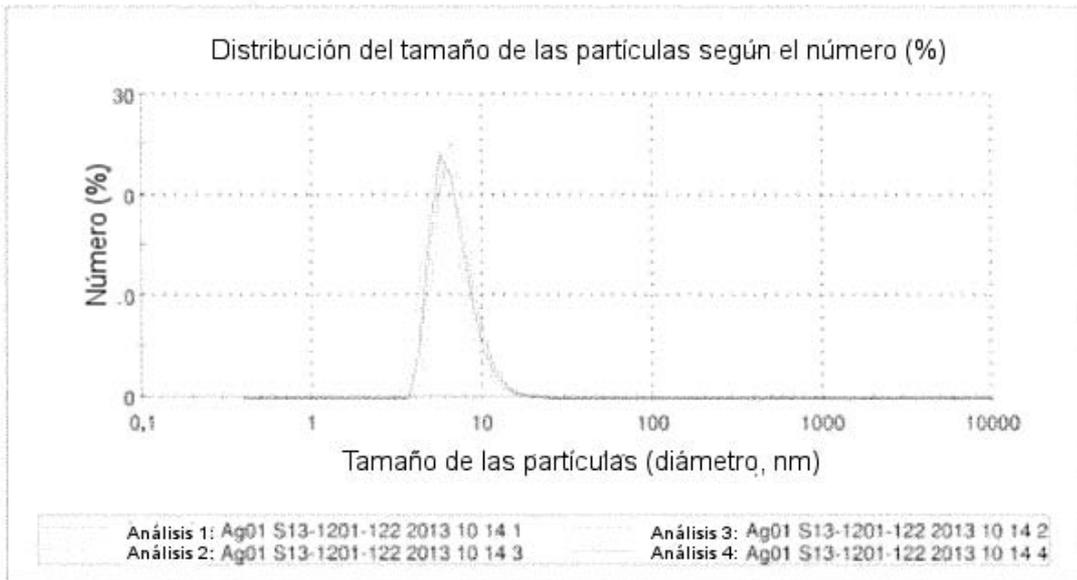


FIGURA 2