

Synthese, Reinigung und Anreicherung von Silber-Nanopartikeln in wässriger Lösung

C. Hofberger, V. Juhart, A. Sindjelic, A. Vass

I. Einführung

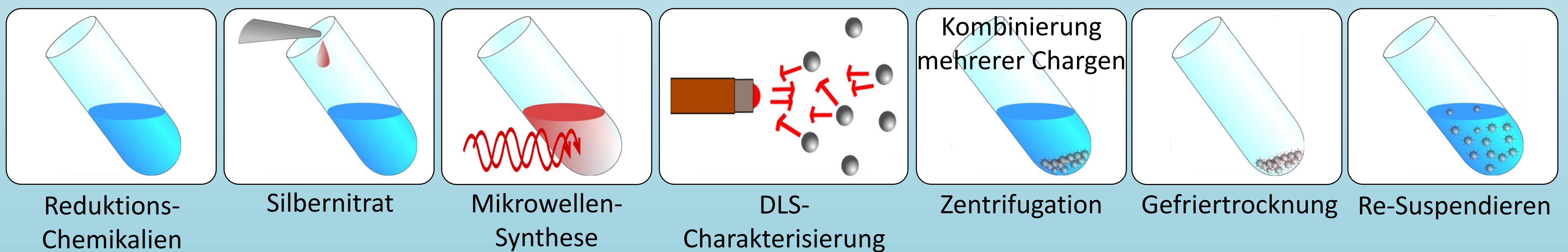
Leitfähige Tinten, speziell solche mit Silber-Nanopartikeln (AgNP), haben in den letzten Jahren stark an Bedeutung gewonnen. Ein Anwendungsbereich ist das Drucken von integrierten Schaltungen oder Leiterbahnen auf flexiblen organischen Trägermaterialien. Dies setzt Tinten mit Silber-Nanopartikel-Konzentrationen von über 1 % (m/m) voraus.

Die Mikrowellensynthese von Tinten mit einem Silber-Massengehalt von größer als 0,1 % ist bisher an der Hochschule München aber noch nicht reproduzierbar gelungen. Daher wurde nach einer Methode gesucht, die Konzentration an Nanopartikeln in einer Suspension zu erhöhen

II. Ziele

- Verdoppelung des Synthesevolumens von 7,5 mL auf 15 mL
- Synthese von Nanopartikeln konstant unter 100 nm
- Minimierung der Konzentration der Syntheseeedukte in der Tinte
- Anreicherung der Silber-Nanopartikel auf eine erhöhte Konzentration
- Erster Testdruck und Charakterisierung der gedruckten Leiterbahn

III. Vorgehensweise



IV. Synthese

Synthese-Ansatz

- 125 mg α -Cyclodextrin
- 13,5 mL Wasser (deionisiert)
- 1,0 mL AgNO_3 -Lösung (50 mM)
- 500 μL Citronensäure-Lösung (0,30 M)
- 60 μL NaOH-Lösung (40 % m/m)
- pH = 12 ± 1

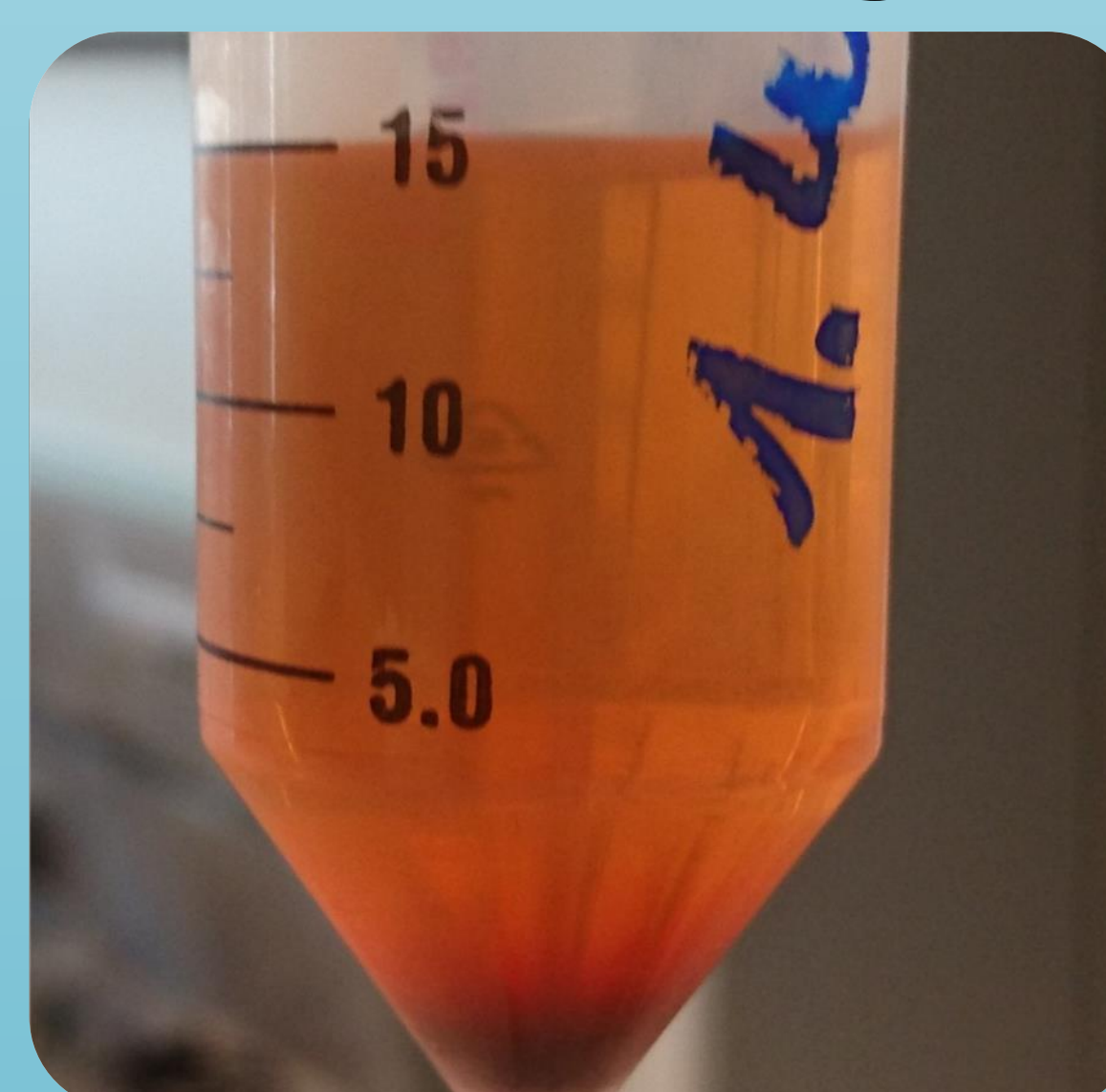
Mikrowellen-Methode

- $V_{\text{ges}} = 15 \text{ mL}$
- $T_{\text{max}} = 160 \text{ }^\circ\text{C}$
- Zeit: 20 Minuten (T_{max})
- $P_{\text{max}} = 7,0 \text{ bar}$



Produkt der Mikrowellensynthese

V. Zentrifugation und Trocknung



Chargen-Kombination nach Zentrifugation

Zentrifugation (2-mal)

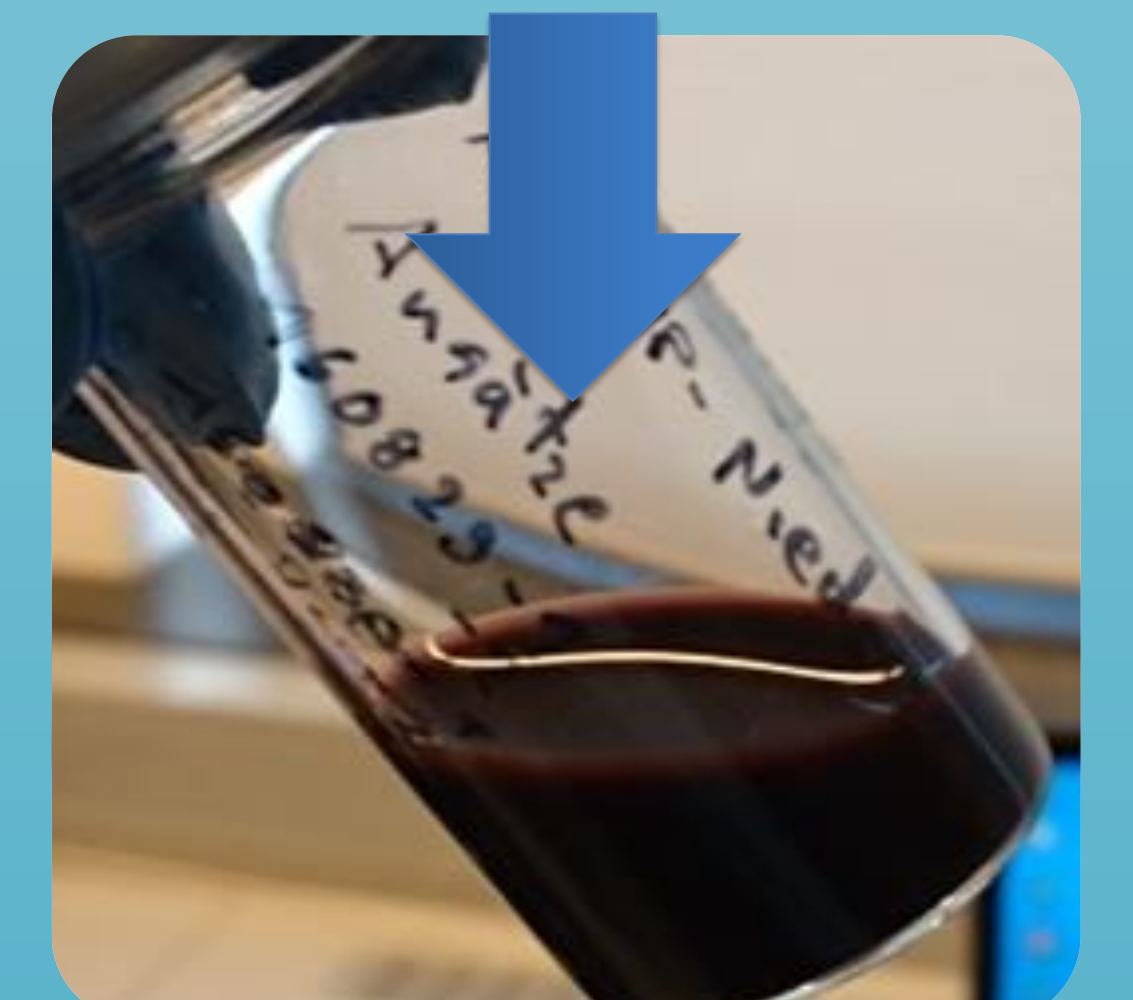
- 15 Minuten
- 15000 g
- $10 \text{ }^\circ\text{C}$

Gefriertrocknung

- $-72 \text{ }^\circ\text{C}$ bei 1 mbar
- 24 h



Sedimentierte AgNPs nach Trocknung



Aufschlammung

VI. CHARAKTERISIERUNG

UV-Vis Messung :

- Stabilitäten der AgNP-Suspension von deutlich über 2 Wochen werden erreicht

DLS-Messung:

- Partikelradien vor Gefriertrocknung der Einzelansätze ca. 50 nm
- Partikelradien nach Gefriertrocknung ca. 50 nm
- Der höhere Loadingindex für die DLS-Messungen entspricht einer Erhöhung der AgNP-Konzentration

ICP-OES-Messung:

- Silber-Konzentration: 0,17 % (m/m). Dies entspricht einer Ausbeute von 31,5 %

VII. ERGEBNISSE UND AUSBLICK

Ergebnisse:

- Aufkonzentrierung via Gefriertrocknung war erfolgreich
- Viskosität und Substratbenetzung mit wässriger Tinte war problematisch
- Testdruck mit dieser Tinte führte zu keiner Leiterbahn mit der gewünschten Leitfähigkeit

Ausblick:

- Optimierung des Lösemittels auf Viskosität und Benetzbarkeit beim Druck
- Optimierung der Synthese auf Oxidationsschutz der Nanopartikel