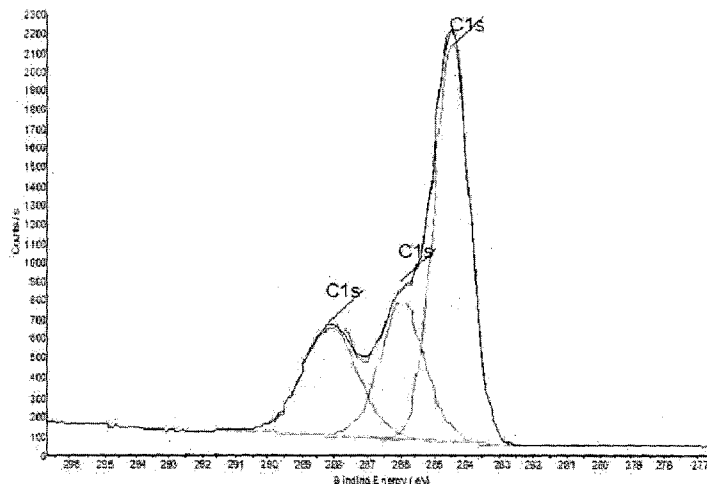




- (51) 국제특허분류: *C09D 5/24* (2006.01) *H01B 1/24* (2006.01)  
*C09D 7/12* (2006.01)
- (21) 국제출원번호: PCT/KR2013/007312
- (22) 국제출원일: 2013년 8월 14일 (14.08.2013)
- (25) 출원언어: 한국어
- (26) 공개언어: 한국어
- (30) 우선권정보: 10-2012-0090082 2012년 8월 17일 (17.08.2012) KR
- (71) 출원인: 주식회사 동진세미켐 (DONGJIN SEMI-CHEM CO., LTD.) [KR/KR]; 404-205 인천시 서구 가좌동 472-2, Incheon (KR).
- (72) 발명자: 유관태 (YU, Kwan-Tae); 445-935 경기도 화성시 양감면 요당리 625-3, Gyeonggi-do (KR). 이성현 (LEE, Sung-Hyun); 445-935 경기도 화성시 양감면 요당리 625-3, Gyeonggi-do (KR). 김경은 (KIM, Kyung-Eun); 445-935 경기도 화성시 양감면 요당리 625-3, Gyeonggi-do (KR). 이병욱 (LEE, Byong-Wook); 445-935 경기도 화성시 양감면 요당리 625-3, Gyeonggi-do (KR). 김성배 (KIM, Seong-Bae); 445-935 경기도 화성시 양감면 요당리 625-3, Gyeonggi-do (KR).
- (74) 대리인: 원영호 (WON, Young-Ho); 135-080 서울시 강남구 역삼동 823-24 남도빌딩 502호, Seoul (KR).
- (81) 지정국 (별도의 표시가 없는 한, 가능한 모든 종류의 국내 권리의 보호를 위하여): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (84) 지정국 (별도의 표시가 없는 한, 가능한 모든 종류의 역내 권리의 보호를 위하여): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), 유라시아 (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), 유럽 (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).
- 공개:  
— 국제조사보고서와 함께 (조약 제 21 조(3))

(54) Title: TRANSPARENT CONDUCTIVE FILM COATING COMPOSITION, TRANSPARENT CONDUCTIVE FILM, AND METHOD FOR MANUFACTURING SAID TRANSPARENT CONDUCTIVE FILM

(54) 발명의 명칭: 투명 전도성 막 코팅 조성물, 투명 전도성 막 및 투명 전도성 막의 제조 방법



(57) Abstract: The present invention relates to a transparent conductive film coating composition, to a transparent conductive film, and to a method for manufacturing same. More particularly, the present invention relates to a transparent conductive film coating composition comprising graphene oxide, a surface-treatment agent which removes an epoxide group from the graphene surface, and a polar solvent, to a method for manufacturing a transparent conductive film using the composition, and to the transparent conductive film manufactured by the method. Since a film having excellent conductivity can be obtained using the coating composition of the present invention, the composition and the transparent conductive film manufactured using the composition can be used for electromagnetic shielding, preventing static electricity, etc.

(57) 요약서:

[다음 쪽 계속]



본 발명은 투명 전도성 막 코팅 조성물, 투명 전도성 막 및 이의 제조방법에 관한 것으로, 더욱 상세하게는 그래핀 옥사이드, 그래핀 표면의 에폭사이드기만을 선택적으로 제거하는 표면처리제로, 및 극성용매를 포함하는 투명 전도성 막 코팅 조성물, 이를 이용하여 투명 전도성 막을 제조하는 방법 및 이로부터 제조된 투명 전도성 막에 관한 것이다. 본 발명의 코팅 조성물을 사용하면 전도성이 우수한 막을 얻을 수 있으므로, 상기 조성물 및 이를 이용하여 제조된 투명 전도성 막은 전자파 차폐 및 정전기 방지 등의 용도로 사용될 수 있다.

## 명세서

### 발명의 명칭: 투명 전도성 막 코팅 조성물, 투명 전도성 막 및 투명 전도성 막의 제조 방법

#### 기술분야

- [1] 본 발명은 투명 전도성 막 코팅 조성물, 투명 전도성 막 및 이의 제조방법에 관한 것으로, 더욱 상세하게는 그래핀 옥사이드, 그래핀 표면의 에폭사이드기만을 선택적으로 제거하는 표면처리제 및 극성 용매를 포함하는 투명 전도성 막 코팅 조성물, 이를 이용하여 투명 전도성 막을 제조하는 방법 및 이로부터 제조된 투명 전도성 막에 관한 것이다.

#### 배경기술

- [2] 투명 전도성 막 제조를 위해서는 산화인듐주석(ITO) 및 아연산화물(ZnO), 안티몬 주석 산화물(ATO) 등의 금속 산화물이 많이 이용되어 왔다. 금속 산화물을 이용한 투명 전도성 막은 고압에서 물리적 증착을 통해서 제조되어 왔지만, 이렇게 제조된 투명 전도성 막은 제조비용이 비싸고, 대전방지 및 전자파 차폐제로써 유연기판에 제조될 경우 용액 공정을 통해 코팅을 하는 공정에 비해 활용도가 떨어지는 단점이 있다. 또한 구부릴 수 있는 유연기판에서는 금속 산화물이 깨지면서 전도도가 변하여 활용이 제한적이다.
- [3] 최근에는 이러한 투명 전도성 막의 대체제로써 탄소나노튜브, 그래핀 및 전도성 고분자 등을 이용한 습식 또는 건식방법을 통해 투명 전도성 막을 제조하는 방법이 개발되고 있다.
- [4] 투명 전도성 막은 건식방법 또는 습식방법으로 제조되기도 하지만, 습식방법으로 제조된 투명 전도성 막은 건식방법에 비해 전기전도도 및 투과도는 떨어지지만 전자파 차폐 및 정전기방지 등의 효과가 우수하다.
- [5] 상기 습식방법을 통한 그래핀 기반 투명 전도성막의 제조법으로는 주로 그래핀 옥사이드 잉크를 기판에 코팅한 후 하이드라진(Hydrazine) 증기 또는 고온에서 침지시켜 그래핀 옥사이드를 그래핀으로 환원하여 투명 전도성 막을 얻는 방법이 많이 사용되어 왔다. 하지만, 하이드라진 증기는 인체에 유해하고, 추후에 400°C 이상의 온도에서 후처리를 진행하여야 정전기 방지 수준이 가능한  $10^8 \Omega/\square$  이하의 전도도를 나타낼 수 있으며, 이러한 기존의 환원제를 사용하는 방법은 그래핀 표면의 에폭사이드(Epoxy) 그룹, 하이드록실(Hydroxyl) 그룹, 카르복실(Carboxyl) 그룹 등을 모두 제거하여 순수한 그래핀만을 남게 하지만 환원과정에서 과도하게 그래핀 표면을 손상시켜 오히려 전도도를 낮추는 문제점이 있다.
- [6] 이러한 습식방법의 환원을 이용해 보다 효율적인 그래핀 기반 투명 전도성 막의 제조를 위해 대한민국 특허공개 제 2011-0110067호에서는 할로젠 원소가 포함된 환원제인 HI 또는 HCl 증기를 사용하는 방법으로 높은 효율의 환원 반응

및 전기전도도를 나타낼 수 있는 방법을 개시하고 있으나, 인체에 유해한 강산의 증기로 환원을 진행해야 하는 어려움이 있다.

## 발명의 상세한 설명

### 기술적 과제

- [7] 상기와 같은 문제점을 해결하기 위해, 본 발명은 기존의 습식방법에 비해 친환경적이고, 반응시간이 짧고, 비교적 낮은 온도에서 소성이 가능하면서도 높은 투과도 및 우수한 전도도를 나타낼 수 있는 투명 전도성 막 코팅 조성물을 제공하는 것을 목적으로 한다.
- [8] 본 발명은 또한 상기 코팅 조성물을 이용하여 투명 전도성 막을 제조하는 방법 및 이로부터 제조된 투명 전도성 막을 제공하는 것을 목적으로 한다.

### 과제 해결 수단

- [9] 상기 목적을 달성하기 위해 본 발명은
- [10] 1) 그래핀 옥사이드;
- [11] 2) 그래핀 표면의 에폭사이드기 만을 선택적으로 제거하는 표면처리제; 및
- [12] 3) 극성 용매
- [13] 를 포함하는 것을 특징으로 하는 투명 전도성 막 코팅 조성물을 제공한다.
- [14] 상기 투명 전도성 막 코팅 조성물은 아민계 화합물을 더욱 포함할 수 있다.
- [15] 본 발명은 또한 상기 투명 전도성 막 코팅 조성물을 기판에 코팅하고 소성하는 것을 특징으로 하는 투명 전도성 막의 제조방법을 제공한다.
- [16] 본 발명은 또한 상기 코팅 조성물을 상기 방법에 따라 코팅 및 소성하여 제조되는 투명 전도성 막을 제공한다.

### 발명의 효과

- [17] 기존의 그래핀 옥사이드 코팅 조성물의 환원을 위해 하이드라진 등의 유독한 물질을 사용하거나 400°C 이상의 높은 온도에서의 후처리가 필요하였던 것과 달리, 본 발명은 분산성이 우수하면서도 유독하지 않은 그래핀 표면의 에폭사이드기 만을 처리하는 표면처리제를 사용하여 그래핀 옥사이드 표면의 에폭사이드 그룹을 그래핀 표면에서 제거하고, 선택적으로 아민류 첨가제를 사용함으로써, 그래핀 옥사이드 조성물을 원하는 기판에 코팅 후 기존 방법보다 낮은 온도에서 다양한 소성방법을 적용하여 환원시킬 수 있다.
- [18] 따라서, 본 발명에 따르면, 기존의 하이드라진 증기를 이용한 방법보다 안전하고 그래핀 자체의 표면 손상을 줄임으로써, 투과도가 높고 저항이 낮은 투명 전도성 막을 얻을 수 있으므로, 전자파 차폐 또는 정전기 방지 등에 광범위하게 사용될 수 있다.
- [19] 또한, 그래핀 옥사이드 잉크를 먼저 코팅한 뒤에 하이드라진 또는 강산의 증기를 가하는 복잡한 공정 대신 그래핀 표면에서 에폭사이드기를 선택적으로 제거하여 한번의 공정으로 쉽게 전도성막을 얻을 수 있는 장점이 있다.

### 도면의 간단한 설명

- [20] 도 1은 본 발명에 따라 형성된 그래핀 코팅막의 표면을 X선 광전자 분광법(XPS)을 이용하여 분석한 결과이다.

### **발명의 실시를 위한 형태**

- [21] 본 발명의 투명 전도성 막 코팅 조성물은 1) 그래핀 옥사이드; 2) 그래핀 표면의 에폭사이드기만을 선택적으로 제거하는 표면처리제; 및 3) 극성 용매를 포함하는 것을 특징으로 한다. 본 발명의 투명 전도성 막 코팅 조성물은 아민계 화합물을 더욱 포함할 수 있다.

- [22] 이하 각 성분들에 대하여 설명한다.

#### **1) 그래핀 옥사이드**

- [24] 본 발명은 도전성 물질로서 그래핀 옥사이드를 사용한다.

- [25] 본 발명의 투명 전도성 막 코팅 조성물에 있어서, 상기 그래핀 옥사이드는 시판되는 그래핀 옥사이드를 포함하여 공지의 그래핀 옥사이드가 사용될 수 있으며, 전체 조성물 중량에 대하여 0.01 내지 0.5 중량%로 첨가되는 것이 바람직하다.

- [26] 상기 그래핀 옥사이드가 0.01 중량% 미만으로 첨가될 경우, 표면에 환원된 그래핀 옥사이드 막을 고르게 형성할 수 없어 원하는 전도도를 얻을 수 없으며, 상기 함량이 0.5 중량%를 초과할 경우, 코팅성 및 투명도가 급격히 저하되어 투명 전도성 막으로서의 기능을 상실하게 된다. 상기 그래핀 옥사이드는 분말의 형태 또는 분산액의 형태로 본 발명의 조성물에 첨가 가능하며, 상기 분산액에 사용되는 용매는 물 또는 유기극성용매와 같은 극성 용매가 사용될 수 있다. 바람직하기로는 알콜류의 용매 또는 아미드류 용매가 좋으며, 특히 표면처리제와 함께 쓰일 경우 높은 전도도를 나타낸다. 이것은 상기 용매류들로 인하여 에폭사이드 그룹의 열분해 거동이 가속화되는 것으로 추정된다.

#### **2) 표면처리제**

- [28] 본 발명은 표면처리제는 그래핀 표면의 에폭사이드기만을 선택적으로 제거하는 작용을 한다. 일례로 상기 표면처리제는 아미노산, 당당류 및 항산화제로 이루어진 군에서 선택된 1종 이상의 화합물을 사용한다.

- [29] 구체적으로, 본 발명에서 사용가능한 아미노산 표면처리제로는 글리신(glycine), 글루타민(Glutamine), 글루탐산(Glutamic acid), 아스파르트산(Aspartic acid), 리신(Lysine), 히스티딘(Histidine), 아르기닌(Arginine), 세린(Serine), 트레오닌(Threonine), 아스파라긴(Asparagine), 시스테인(Cysteine), 프롤린(Proline), 알라닌(Alanine), 발린(Valine), 이소류신(Isoleucine), 류신(Leucine), 메티오닌(Methionine), 티로신(Throsine) 등으로 이루어진 군에서 선택되는 1종 이상인 것이 바람직하다.

- [30] 또한 본 발명에서 사용가능한 상기 당당류 표면처리제로는 글리코알데히드(Glycoaldehyde), 글리세르알데히드(Glyeraldehyde), 디하이드록시아세톤(Dihydroxyacetone), 트레오스(therose),

에리트로스(erythrose), 에리트루로스(erythrulose), 리보스(ribose), 아라비노스(arabinose), 자일로스(xylose), 프럭토스(fructose), 글루코스(glucose), 갈락토스(galactose) 및 만노스(mannose) 등으로 이루어진 군에서 선택되는 1종 이상인 것이 바람직하다.

- [31] 또한 본 발명에서 사용가능한 항산화 표면처리제로는 하이드록시 퀴논(Hydroxyquinone), 카테콜(Catechol), 아스코르빈산(ascorbic acid), 자일리톨(xylitol), 소비톨(Sorbitol), 아르비톨 (Arbitol) 등으로 이루어진 군에서 선택되는 1종 이상인 것이 바람직하다.
- [32] 본 발명의 투명 전도성 막 코팅 조성물에 있어서, 상기 그래핀 표면처리제는 중량기준으로 그래핀 옥사이드 첨가량의 0.5 내지 20배인 것이 바람직하고, 1 내지 10배인 것이 더욱 바람직하다.
- [33] 상기 그래핀 표면처리제가 그래핀 옥사이드 첨가량의 0.5배 미만으로 첨가될 경우, 그래핀 표면의 에폭사이드의 제거가 너무 적어 환원력을 기대할 수 없으며, 상기 그래핀 표면처리제의 첨가량이 그래핀 옥사이드 첨가량의 20배를 초과할 경우, 오히려 첨가된 열처리시 표면처리제가 석출되면서 기판에 오염물을 남길 수 있다.

[34] **3) 극성 용매**

- [35] 본 발명의 투명 전도성 막 코팅 조성물은 극성 용매를 포함한다.
- [36] 본 발명에서 사용가능한 극성 용매로는 물 또는 극성유기용매를 들 수 있으며, 물과 극성유기용매의 혼합용매가 바람직하다. 더욱 바람직하게는 상기 극성유기용매로서 알코올류, 글리콜류 및 아미드류의 극성용매가 사용될 수 있다.
- [37] 보다 구체적으로, 본 발명의 극성유기용매로는 알콜류로써 메탄올, 에탄올, 이소프로판올, 부탄올, 이소부탄올, 헥산올 등; 글리콜류로써 에틸렌글리콜, 디에틸렌글리콜, 트리에틸렌글리콜, 테트라에틸렌 글리콜, 에틸렌글리콜 모노메틸에테르, 에틸렌글리콜 모노에틸에테르, 에틸렌글리콜 모노부틸에테르, 프로필렌글리콜 모노메틸에테르, 디에틸렌글리콜 메틸에테르, 디에틸렌글리콜 에틸에테르, 디에틸렌글리콜 부틸에테르, 디프로필렌글리콜 메틸에테르, 글리세롤 등; 또는 극성용매로써 테르펜올, n-메틸피롤리돈, 감마부티로락톤, 디메틸설폭사이드, 프로필렌카보네이트, 에틸렌카보네이트, 디메틸포름아미드, 모노메틸포름아마이드, 포름아마이드 등의 1종 이상의 조합을 사용할 수 있다.
- [38] 본 발명의 투명 전도성 막 코팅 조성물에 있어서, 상기 극성 용매는 전체 조성물에 대하여 상기 기재한 1), 및 2) 성분을 제외한 잔량으로 포함되며, 더욱 바람직하게는 극성유기용매의 함량이 5 내지 50 중량%가 좋다. 상기 극성유기용매가 5 중량% 미만으로 첨가될 경우 코팅이 되지 않고 기판에 열을 가할 경우 응집되는 현상이 있으며, 상기 첨가량이 50 중량%를 초과할 경우 물에 녹아져 있는 표면처리제의 용해도에 영향을 미쳐 재석출시키는 문제가 있을 수 있다.

[39] **4) 아민계 화합물**

- [40] 본 발명의 조성물은 코팅성 확보, 및 에폭사이드 그룹의 효과적인 제거를 도와 전도도를 개선시킬 수 있는 아민계 화합물을 더욱 포함할 수 있다.
- [41] 본 발명에서 사용가능한 아민류 첨가제로는 에틸렌디아민, DCC(N,N'-Dicyclohexylcarbodiimide) 등의 디아민류 또는 디에틸아미노프로필아민, 디에틸렌 트리아민 등의 트리아민류를 사용할 수 있다.
- [42] 본 발명의 투명 전도성 막 코팅 조성물에 있어서, 상기 첨가제는 중량기준으로 그래핀 옥사이드 첨가량의 0.1 내지 10배인 것이 바람직하고, 0.5 내지 5배인 것이 더욱 바람직하다.
- [43] 상기 첨가제의 첨가량이 10배를 초과할 경우 코팅 조성물의 pH가 급격히 상승하면서 첨가된 아미노산 또는 당당류를 재석출시켜 우수한 전도도를 얻을 수 없다.
- [44] 본 발명의 투명 전도성 막 코팅 조성물을 제조하는 방법은 상기 1) 내지 3)의 성분, 선택적으로 4의 성분을 같이 혼합하고 5 내지 60분간 교반하여 제조될 수 있다. 교반시 온도는 상온 내지 60°C로 유지시키는 것이 좋으며, 60°C를 초과할 경우 그래핀 표면의 하이드록실 그룹, 또는 카르복실 그룹까지 모두 제거되어 그래핀 표면이 손상될 우려가 있다.
- [45] 본 발명은 또한 상기 코팅 조성물을 이용하여 투명 전도성 막을 제조하는 방법을 제공한다.
- [46] 본 발명에서는 상기 투명 전도성 막 코팅 조성물을 당분야의 통상의 방법에 따라 기판에 코팅하고 소성하여 투명 전도성 막을 제조할 수 있다.
- [47] 본 발명에서 사용가능한 코팅방법으로는 당분야에서 통상적으로 사용하는 코팅방법이라면 제한 없이 사용될 수 있지만, 바람직하게는 스핀 코팅 또는 슬릿 코팅방법을 사용할 수 있다.
- [48] 본 발명에서 소성방법으로는 공지의 방법이 적용될 수 있음은 물론이며, 바람직하기로는 1) 120 내지 350°C에서 1 내지 120분 동안 핫플레이트(hot plate) 또는 뜨거운 공기, 바람직하게는 질소가 순환하는 건조로에서 소성하는 방법; 또는 2) 120 내지 500°C에서 1 내지 120분 동안 코팅된 기판 표면에 에너지를 조사하는 방법을 사용할 수 있다.
- [49] 표면에 에너지를 높게 조사할 수 있는 방법으로는 파장대가 2 내지 6  $\mu\text{m}$ 인 중적외선(MIR) 램프 소성, 적외선 전파장대인 IR 램프 소성, 높은 에너지 빛을 0.0001 내지 0.01초 동안 순간적으로 가하는 동작을 여러 번 실행하는 펄스드 라이트(Pulsed light)에 의한 소성을 들 수 있다.
- [50] 본 발명에 따른 투명 전도성 막 제조방법에 따르면, 용액 상태의 조성물이 원하는 기판에 코팅된 상태에서 그래핀 옥사이드가 아미노산 그래핀 표면처리제와 고온에서 반응하여 표면의 에폭사이드 그룹만이 선택적으로 제거되면서 환원된 그래핀 옥사이드가 기판의 표면에 균일하게 1 내지 10 층

정도로 쌓이면서 전도도를 나타내게 된다. 즉, 아미노산, 당당류 및 항산화제의 아민기 및 하이드록실기는 그래핀 표면의 에폭사이드 그룹의 개환반응을 유도하며, 극성이 우수한 카르복실기에 의해서 그래핀과의 결합력이 약해진 에폭사이드가 표면에서 떨어지는 과정을 거치게 된다.

- [51] 이러한 결과로, 그래핀과 그래핀 사이의 접촉 저항이 감소되어 전체적인 저항치가 감소되는 효과를 얻을 수 있다.
- [52] 본 발명은 또한 상기 방법에 따라 제조된 투명 전도성 막을 제공한다.
- [53] 본 발명의 조성물 및 방법을 이용하여 제조된 투명 전도성 막은 우수한 투과율 및  $10^3$  내지  $10^8 \Omega/\square$ 의 우수한 전도도를 나타내므로, 각종 기판에 도포되어 전자파차폐 (EMI), 정전기방지 (ESD) 등의 용도로 응용될 수 있다.
- [54] 본 발명에 따르면, 기존의 그래핀 옥사이드 잉크의 환원을 위해 하이드라진 등의 유독한 물질을 사용하거나  $400^\circ\text{C}$  이상의 높은 온도에서의 후처리가 필요하였던 것과 달리, 본 발명은 분산성이 우수하면서도 유독하지 않은 그래핀 표면처리제가 포함된 그래핀 옥사이드 조성물을 원하는 기판에 코팅 후 기존 방법보다 낮은 온도에서 다양한 소성방법을 적용하여 기존의 하이드라진 환원보다 환원효율 및 투과도가 높고 저항이 낮은 투명 전도성 막을 얻을 수 있다.
- [55] 이하, 본 발명의 이해를 돕기 위하여 바람직한 실시예를 제시하나, 하기 실시예는 본 발명을 예시하는 것일 뿐 본 발명의 범위가 하기 실시예에 한정되는 것은 아니다.
- [56] **실시예 1**
- [57] 시판되고 있는 2차원 판상의 그래핀 옥사이드(미국 옹스트론(Angstrom) 사, N002-PS(0.5 중량% 수화물) 5.0g 을 초순수 20g 및 그래핀 표면처리제로서 글리신(5.0중량% 수화물) 3g을 첨가하여 1,000 rpm에서 30분간 교반하였다. 여기에 에탄올 16g 을 첨가하여 추가로 교반 후 코팅 조성물을 제조하였다.
- [58] 제조된 코팅 조성물에 대하여 총 100 g이 되도록 초순수로 분산성 조절 후, 유리기판 또는 플라스틱 기판에 코팅하고, 코팅된 시편을  $200^\circ\text{C}$  핫플레이트에서 10분간 건조하여 코팅막을 제조하였다.
- [59] **실시예 2**
- [60] 시판되고 있는 2차원 판상의 그래핀 옥사이드(미국 옹스트론(Angstrom) 사, N002-PS(0.5 중량% 수화물)을 증발기(Evaporator)를 이용하여 DMF(디메틸 포름아마이드)로 치환하여 물을 완전히 제거하여 0.5 중량% 용매 분산물로 제조하였다.
- [61] 이러한 용매 분산된 그래핀 옥사이드 5.0g 을 DMF(디메틸 포름아마이드) 20g 및 그래핀 표면처리제로서 아스코르빈산 0.13g을 첨가하여 1,000 rpm에서 30분간 교반하였다. 여기에 에탄올 16g 을 첨가하여 추가로 교반 후 코팅 조성물을 제조하였다.
- [62] 제조된 코팅 조성물에 대하여 총 100 g이 되도록 초순수로 분산성 조절 후,

유리기판 또는 플라스틱 기판에 코팅하고, 코팅된 시편을 200°C 핫플레이트에서 10분간 건조하여 코팅막을 제조하였다.

[63] **실시예 3**

[64] 조성물 중 초순수 16g 에탄올 20g으로 에탄올 함량을 변경한 것을 제외하고 상기 실시예1과 동일한 방법으로 코팅 조성물 및 코팅막을 제조하였다.

[65] **실시예 4**

[66] 그래핀 표면처리제로서 글루타민을 사용하는 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 코팅 조성물 및 코팅막을 제조하였다.

[67] **실시예 5**

[68] 그래핀 표면처리제로서 L-리신을 사용하는 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 코팅 조성물 및 코팅막을 제조하였다.

[69] **실시예 6**

[70] 그래핀 표면처리제로서 L-아르기닌을 사용하는 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 코팅 조성물 및 코팅막을 제조하였다.

[71] **실시예 7**

[72] 그래핀 표면처리제로서 L-세린을 사용하는 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 코팅 조성물 및 코팅막을 제조하였다.

[73] **실시예 8**

[74] 그래핀 표면처리제로서 L-알라닌을 사용하는 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 코팅 조성물 및 코팅막을 제조하였다.

[75] **실시예 9**

[76] 그래핀 표면처리제로서 L-발린을 사용하는 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 코팅 조성물 및 코팅막을 제조하였다.

[77] **실시예 10**

[78] 그래핀 표면처리제로서 L-메티오닌을 사용하는 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 코팅 조성물 및 코팅막을 제조하였다.

[79] **실시예 11**

[80] 그래핀 표면처리제로서 L-시스테인을 사용하는 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 코팅 조성물 및 코팅막을 제조하였다.

[81] **실시예 12**

[82] 그래핀 표면처리제로서 글루코스를 사용하는 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 코팅 조성물 및 코팅막을 제조하였다.

[83] **실시예 13**

[84] 그래핀 표면처리제로서 아스코르빈산을 사용하는 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 코팅 조성물 및 코팅막을 제조하였다.

[85] **실시예 14**

[86] 시판되고 있는 2차원 판상의 그래핀 옥사이드(미국 옹스트론사, N002-PS(0.5 중량% 수화물) 5.0 g을 초순수 19 g에 넣고, 초음파 분사기를 이용하여 10분간

분산시켰다. 이러한 그래핀 옥사이드 분산용매에 그래핀 표면처리제로서 글리신 0.125 g 및 첨가제로서 DCC(N,N'-Dicyclohexylcarbodiimide) 0.025 g을 첨가하여 60°C, 1000 rpm에서 30분 동안 교반하였다. 여기에 에탄올 15 g을 첨가하여 1000 rpm에서 10분간 혼합하여 코팅 조성물을 제조하였다.

- [87] 제조된 코팅 조성물에 대하여 총 100 g이 되도록 초순수로 분산성 조절 후, 유리기관 또는 플라스틱 기관에 일정한 두께가 되도록 코팅하고, 코팅된 시편을 200°C 건조로에서 10분간 건조하여 코팅막을 제조하였다.

[88] **실시예 15**

- [89] 실시예 1에서 제조된 투명 전도성 막 코팅 조성물을 유리기관 또는 플라스틱에 코팅 후 중적외선(MIR, 리트젠 사, MS 3054 H) 램프로 수분간 건조하여 코팅막을 제조하였다.

[90] **실시예 16**

- [91] 실시예 1에서 제조된 투명 전도성 막 코팅 조성물을 유리기관 또는 플라스틱에 코팅 후 펄스드 라이트(Pulsed light, 노바 센트릭스 사)로 수분간 건조하여 코팅막을 제조하였다.

[92] **비교예 1**

- [93] 시판되고 있는 2차원 판상의 그래핀 옥사이드(미국 옹스트론사, N002-PS(0.5 중량% 수화물) 5.0 g을 초순수 20 g에 넣고, 초음파 분사기를 이용하여 10분간 분산시켰다. 이러한 그래핀 옥사이드 분산용매에 에탄올 17.5 g을 첨가하여 1,000 rpm에서 10분간 혼합하여 코팅 조성물을 제조하였다.

- [94] 제조된 코팅 조성물은 코팅성이 매우 좋지 않으므로 유리기관을 황산/과수 10 대 1의 용액에 침지시켜 표면 개질을 진행 한 후 그 위에 코팅을 진행하였다.

- [95] 코팅된 시편을 200°C 건조로에서 10분간 건조하여 물과 용매를 충분히 제거 한 뒤에 약 80°C의 하이dra진 증기를 그래핀 옥사이드가 코팅된 시편 위에 10분간 충분히 닿게 하여 그래핀을 환원시키는 공정을 거쳐 코팅막을 제조하였다.

[96] **비교예 2**

- [97] 시판되고 있는 2차원 판상의 그래핀 옥사이드(미국 옹스트론사, N002-PS(0.5 중량% 수화물) 5.0 g을 초순수 1,000 g에 넣고, 초음파 분사기를 이용하여 10분간 분산시켰다. 이러한 그래핀 옥사이드 분산용매에 L-시스테인 0.125 g을 첨가하여 80°C, 1,000 rpm에서 120분간 균일하게 온도를 가하면서 교반하였다. 시간이 지나면서 L-시스테인에 의해 환원된 그래핀 입자가 형성되기 시작하고 원심분리 및 물로 세정공정을 거친 뒤 0.02 g의 그래핀 분말를 얻었다.

- [98] 이러한 그래핀 분말를 디메틸 포름아마이드 및 에탄올 혼합용매에 1 중량% 첨가하고 초음파 분산을 실시하여 최종적으로 그래핀 잉크를 얻었다.

- [99] 이러한 그래핀 잉크를 유리기관 또는 플라스틱 기관에 일정한 두께가 되도록 코팅 후, 코팅된 시편을 200°C 핫플레이트에서 10분간 건조하여 코팅막을 제조하였다.

[100] **시험예 1**

[101] 상기 실시예 1 내지 14 및 비교예 1 및 2에 따른 코팅 조성물이 코팅된 시편의 물성 및 성능 평가를 하기과 같이 수행하였으며, 그 결과를 하기 표 1에 기재하였다.

[102] 1) 면저항: 면저항 측정기를 통해 단위면적당 표면저항을 측정하였다.

[103] 2) 투과도: 400 nm 내지 800 nm 파장 영역에서 분광광도계를 이용하여 가시광 투과도를 측정하였다.

[104] 3) 접착력: ASTM D3359에 따라 테이프 접착력 평가를 실시하였다.

[105] 4) 코팅 균일성: 육안으로 관찰하여 평가하였다.

[106] 5) 보관안정성: 제조된 코팅 조성물을 상온(25°C)에서 24시간 동안 보관하면서 입자의 침강을 육안 관찰하였다.

[107] 표 1

[Table 1]

|        | 내산화성                    |        | 접착력(%) | 코팅균일성 | 분산안정성 |
|--------|-------------------------|--------|--------|-------|-------|
|        | 면저항( $\Omega/\square$ ) | 투과도(%) |        |       |       |
| 실시예 1  | 10E5.3                  | 92     | 100%   | 양호    | 양호    |
| 실시예 2  | 10E4.5                  | 91     | 100%   | 양호    | 양호    |
| 실시예 3  | 10E5.1                  | 90     | 100%   | 양호    | 양호    |
| 실시예 4  | 10E5.2                  | 91     | 100%   | 양호    | 양호    |
| 실시예 5  | 10E5.3                  | 91     | 100%   | 양호    | 양호    |
| 실시예 6  | 10E5.4                  | 92     | 100%   | 양호    | 양호    |
| 실시예 7  | 10E5.5                  | 90     | 100%   | 양호    | 양호    |
| 실시예 8  | 10E5.2                  | 91     | 100%   | 양호    | 양호    |
| 실시예 9  | 10E5.3                  | 92     | 100%   | 양호    | 양호    |
| 실시예 10 | 10E5.5                  | 92     | 100%   | 양호    | 양호    |
| 실시예 11 | 10E5.4                  | 91     | 100%   | 양호    | 양호    |
| 실시예 12 | 10E6.2                  | 92     | 100%   | 양호    | 양호    |
| 실시예 13 | 10E4.8                  | 88     | 100%   | 양호    | 양호    |
| 실시예 14 | 10E5.3                  | 92     | 100%   | 양호    | 양호    |
| 실시예 15 | 10E5.2                  | 91     | 100%   | 양호    | 양호    |
| 실시예 16 | 10E4.5                  | 90     | 100%   | 양호    | 양호    |
| 비교예 1  | 10E8.5                  | 98     | 90%    | 불균일   | 양호    |
| 비교예 2  | 10E11.2                 | 90     | 100%   | 불균일   | 침전    |

[108]

[109] 상기 표 1에 나타난 바와 같이, 본 발명에 따른 조성물을 이용하여 제조된 막은 면저항, 투과도, 접착력, 코팅균일성 및 분산 안정성 등 모든 면에서 비교예 1 및 2에 비하여 우수함을 확인할 수 있었다.

[110] 또한, 초순수 대신 용매를 이용한 코팅액의 경우도 마찬가지로 전도도 및 코팅성에서 양호한 결과를 보이고 있어, 용매의 활용이 가능함을 확인하였다. 또한 실시예 3에서는 알콜의 함량을 높인 경우 실시예 1과 비교하여 좀 더 양호한 전도도를 얻을 수 있음을 확인하였다.

[111] 그러나, 동일한 농도의 그래핀 옥사이드를 하이dra진 증기로 환원하는 비교예 1의 경우에는 전도도가  $10E8.5$ 로 전자파 차폐 및 정전기방지용 투명 전도성 막으로 적용하기에는 무리가 있었으며, 아미노산으로 미리 표면처리를 실시한 그래핀 입자를 재분산하여 잉크를 제조하는 복잡한 공정을 거친 비교예 2의 조성물의 경우 분산안정성 및 코팅성 및 면저항 등이 좋지 않음을 확인하였다.

## [112] 시험예 2

[113] 상기 실시예 1 및 비교예 1에 따라 제조된 코팅막의 표면을 X선 광전자 분광법으로 분석하였으며, 그 결과를 도 1에 나타내었다.

[114] 도 1에 나타난 바와 같이, 통상의 그래핀 옥사이드는 285.0 eV에서 289.0 eV 까지 피크가 넓게 나타나는 반면, 본 발명에 따라 제조된 코팅막에서는 284.5 eV에서 강한 C-C 결합 피크가 나타나고, 285.7 eV 및 288.2 eV에서 각각 약한 하이드록실 그룹 피크 및 약한 카르복실 그룹 피크가 나타난 반면, 에폭사이드 그룹을 나타내는 289.1 eV 부근의 피크는 전혀 나타나지 않아 대부분의 에폭사이드 그룹이 제거된 것을 확인하였다.

[115] 이러한 결과로 볼 때, 본 발명에 따른 그래핀 옥사이드 표면처리제는 에폭사이드 그룹만을 효과적으로 제거함으로써 전도성막 형성에 결정적인 역할을 함을 알 수 있다.

## 산업상 이용가능성

[116] 기존의 그래핀 옥사이드 코팅 조성물의 환원을 위해 하이dra진 등의 유독한 물질을 사용하거나 400°C 이상의 높은 온도에서의 후처리가 필요하였던 것과 달리, 본 발명은 분산성이 우수하면서도 유독하지 않은 그래핀 표면의 에폭사이드기만을 처리하는 표면처리제를 사용하여 그래핀 옥사이드 표면의 에폭사이드 그룹을 그래핀 표면에서 제거하고, 선택적으로 아민류 첨가제를 사용함으로써, 그래핀 옥사이드 조성물을 원하는 기판에 코팅 후 기존 방법보다 낮은 온도에서 다양한 소성방법을 적용하여 환원시킬 수 있다.

[117] 따라서, 본 발명에 따르면, 기존의 하이dra진 증기를 이용한 방법보다 안전하고 그래핀 자체의 표면 손상을 줄임으로써, 투과도가 높고 저항이 낮은 투명 전도성 막을 얻을 수 있으므로, 전자파 차폐 또는 정전기 방지 등에 광범위하게 사용될 수 있다.

- [118] 또한, 그래핀 옥사이드 잉크를 먼저 코팅한 뒤에 하이dra진 또는 강산의 증기를 가하는 복잡한 공정 대신 그래핀 표면에서 에폭사이드기를 선택적으로 제거하여 한번의 공정으로 쉽게 전도성막을 얻을 수 있는 장점이 있다.

## 청구범위

- [청구항 1] 1) 그래핀 옥사이드;  
2) 그래핀 표면의 에폭사이드기 만을 선택적으로 제거하는 표면처리제; 및  
3) 극성 용매  
를 포함하는 것을 특징으로 하는 투명 전도성 막 코팅 조성물.
- [청구항 2] 제1항에 있어서,  
1) 그래핀 옥사이드 0.01 내지 0.5 중량%;  
2) 중량기준으로 상기 그래핀 옥사이드 첨가량의 0.5 내지 20배의 그래핀 표면처리제; 및  
3) 잔량의 용매  
를 포함하는 것을 특징으로 하는 투명 전도성 막 코팅 조성물.
- [청구항 3] 제1항에 있어서,  
상기 2)의 표면처리제는 아미노산, 당당류 및 항산화제로 이루어진 군에서 선택된 1종 이상의 화합물인 것을 특징으로 하는 투명 전도성 막 코팅 조성물.
- [청구항 4] 제3항에 있어서,  
상기 그래핀 표면처리제로서의 아미노산이 글리신(glycine), 글루타민(Glutamine), 글루타민산(Glutamic acid), 아스파르트산(Aspartic acid), 리신(Lysine), 히스티딘(Histidine), 아르기닌(Arginine), 세린(Serine), 트레오닌(Threonine), 아스파라긴(Asparagine), 시스테인(Cysteine), 프롤린(Proline), 알라닌(Alanine), 발린(Valine), 이소류신(Isoleucine), 류신(Leucine), 메티오닌(Methionine) 및 티로신(Throsine)으로 이루어진 군에서 선택되는 1종 이상의 것임을 특징으로 하는 투명 전도성 막 코팅 조성물.
- [청구항 5] 제3항에 있어서,  
상기 그래핀 표면처리제로서의 당당류가 글리코알데히드(Glycoaldehyde), 글리세르알데히드(Glyeraldehyde), 디하이드록시아세톤(Dihydroxyacetone), 트레오스(therose), 에리트로스(erythrose), 에리트루로스(erythrulose), 리보스(ribose), 아라비노스(arabinose), 자일로스(xylose), 프럭토스(fructose), 글루코스(glucose), 갈락토스(galactose), 만노스(mannose) 및 하이드록시 퀴논(Hydroxyquinone)으로 이루어진 군에서 선택되는 1종 이상의 것임을 특징으로 하는 투명 전도성 막 코팅 조성물.
- [청구항 6] 제3항에 있어서,  
상기 그래핀 표면처리제로서의 항산화제가 하이드록시

퀴논(Hydroxyquinone), 카테콜(Catechol), 아스코르빈산(ascorbic acid), 자일리톨(xylitol), 소비톨(Sorbitol) 및 아르비톨 (Arbitol)로 이루어진 군에서 선택되는 1종 이상의 것임을 특징으로 하는 투명 전도성 막 코팅 조성물.

[청구항 7]

제1항에 있어서,  
아민류 화합물을 더욱 포함하는 특징으로 하는 투명 전도성 막 코팅 조성물.

[청구항 8]

제1항에 있어서,  
상기 아민류 첨가제가 디아민류 또는 트리아민류인 것을 특징으로 하는 투명 전도성 막 코팅 조성물.

[청구항 9]

제1항에 있어서,  
상기 극성 용매가 물 및 극성유기용매의 혼합물로 이루어진 것을 특징으로 하는 투명 전도성 막 코팅 조성물.

[청구항 10]

제9항에 있어서,  
상기 극성유기용매가 전체 조성물의 5 내지 50 중량%인 것을 특징으로 하는 투명 전도성 막 코팅 조성물.

[청구항 11]

제1항의 투명 전도성 막 코팅 조성물을 기판에 코팅하고 소성하는 것을 특징으로 하는 투명 전도성 막의 제조방법.

[청구항 12]

제10항에 있어서,  
상기 소성이 하기 방법에 따라 수행되는 것을 특징으로 하는 투명 전도성 막의 제조방법:

- 1) 120 내지 350°C에서 1 내지 120분 동안 핫플레이트(hot plate) 또는 건조로에서 소성하는 방법; 또는
- 2) 120 내지 500°C에서 1 내지 120분 동안 코팅된 기판 표면에 에너지를 전달하는 방법.

[청구항 13]

제11항에 있어서,  
상기 표면에 에너지를 전달하는 방법이 중적외선(MIR) 램프 소성, 적외선(IR) 램프 소성 또는 펄스드 라이트(Pulsed light) 소성인 것을 특징으로 하는 투명 전도성 막의 제조방법.

[청구항 14]

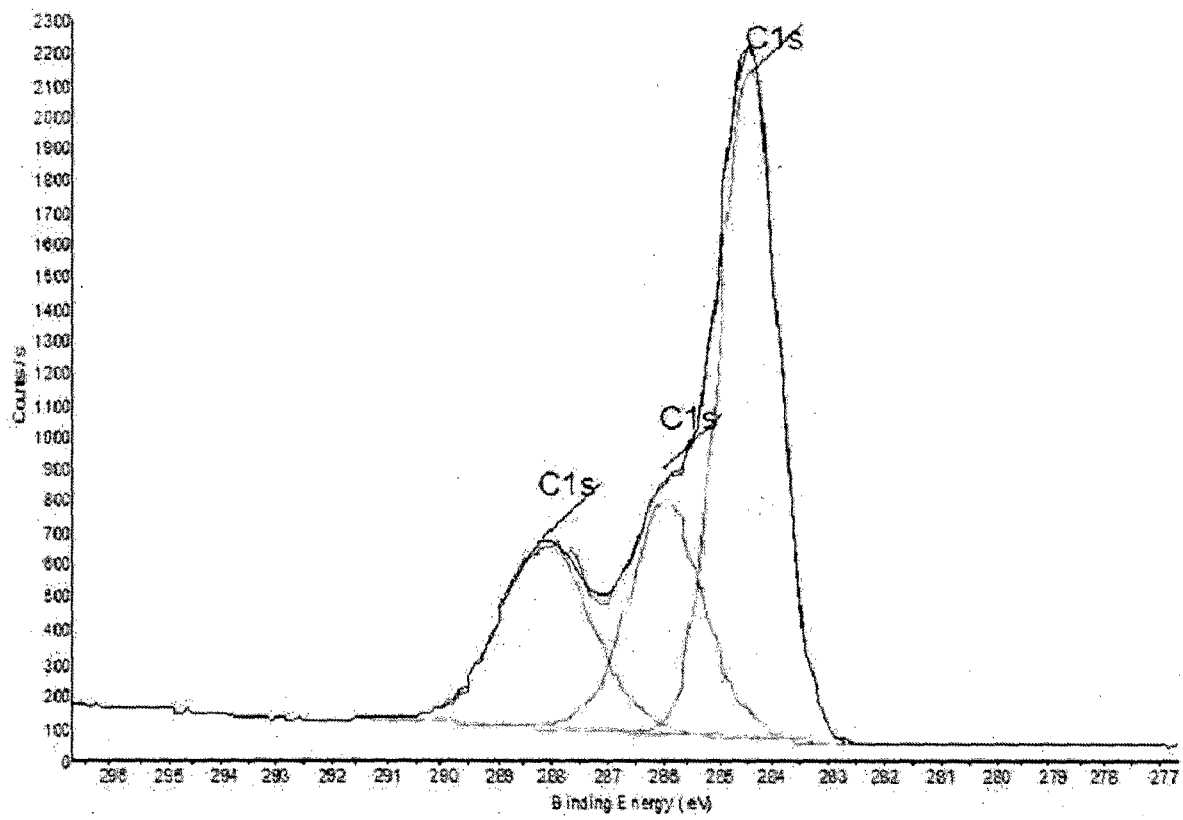
제1항의 조성물을 제11항의 방법에 따라 코팅 및 소성하여 제조되는 것을 특징으로 하는 투명 전도성 막.

[청구항 15]

제12항에 있어서,  
10<sup>3</sup> 내지 10<sup>8</sup> Ω/□의 전도도를 갖는 것을 특징으로 하는 투명 전도성 막.

1/1

[Fig. 1]



## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

**PCT/KR2013/007312****A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER*****C09D 5/24(2006.01)i, C09D 7/12(2006.01)i, H01B 1/24(2006.01)i***

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

**B. FIELDS SEARCHED**

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C09D 5/24; B05D 5/00; C01B 7/13; C01B 31/02; C07C 309/14; C09D 7/12; H01B 1/24

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Korean Utility models and applications for Utility models: IPC as above

Japanese Utility models and applications for Utility models: IPC as above

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

eKOMPASS (KIPO internal) &amp; Keywords: transparent conductive film coating, reducing agent, amino acid, monosaccharides, antioxidant, transparent conductive film, so

**C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT**

| Category* | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages                                                                                                                                                               | Relevant to claim No. |
|-----------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------|
| X         | BOSE, S. et al. "Dual role of glycine as a chemical functionalizer and a reducing agent in the preparation of graphene: an environmentally friendly method." Journal of Materials Chemistry, 2012 (Epub 10 April 2012), vol. 22, pages 9696-9703 | 1-4,7-15              |
| Y         | See abstract and pages 9696-9698.                                                                                                                                                                                                                | 5,6                   |
| Y         | ZHU, C. et al. "Reducing sugar: New Functional Molecules for the Green Synthesis of Graphene Nanosheets." ACS NANO, 2010 (Epub 01 April 2010), vol. 4, no. 4, pages 2429-2437                                                                    | 5                     |
|           | See abstract and page 2432.                                                                                                                                                                                                                      |                       |
| Y         | ZHANG, J. et al. "Reduction of graphene oxide via L-ascorbic acid." Chemical Communications, 2010 (Epub 24 December 2009), vol. 46, no. 7, pages 1112-1114                                                                                       | 6                     |
| A         | KR 10-2011-0110067 A (RESEARCH & BUSINESS FOUNDATION SUNGKYUNKWAN UNIVERSITY) 06 October 2011                                                                                                                                                    | 1-15                  |
|           | See abstract and claim 1.                                                                                                                                                                                                                        |                       |
| A         | US 2011-0052813 A1 (HO, P. et al.) 03 March 2011                                                                                                                                                                                                 | 1-15                  |
|           | See abstract and claims 1, 12, 14 and 15.                                                                                                                                                                                                        |                       |



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

\* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&amp;" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

27 NOVEMBER 2013 (27.11.2013)

Date of mailing of the international search report

**28 NOVEMBER 2013 (28.11.2013)**

Name and mailing address of the ISA/KR

Korean Intellectual Property Office  
Government Complex-Daejeon, 189 Seonsa-ro, Daejeon 302-701,  
Republic of Korea

Facsimile No. 82-42-472-7140

Authorized officer

Telephone No.

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**  
Information on patent family members

International application No.

**PCT/KR2013/007312**

| Patent document<br>cited in search report | Publication<br>date | Patent family<br>member                                   | Publication<br>date                    |
|-------------------------------------------|---------------------|-----------------------------------------------------------|----------------------------------------|
| KR 10-2011-0110067 A                      | 06/10/2011          | KR 10-1048490 B1<br>KR 10-1096082 B1<br>W0 2011-122743 A1 | 11/07/2011<br>19/12/2011<br>06/10/2011 |
| US 2011-0052813 A1                        | 03/03/2011          | KR 10-2010-0117570 A<br>W0 2009-085015 A1                 | 03/11/2010<br>09/07/2009               |

**A. 발명이 속하는 기술분류(국제특허분류(IPC))**

C09D 5/24(2006.01)i, C09D 7/12(2006.01)i, H01B 1/24(2006.01)i

**B. 조사된 분야**

조사된 최소문헌(국제특허분류 기제)

C09D 5/24; B05D 5/00; C01B 7/13; C01B 31/02; C07C 309/14; C09D 7/12; H01B 1/24

조사된 기술분야에 속하는 최소문헌 이외의 문헌

한국등록실용신안공보 및 한국공개실용신안공보: 조사된 최소문헌란에 기재된 IPC

일본등록실용신안공보 및 일본공개실용신안공보: 조사된 최소문헌란에 기재된 IPC

국제조사에 이용된 전산 데이터베이스(데이터베이스의 명칭 및 검색어(해당하는 경우))

eKOMPASS(특허청 내부 검색시스템) & 키워드:투명 전도성 막 코팅, 환원제, 아미노산, 단당류, 향산화제, 투명 전도성 막, 소

**C. 관련 문헌**

| 카테고리* | 인용문헌명 및 관련 구절(해당하는 경우)의 기재                                                                                                                                                                                                         | 관련 청구항    |
|-------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| X     | BOSE, S. 외 `Dual role of glycine as a chemical functionalizer and a reducing agent in the preparation of graphene: an environmentally friendly method.` Journal of Materials Chemistry, 2012 (Epub 2012.04.10), 22권, 9696-9703 페이지 | 1-4, 7-15 |
| Y     | 요약 및 페이지 9696-9698 참조.                                                                                                                                                                                                             | 5, 6      |
| Y     | ZHU, C. 외 `Reducing Sugar: New Functional Molecules for the Green Synthesis of Graphene Nanosheets.` ACS NANO, 2010 (Epub 2010.04.01), 4권, 4호, 2429-2437 페이지                                                                       | 5         |
|       | 요약 및 페이지 2432 참조.                                                                                                                                                                                                                  |           |
| Y     | ZHANG, J. 외 `Reduction of graphene oxide via L-ascorbic acid.` Chemical Communications, 2010 (Epub 2009.12.24), 46권, 7호, 1112-1114 페이지                                                                                             | 6         |
| A     | KR 10-2011-0110067 A (성균관대학교산학협력단) 2011.10.06                                                                                                                                                                                      | 1-15      |
|       | 요약 및 청구항 1 참조.                                                                                                                                                                                                                     |           |
| A     | US 2011-0052813 A1 (HO, P. 외) 2011.03.03                                                                                                                                                                                           | 1-15      |
|       | 요약 및 청구항 1, 12, 14, 15 참조.                                                                                                                                                                                                         |           |

☐ 추가 문헌이 C(계속)에 기재되어 있습니다.

☒ 대응특허에 관한 별지를 참조하십시오.

\* 인용된 문헌의 특별 카테고리:

“A” 특별히 관련이 없는 것으로 보이는 일반적인 기술수준을 정의한 문헌

“T” 국제출원일 또는 우선일 후에 공개된 문헌으로, 출원과 상충하지 않으며 발명의 기초가 되는 원리나 이론을 이해하기 위해 인용된 문헌

“E” 국제출원일보다 빠른 출원일 또는 우선일을 가지나 국제출원일 이후에 공개된 선출원 또는 특허 문헌

“X” 특별한 관련이 있는 문헌. 해당 문헌 하나만으로 청구된 발명의 신규성 또는 진보성이 없는 것으로 본다.

“L” 우선권 주장에 의문을 제기하는 문헌 또는 다른 인용문헌의 공개일 또는 다른 특별한 이유(이유를 명시)를 밝히기 위하여 인용된 문헌

“Y” 특별한 관련이 있는 문헌. 해당 문헌이 하나 이상의 다른 문헌과 조합하는 경우로 그 조합이 당업자에게 자명한 경우 청구된 발명은 진보성이 없는 것으로 본다.

“O” 구두 개시, 사용, 전시 또는 기타 수단을 언급하고 있는 문헌

“&” 동일한 대응특허문헌에 속하는 문헌

“P” 우선일 이후에 공개되었으나 국제출원일 이전에 공개된 문헌

국제조사의 실제 완료일

2013년 11월 27일 (27.11.2013)

국제조사보고서 발송일

2013년 11월 28일 (28.11.2013)

ISA/KR의 명칭 및 우편주소

 대한민국 특허청  
(302-701) 대전광역시 서구 청사로 189,  
4동 (둔산동, 정부대전청사)

팩스 번호 +82-42-472-7140

심사관

홍성관

전화번호 +82-42-481-5405



| 국제조사보고서에서<br>인용된 특허문헌 | 공개일        | 대응특허문헌               | 공개일        |
|-----------------------|------------|----------------------|------------|
| KR 10-2011-0110067 A  | 2011/10/06 | KR 10-1048490 B1     | 2011/07/11 |
|                       |            | KR 10-1096082 B1     | 2011/12/19 |
|                       |            | WO 2011-122743 A1    | 2011/10/06 |
| US 2011-0052813 A1    | 2011/03/03 | KR 10-2010-0117570 A | 2010/11/03 |
|                       |            | WO 2009-085015 A1    | 2009/07/09 |