



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2017년05월30일
(11) 등록번호 10-1741354
(24) 등록일자 2017년05월23일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
B32B 43/00 (2006.01) B32B 17/10 (2006.01)
B32B 27/28 (2006.01) B32B 37/24 (2006.01)
B32B 9/00 (2006.01) B32B 9/04 (2006.01)
(52) CPC특허분류
B32B 43/006 (2013.01)
B32B 17/10 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2016-0006706
(22) 출원일자 2016년01월19일
심사청구일자 2016년01월19일
(56) 선행기술조사문헌
KR101221581 B1
KR1020110031863 A
KR1020140146356 A
KR101482491 B1

(73) 특허권자
경희대학교 산학협력단
경기도 용인시 기흥구 덕영대로 1732 (서천동, 경희대학교 국제캠퍼스내)
(72) 발명자
김성수
경기도 성남시 분당구 판교역로 49, 901동 102호 (백현동, 백현마을 아파트)
김현기
서울특별시 강남구 논현로67길 45, 502호(역삼동) 라하나
경기도 부천시 오정구 고강로154번길 27, 10동 404호(고강동, 고강3차아파트)
(74) 대리인
김연권

전체 청구항 수 : 총 7 항

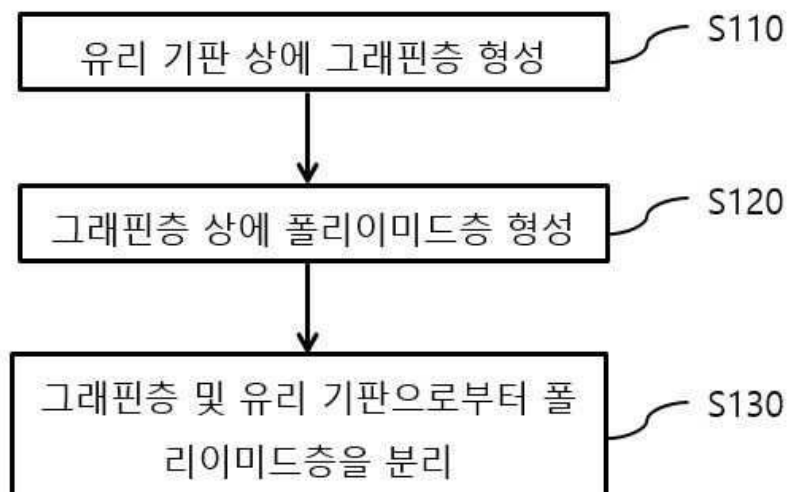
심사관 : 이인철

(54) 발명의 명칭 플렉서블 필름의 제조방법

(57) 요약

본 발명은 플렉서블 필름의 제조방법을 개시한다. 본 발명의 실시예에 따른 플렉서블 필름의 제조방법은 유리 기판 상에 그래핀층을 형성하는 단계; 상기 그래핀층 상에 실란계 물질이 포함된 폴리이미드층을 형성하는 단계; 및 상기 그래핀층 및 상기 유리 기판으로부터 상기 폴리이미드층을 분리하는 단계를 포함한다. 본 발명의 실시예에 따르면 실란계 물질이 포함된 폴리이미드층과 유리 기판 사이에 그래핀층을 삽입 형성함으로써 유리 기판으로부터 실란계 물질이 포함된 폴리이미드층을 용이하게 분리할 수 있다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

B32B 27/281 (2013.01)

B32B 9/007 (2013.01)

B32B 9/045 (2013.01)

B32B 2037/246 (2013.01)

B32B 2315/08 (2013.01)

B32B 2323/04 (2013.01)

B32B 2379/08 (2013.01)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 B0010622

부처명 산업통상자원부

연구관리전문기관 한국산업기술진흥원

연구사업명 지역혁신센터사업

연구과제명 그린에너지소재부품기술컨소시엄

기 여 율 1/1

주관기관 경희대학교 산학협력단

연구기간 2015.03.01 ~ 2016.02.29

명세서

청구범위

청구항 1

유리 기판 상에 그래핀층을 형성하는 단계;
상기 그래핀층 상에 실란계 물질이 포함된 폴리이미드층을 형성하는 단계; 및
상기 그래핀층 및 상기 유리 기판으로부터 상기 폴리이미드층을 분리하는 단계를 포함하는 플렉서블 필름의 제조방법.

청구항 2

제1항에 있어서,
상기 유리 기판은 200 μm 내지 700 μm 범위의 두께를 가지는 플렉서블 필름의 제조방법.

청구항 3

제1항에 있어서,
상기 그래핀층은 유리 기판 상에 화학 기상 증착법을 이용하여 형성하는 플렉서블 필름의 제조방법.

청구항 4

제1항에 있어서,
상기 그래핀층은 0.2nm 내지 5.0nm 범위의 두께로 형성하는 플렉서블 필름의 제조방법.

청구항 5

제1항에 있어서,
상기 폴리이미드층은 스핀코팅, 스프레이코팅 또는 딥코팅 방법을 이용하여 상기 그래핀층 상에 실란계 물질이 포함된 폴리이미드 코팅액을 코팅하여 형성하는 플렉서블 필름의 제조방법.

청구항 6

제1항에 있어서,
상기 폴리이미드층은 5 μm 내지 50 μm 범위의 두께로 형성하는 플렉서블 필름의 제조방법.

청구항 7

제1항에 있어서,
상기 폴리이미드층을 분리하는 단계는 상기 폴리이미드층 및 상기 그래핀층이 형성된 유리 기판을 증류수에 넣어 상기 그래핀층 및 상기 유리 기판으로부터 상기 폴리이미드층을 분리하는 방법을 포함하는 플렉서블 필름의 제조방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 플렉서블 필름의 제조방법에 관한 것으로, 보다 상세하게는 실란계 물질이 포함된 폴리이미드층과 유리 기판 사이에 그래핀층을 삽입 형성함으로써 유리 기판으로부터 실란계 물질이 포함된 폴리이미드층을 용이하게 분리할 수 있는 플렉서블 필름의 제조방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0003] 최근 디스플레이 분야에 있어서의 가장 큰 화두는 folderable(접을 수 있는), flexible(플렉서블, 구부러질 수 있는)을 비롯한 freeform(프리폼, 자유형의) 디스플레이의 개발을 통한 새로운 시장을 창출해나가는 것이라 할 수 있다.

[0004] 이를 위해서는 기존의 기판으로 사용되는 유리 소재를 플렉서블한 고분자 소재로 변경하여 적용하여야 한다. 그러나 고분자 소재의 경우, 낮은 내열 특성으로 인하여 디스플레이 소자의 제조공정에서 필요한 고온 환경에서의 사용은 제한적일 수 있다. 따라서 최근에는 내열 특성이 우수한 방향족 폴리이미드를 기판 소재로 사용하는 사례가 늘고 있다.

[0005] 한편, 기존의 폴리이미드의 경우 유색성으로 인하여 사용이 제한적이었으나, 기술적인 발전으로 인하여 유색성 문제를 해결한 투명 폴리이미드 소재가 개발되어 실제 디스플레이 소자의 제조공정에 적용되고 있다.

[0006] 폴리이미드는 필름 형태가 아닌 용액 형태로 유리 기판에 코팅 및 경화시킨 후, 기존 디스플레이 소자의 제조공정과 동일한 공정을 거쳐, 최종적으로 소자를 만든 후에 유리 기판으로부터 분리(탈착)시키는 과정을 거치게 된다.

[0007] 최근 투명 폴리이미드 기판의 경우, 광학적 특성을 유지하면서 내열 특성을 추가로 개선하기 위해 많은 연구가 진행되고 있다. 특히, 무기 필러의 도입으로 인하여 열적 특성을 개선하는 연구 내용들이 많이 보고되고 있는데, 이 과정에서 무기 필러와 폴리이미드의 결합 안정성을 확보하기 위해 실란계 물질을 사용하거나 실란 자체만을 도입하여 내열 특성을 개선하고자 하는 연구가 진행되고 있다.

[0008] 그러나, 실란(계)의 사용으로 인하여 폴리이미드 기판과 유리 기판 사이의 계면 접착력 향상으로 인해 상기 기판 간의 분리가 어려워지게 될 수 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0010] 본 발명의 실시예는 유리 기판 및 실란계 물질이 포함된 폴리이미드층 사이에 그래핀층을 삽입 형성하여 유리 기판으로부터 실란계 물질이 포함된 폴리이미드층을 용이하게 분리할 수 있는 플렉서블 필름의 제조방법을 제공하고자 한다.

[0011] 또한, 본 발명의 실시예는 광학적 및 내열 특성이 향상된 플렉서블 필름의 제조방법을 제공하고자 한다.

과제의 해결 수단

[0013] 본 발명의 실시예에 따른 플렉서블 필름의 제조방법은 유리 기판 상에 그래핀층을 형성하는 단계; 상기 그래핀층 상에 실란계 물질이 포함된 폴리이미드층을 형성하는 단계; 및 상기 그래핀층 및 상기 유리 기판으로부터 상기 폴리이미드층을 분리하는 단계를 포함한다.

[0014] 상기 유리 기판은 200 μ m 내지 700 μ m 범위의 두께를 가질 수 있다.

[0015] 상기 그래핀층은 유리 기판 상에 화학 기상 증착법을 이용하여 형성할 수 있다.

[0016] 상기 그래핀층은 0.2nm 내지 5.0nm 범위의 두께로 형성할 수 있다.

[0017] 상기 폴리이미드층은 스핀코팅, 스프레이코팅 또는 딥코팅 방법을 이용하여 상기 그래핀층 상에 실란계 물질이 포함된 폴리이미드 코팅액을 코팅하여 형성할 수 있다.

[0018] 상기 폴리이미드층은 5 μ m 내지 50 μ m 범위의 두께로 형성할 수 있다.

[0019] 상기 폴리이미드층을 분리하는 단계는 상기 폴리이미드층 및 상기 그래핀층이 형성된 유리 기판을 증류수에 넣어 상기 그래핀층 및 상기 유리 기판으로부터 상기 폴리이미드층을 분리하는 방법을 포함할 수 있다.

발명의 효과

[0021] 본 발명의 실시예에 따르면 실란계 물질이 포함된 폴리이미드층과 유리 기판 사이에 그래핀층을 삽입 형성함으로써 유리 기판으로부터 실란계 물질이 포함된 폴리이미드층을 용이하게 분리할 수 있는 플렉서블 필름을 제조할 수 있다.

[0022] 또한, 본 발명의 실시예에 따르면 광학적 및 내열 특성이 향상된 플렉서블 필름을 제조할 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0024] 도 1은 본 발명의 실시예에 따른 플렉서블 필름 제조방법의 순서도이다.

도 2a 내지 도 2e는 본 발명의 일 실시예에 따른 플렉서블 필름의 제조공정을 나타내는 개략도이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0025] 이하 첨부 도면들 및 첨부 도면들에 기재된 내용들을 참조하여 본 발명의 실시예를 상세하게 설명하지만, 본 발명이 실시예에 의해 제한되거나 한정되는 것은 아니다.

[0026] 본 명세서에서 사용되는 용어는 실시예들을 설명하기 위한 것이며 본 발명을 제한하고자 하는 것은 아니다. 본 명세서에서, 단수형은 문구에서 특별히 언급하지 않는 한 복수형도 포함한다. 명세서에서 사용되는 "포함한다(comprises)" 및/또는 "포함하는(comprising)"은 언급된 구성요소, 단계, 동작 및/또는 소자는 하나 이상의 다른 구성요소, 단계, 동작 및/또는 소자의 존재 또는 추가를 배제하지 않는다.

[0027] 본 명세서에서 사용되는 "실시예", "예", "측면", "예시" 등은 기술된 임의의 양상(aspect) 또는 설계가 다른 양상 또는 설계들보다 양호하다거나, 이점이 있는 것으로 해석되어야 하는 것은 아니다.

[0028] 또한, '또는'이라는 용어는 배타적 논리합 'exclusive or'이기보다는 포함적인 논리합 'inclusive or'를 의미한다. 즉, 달리 언급되지 않는 한 또는 문맥으로부터 명확하지 않는 한, 'x가 a 또는 b를 이용한다'라는 표현은 포함적인 자연 순열들(natural inclusive permutations) 중 어느 하나를 의미한다.

[0029] 또한, 본 명세서 및 청구항들에서 사용되는 단수 표현("a" 또는 "an")은, 달리 언급하지 않는 한 또는 단수 형태에 관한 것이라고 문맥으로부터 명확하지 않는 한, 일반적으로 "하나 이상"을 의미하는 것으로 해석되어야 한다.

[0030] 또한, 막, 층, 영역, 구성 요청 등의 부분이 다른 부분 "위에" 또는 "상에" 있다고 할 때, 다른 부분의 바로 위에 있는 경우뿐만 아니라, 그 중간에 다른 막, 층, 영역, 구성 요소 등이 개재되어 있는 경우도 포함한다.

[0032] 이하에서는 본 발명의 실시예에 따른 플렉서블 필름 제조방법을 도면을 참조하여 상세하게 설명하기로 한다.

[0034] 도 1은 본 발명의 실시예에 따른 플렉서블 필름 제조방법의 순서도이다.

[0035] 도 1에 도시된 바와 같이, 본 발명의 실시예에 따른 플렉서블 필름의 제조방법은 유리 기판 상에 그래핀층을 형성하는 단계(S110); 상기 그래핀층 상에 실란계 물질이 포함된 폴리이미드층을 형성하는 단계(S120); 및 상기 그래핀층 및 상기 유리 기판으로부터 상기 폴리이미드층을 분리하는 단계(S130)를 포함한다.

[0037] 이하에서는 도 1의 순서도에 따라 플렉서블 필름을 제조하는 방법을 도 2a 내지 도 2e를 참조하여 구체적으로 설명하기로 한다.

[0039] 도 2a 내지 도 2e는 본 발명의 일 실시예에 따른 플렉서블 필름의 제조공정을 나타내는 개략도이다.

[0040] 단계 S110에 앞서, 도 2a에 도시된 바와 같이, 유리 기판(210)을 준비한다.

[0041] 유리 기판(210)은 본 발명의 실시예에 따른 플렉서블 필름을 제조하기 위한 지지 기판으로서의 역할을 한다. 즉, 유리 기판(210)은 유리 기판(210) 상에 형성될 플렉서블 필름이 휘어지지 않도록 플렉서블 필름을 단단히 고정할 수 있다.

[0042] 본 발명의 실시예에서는 지지 기판으로서 유리 기판을 제시하였으나, 실리콘 웨이퍼 또는 사파이어 기판 등을

사용할 수도 있다.

- [0043] 유리 기판(210)은, 100 μ m 내지 900 μ m 범위의 두께를 가질 수 있고, 바람직하게는 200 μ m 내지 700 μ m 범위일 수 있다. 유리 기판(210)의 두께가 100 μ m 미만일 시에는 플렉서블 필름을 단단히 고정하기에 부적합할 정도로 얇을 수 있고, 900 μ m 초과 시에는 불필요할 정도로 두꺼울 수 있다.
- [0044] 단계 S110에서는, 도 2b에 도시된 바와 같이, 유리 기판(210) 상에 그래핀층(220)을 형성한다.
- [0045] 본 발명의 실시예에 따른 플렉서블 필름의 제조방법에서는 실란계 물질이 포함된 폴리이미드층(230)(도 2c 참조)과 유리 기판(210) 사이에 그래핀층(220)을 삽입 형성하는 것을 특징으로 한다. 그래핀층(220)은 실란계 물질이 포함된 폴리이미드층(230)과 유리 기판(210)의 분리를 용이하게 할 수 있는 이형층의 역할을 한다.
- [0046] 그래핀층(220)은 그래핀 산화물을 환원시키는 방법, 그래핀막을 전사하는 방법 또는 화학 기상 증착법에 의해 형성하는 방법 등의 다양한 방법을 이용하여 형성할 수 있다.
- [0047] 그래핀 산화물을 환원시키는 방법은, 화학적으로 산화된 그래핀을 합성한 후 다시 환원시키는 방법을 의미한다. 보다 상세하게는, 화학적인 방법으로 작용기가 도입되어 단층으로 분리된 그래핀 산화물을 용액 공정을 통해 기판 상에 코팅한 후 환원시키거나 용액 상에서 환원시킨 후 기판 상에 코팅하여 환원된 그래핀 산화물 박막을 제조하는 방법이다.
- [0048] 상기 방법은 단층으로 얻을 수 있는 비율이 높고, 저가격의 용액 공정을 이용하여 프린팅 공정에 적용할 수 있다는 장점이 있다. 또한 기계적인 안정성이 우수하고 높은 투명도를 가진 전도성 박막을 제작할 수 있다는 장점이 있다. 그러나 산화 과정이 들어가기 때문에 상대적으로 낮은 전도도 및 전하 이동도를 가진다는 단점이 있고, 기판 상에 균일한 단층 박막을 제조하는 것이 힘들어 광학적인 특성이 다른 방법에 비해 떨어진다는 단점이 있다.
- [0049] 한편, 그래핀막을 전사하는 방법은, 예비 기판에 형성된 그래핀막을 다른 기판으로 전사하는 방법을 의미하고, 다양한 기판에 전사하는 것이 가능하기 때문에 넓은 응용 가능성을 가진다.
- [0050] 상기 그래핀막을 전사하는 방법은, 예를 들어, 탄소원으로부터 화학적으로 합성하는 방법으로 그래핀막을 형성한 후 전사할 수 있고, 보다 상세하게는 화학 기상 증착법(CVD)을 이용하여 예비 기판 상의 금속 촉매표면에 그래핀막을 형성한 후 다른 기판으로 전사할 수 있다.
- [0051] 본 발명의 일 실시예에 따른 플렉서블 필름의 제조방법에서는 화학 기상 증착법을 이용하여 유리 기판(210) 상에 그래핀층(220)을 형성할 수 있다.
- [0052] 화학 기상 증착법을 이용하여 유리 기판 상에 그래핀층을 형성하는 방법은, 예를 들어, 탄소에 대한 용해도가 작은 니켈 또는 구리 등의 금속을 촉매로 사용하여 용해된 탄소를 유리 기판의 표면에 침전시키는 방법으로 그래핀을 성장시켜 형성할 수 있다. 이러한 방법을 사용하면 상대적으로 높은 비율의 단층 그래핀을 대면적(95%)으로 형성(합성)하는 것이 가능하다.
- [0053] 보다 상세하게는, 먼저 촉매층으로 활용할 니켈 또는 구리 등을 유리 기판 위에 증착하고, 약 1,000 $^{\circ}$ C의 고온에서 메탄 및 수소 등의 혼합가스와 반응시켜 적절한 양의 탄소가 촉매층에 녹아 들어가거나 흡착되도록 한다. 이후 냉각을 하게 되면 촉매층에 포함되어 있던 탄소원자들이 표면에서 결정화되면서 그래핀 결정구조를 형성하게 된다. 촉매의 종류와 두께, 반응시간, 냉각속도, 반응가스의 농도 등을 조절함으로써 그래핀 층수를 조절하는 것이 가능하다.
- [0054] 그래핀층(220)은 0.1nm 내지 10.0nm 범위의 두께로 형성할 수 있고, 바람직하게는 0.2nm 내지 5.0nm 범위의 두께로 형성할 수 있다. 그래핀층(220)의 두께가 0.1nm 미만일 시에는 이형층으로서 이용하기에 부적합할 정도로 얇아 유리 기판 및 폴리이미드층을 효율적으로 분리하기에 용이하지 않을 수 있다. 한편, 10.0nm 초과 시에는 그래핀층을 두껍게 증착할수록 공정 시간이 길어지고 원료비가 증가할 수 있다.
- [0055] 단계 S120에서는, 도 2c에 도시된 바와 같이, 그래핀층(220) 상에 실란계 물질이 포함된 폴리이미드층(230)을 형성한다.
- [0056] 실란계 물질이 포함된 폴리이미드층(230)은 후술할 단계(S130)에 의해 유리 기판(210)과 분리되어 플렉서블 필름으로서의 역할을 한다.
- [0057] 실란계 물질이 포함된 폴리이미드층(230)은 그래핀층(220) 상에 폴리이미드를 포함하는 코팅액을 코팅하여 형성

할 수 있다. 상기 코팅은, 당 분야에서 사용하는 코팅 방법으로 그 방법을 특별하게 한정하는 것은 아니나, 스핀코팅(spin coating), 스프레이코팅(spray coating) 또는 딥코팅(deep coating) 등의 방법을 이용할 수 있다.

[0058] 상기 폴리이미드(PI)는 방향족 테트라카르복실산 또는 그 유도체와, 방향족 디아민 또는 방향족 디이소시아네이트를 축중합한 후 이미드화하여 제조되는 고내열 수지를 말한다. 폴리이미드 수지는 사용된 단량체의 종류에 따라 여러 가지 분자구조를 가질 수 있고, 이에 의해 다양한 물성을 나타내게 된다.

[0059] 폴리이미드 수지의 제조를 위하여, 방향족 테트라카르복실산 성분으로서는 일반적으로 피로멜리트산이무수물(PMDA) 또는 비페닐테트라카르복실산이무수물(BPDA) 등을 사용하고 있고, 방향족 디아민 성분으로서는 옥시디아닐린(ODA) 또는 p-페닐렌 디아민(p-PDA) 등을 사용하고 있다.

[0060] 상기 실란(Silane)계 물질은 예를 들어 (3-Aminopropyl)trimethoxysilane(APS), (3-mercaptopropyl)trimethoxysilane(MPS) 또는 (3-glycidoxypropyl)trimethoxysilane(GPTMS) 등을 사용할 수 있다.

[0061] 상기 실란(Silane)계 물질은 폴리이미드 조성물에 포함되어 폴리이미드층(230)의 내열 특성을 향상시킬 수 있다.

[0062] 폴리이미드층(230)은 1 μ m 내지 200 μ m 범위의 두께로 형성할 수 있고, 바람직하게는 5 μ m 내지 50 μ m 범위의 두께로 형성할 수 있다. 폴리이미드층(230)의 두께가 1 μ m 미만일 시에는 플렉서블 필름으로서 이용하기에 부적합할 정도로 얇을 수 있고, 200 μ m 초과 시에는 불필요할 정도로 두꺼워 소자의 두께를 증가시킬 수 있다.

[0063] 폴리이미드층(230)은 후술할 단계(S130)에서 폴리이미드층(230) 자체로 분리될 수 있고, 폴리이미드층(230) 상에 다양한 소자를 형성한 후 분리될 수도 있다. 예를 들어, 플렉서블 디스플레이에 적용하기 위해서 폴리이미드층(230) 상에 TFT 소자와 같은 디스플레이 관련 소자들을 형성한 후, 최종적으로 지지 기판인 유리 기판으로부터 분리될 수 있다.

[0064] 단계 S130에서는, 도 2d에 도시된 바와 같이, 그래핀층(220) 및 유리 기판(210)으로부터 폴리이미드층(230)을 분리한다.

[0065] 그래핀층(220) 및 유리 기판(210)으로부터 폴리이미드층(230)을 분리하기 위해서는 레이저 빔(laser beam) 또는 다이아몬드 휠(diamond wheel)을 이용할 수 있으나, 본 발명의 일 실시예에 따르면 유리 기판(210) 및 폴리이미드층(230) 사이에 그래핀층(220)이 형성되어 있어, 레이저 빔이나 다이아몬드 휠과 같은 외부 스트레스를 가하지 않아도, 그래핀층(220) 및 유리 기판(210)으로부터 폴리이미드층(230)을 용이하게 분리할 수 있다.

[0066] 본 발명의 일 측에 따르면, 상기 폴리이미드층을 분리하는 단계는 상기 유리 기판으로부터 상기 폴리이미드층을 손으로 직접 분리하는 방법 또는 상기 폴리이미드층 및 상기 그래핀층이 형성된 유리 기판을 증류수에 넣어 상기 그래핀층 및 상기 유리 기판으로부터 상기 폴리이미드층을 분리하는 방법을 이용할 수 있다.

[0067] 일례로, 예를 들어, 상기 폴리이미드층 및 상기 그래핀층이 형성된 유리 기판을 증류수에 약 1시간 동안 넣어(담가)두면, 상기 폴리이미드층과 상기 그래핀층 사이의 접착력이 약해져 상기 폴리이미드층이 자발적으로 분리될 수 있다.

[0068] 단계 S130에서 분리된 폴리이미드(230)층은 도 2e에 도시된 바와 같이, 플렉서블 필름(230')으로서 이용할 수 있다.

[0069] 플렉서블 필름(230')은 플렉서블 필름(230') 자체만으로 이용할 수 있고, 플렉서블 필름(230')으로 분리되기 전 폴리이미드층(230) 상에 디스플레이 관련 소자를 형성할 경우, 디스플레이 소자의 기재 필름으로도 이용할 수 있다.

[0071] 본 발명의 실시예에서와 같이 유리 기판(210) 및 폴리이미드층(230) 사이에 그래핀층(220)을 형성하게 되면, 그래핀층(220)의 표면에너지가 낮아 유리 기판(210)과 실란계 물질이 포함된 폴리이미드층(230)이 결합하는 것을 방지할 수 있다. 즉, 유리 기판(210) 및 실란계 물질이 포함된 폴리이미드층(230) 사이에 그래핀층(220)을 삽입 형성함으로써 유리 기판(210)으로부터 실란계 물질이 포함된 폴리이미드층(230)을 용이하게 분리할 수 있고, 분리된 폴리이미드층(230)을 플렉서블 필름으로서 이용할 수 있다.

[0072] 또한, 본 발명의 실시예에 따라 제조된 플렉서블 필름은 폴리이미드를 이용하므로 투명한 플렉서블 필름을 구현할 수 있어 광학적 특성을 유지할 수 있고, 실란계 물질을 포함하는 폴리이미드를 이용하므로 플렉서블 필름의 내열 특성을 향상시킬 수 있다.

- [0074] 실시예
- [0075] (실란계 물질이 포함된 폴리이미드 조성물의 제조)
- [0076] Silane-polyamicacid(실란-폴리아믹산)을 제조하기 위해, 초기물질인 BPDA(Biphenyl-tetracarboxylic acid dianhydride) 1.176g를 DMAc(Dimethylacetamide; 디메틸아세트아미드) 6.53g과 혼합한 혼합용액을 마그네틱 교반기(magnetic stirrer)를 이용하여 상온(20℃)에서 교반하였다.
- [0077] 상기 혼합용액에 아민기를 가지는 실란계 물질인 APS((3-Aminopropyl)trimethoxysilane) 0.034g을 천천히 적하하여 디안하이드리드와 반응하도록 교반하였다. 상기 실란은 최종 합성된 폴리아믹산의 말단에 존재하도록 하기 위해, 초기에 넣어준 디안하이드리드에 대하여 0.02 내지 0.04의 물비로 소량 첨가한 것이다.
- [0078] 마지막으로, 상기 혼합용액에 m-PDA(m-phenylenediamine) 0.423g을 넣어 점도가 충분히 상승할 수 있도록 24시간 동안 반응시켰다. 전술한 모든 반응은 질소 분위기 하에서 진행하였다.
- [0079] (플렉서블 필름의 제조)
- [0080] 챔버(chamber)에서 700 μ m 정도의 두께를 가지는 소다라임 글라스(soda-lime glass) 기판 상에 그래핀을 화학 기상 증착 후 전사하여 1nm 내지 3nm 정도의 두께로 그래핀층을 형성하였다.
- [0081] 상기 그래핀층 상에 상기 실란계 물질이 포함된 폴리이미드 조성물의 제조 실시예에서 합성된 실란-폴리아믹산을 스핀코터(spin coater)를 이용하여 10 μ m 정도의 두께로 코팅하였다.
- [0082] 70℃ 핫 플레이트(hot plate)에서 2시간 동안 건조 후, 고온(400℃) 퍼니스(furnace)에서 경화하여 최종적으로 열적 이미드화시켰다. 이 때, 퍼니스의 내부 챔버는 질소 분위기를 유지하였다.
- [0083] 상기 경화 후, 필름의 분리(탈착)를 위해 코팅된 글라스 기판을 1시간 동안 증류수에 담가두었다. 글라스 기판에서 분리된 필름을 컨벤션 오븐(convection oven)에 넣어 24시간 동안 건조시켰다.
- [0085] 비교예
- [0086] (실란계 물질이 포함된 폴리이미드 조성물의 제조)
- [0087] 실란-폴리아믹산을 실시예와 동일한 방법으로 제조하였다.
- [0088] (플렉서블 필름의 제조)
- [0089] 소다라임 글라스 기판 그래핀층을 형성한 실시예와 달리, 그래핀층을 형성하지 않은 소다라임 글라스 기판을 이용하였다.
- [0090] 상기 기판 상에 상기에서 제조된 실란-폴리아믹산을 스핀코터(spin coater)를 이용하여 10 μ m 정도의 두께로 코팅하였다.
- [0091] 이하의 방법은 실시예와 동일한 방법으로 진행하였다.
- [0093] 평가: 박리력의 측정
- [0094] 기판(기재) 상에 형성된 필름 혹은 코팅층이 기판과 강하게 결합되어 있을 경우, 이를 박리하는 데 필요한 힘, 즉 박리력이 크므로, 이를 측정함으로써 계면접착의 강함 정도를 확인할 수 있고, 반대로 약하게 결합이 되어 있을 경우는 박리력이 약하므로 이를 측정함으로써 박리가 용이한 정도를 확인할 수 있다.
- [0095] 상기 실시예 및 비교예에서 제조된 필름의 박리력을 SAICA 장비를 이용하여 측정하였고, 그 결과를 하기 표 1에 나타내었다.

표 1

[0097]	실시예	비교예
박리력(kN/m)	0.080	1.176

- [0099] 표 1에 나타난 바와 같이, 실시예의 경우, 박리력이 0.1 kN/m 이하로 나타나 비교예와 비교하여 박리하기가 더 용이한 특성을 나타내고 있음을 확인할 수 있었다.
- [0101] 이상과 같이 본 발명은 비록 한정된 실시예와 도면에 의해 설명되었으나, 본 발명은 상기의 실시예에 한정되는

것은 아니며, 본 발명이 속하는 분야에서 통상의 지식을 가진 자라면 이러한 기재로부터 다양한 수정 및 변형이 가능하다.

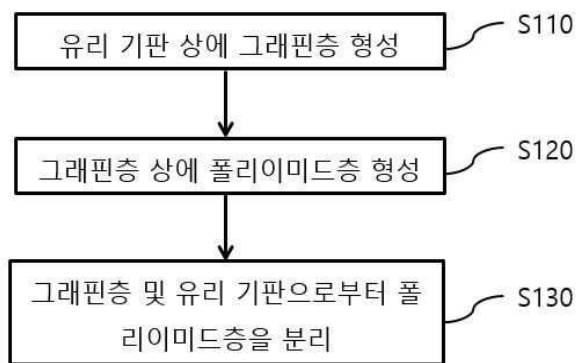
[0102] 그러므로, 본 발명의 범위는 설명된 실시예에 국한되어 정해져서는 아니 되며, 후술하는 특허청구범위뿐 아니라 이 특허청구범위와 균등한 것들에 의해 정해져야 한다.

부호의 설명

[0104] 210: 유리 기판
220: 그래핀층
230: 폴리이미드층
230': 플렉서블 필름

도면

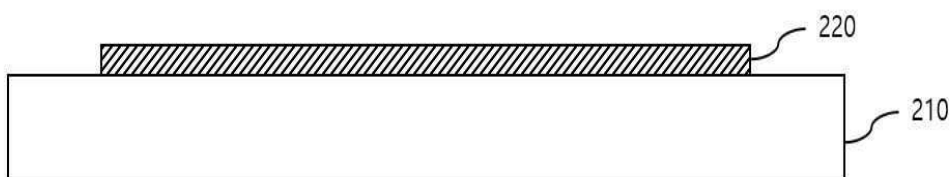
도면1



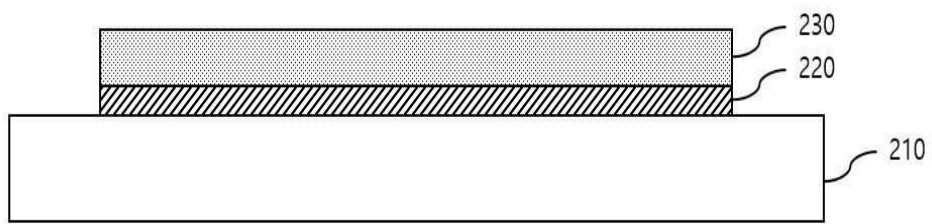
도면2a



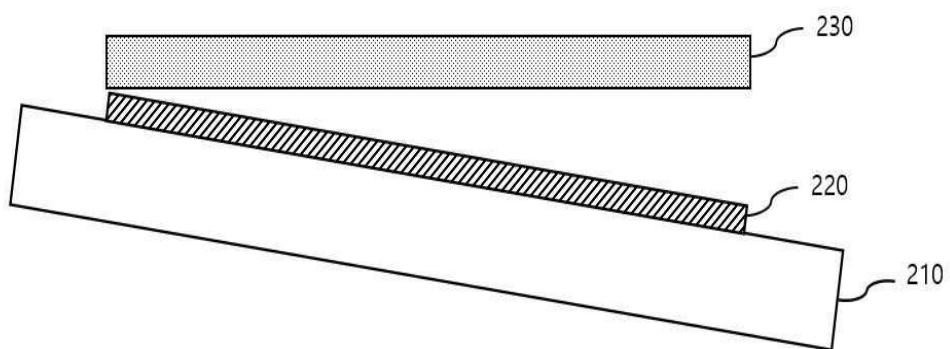
도면2b



도면2c



도면2d



도면2e

