



(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2016년03월08일

(11) 등록번호 10-1601569

(24) 등록일자 2016년03월02일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

H01M 4/64 (2006.01) H01M 4/13 (2010.01)

(21) 출원번호 10-2014-7003747(분할)

(22) 출원일자(국제) 2009년08월18일

심사청구일자 2014년07월29일

(85) 번역문제출일자 2014년02월13일

(65) 공개번호 10-2014-0024480

(43) 공개일자 2014년02월28일

(62) 원출원 특허 10-2011-7006537

원출원일자(국제) 2009년08월18일

(86) 국제출원번호 PCT/US2009/054117

(87) 국제공개번호 WO 2010/025052

국제공개일자 2010년03월04일

(30) 우선권주장

12/200,044 2008년08월28일 미국(US)

(56) 선행기술조사문헌

EP1662592 A

JP평성11250900 A

DE000010328572 A

US6511701 A

(73) 특허권자

쓰리엠 이노베이티브 프로퍼티즈 컴파니

미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 피.오.박
스 33427 쓰리엠 센터

(72) 발명자

디비갈피티야 란지스

캐나다 엔5브이 3알6 온타리오주 런던 옥스포드
스트리트 이스트 1840

버켓 메리 아이

미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오
피스 박스 33427 쓰리엠 센터

(74) 대리인

양영준, 김영

전체 청구항 수 : 총 3 항

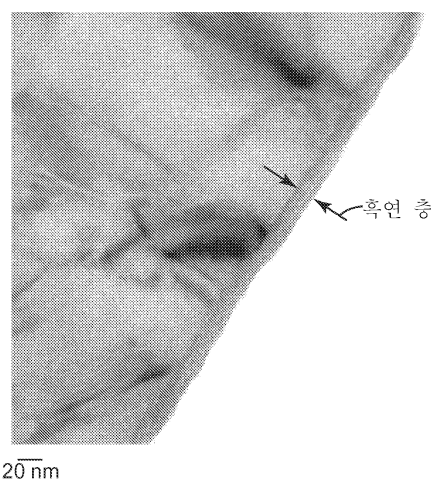
심사관 : 조수익

(54) 발명의 명칭 나노규모 코팅을 갖는 집전체를 포함하는 전극 및 그의 제조 방법

(57) 요약

리튬 중합체 전기화학 전지에서 유용한 전극에 관련된 집전체 및 방법이 제공된다. 제공된 집전체는 금속 기재, 사실상 균일한 나노규모 카본 코팅 및 전극 활성 물질을 포함한다. 코팅의 최대 두께는 약 200 nm 미만이다.

대표도 - 도2



명세서

청구범위

청구항 1

금속 기재,
최대 두께가 200 nm 미만인, 흑연을 포함하는 균일한 나노규모 코팅, 및
전극 활성 물질을 포함하는 집전체를 포함하는, 전기화학 전지용 전극.

청구항 2

제1항에 있어서, 코팅은 최대 두께가 50 nm 미만인 전극.

청구항 3

제1항에 있어서, 결합제가 없는 전극.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 리튬 중합체 전기화학 전지에서 유용한 전극에 관련된 집전체가 제공된다.

배경 기술

[0002] 이차 전기화학 전지, 예를 들어 리튬 중합체 또는 리튬-이온 전기화학 전지는 집전체를 포함하는 전극으로 제작된다. 그러한 전기화학 전지를 위한 전형적인 전극에서, 전기활성 재료는 집전체에 부착되어 집전체와 전기 접촉 상태로 있다. 전형적으로, 집전체는 전기 전도성 금속 스트립이다. 금속 스트립은, 집전체와의 전기 접촉을 향상시키고 부식 방지성을 그에 제공하는 전도성 코팅을 포함할 수 있다.

발명의 내용

과제의 해결 수단

[0003] 값이 싸고 비에너지밀도(specific energy density)가 증가된 전기화학 전지의 제조를 가능하게 할 수 있으며 용매를 최소로 사용하여 제조될 수 있는, 집전체를 포함하는 값이싼 전극이 필요하다. 이들 전극 및 그 내부에 사용되는 집전체의 제조 방법이 또한 필요하다.

[0004] 일 태양에서, 금속 기재, 사실상 균일한 나노규모 카본 코팅, 및 전극 활성 물질을 포함하는 집전체를 포함하는 리튬 중합체 전기화학 전지를 위한 전극이 제공되며, 여기서 코팅은 최대 두께가 약 200 nm 미만이다.

[0005] 다른 태양에서, 금속 기재를 제공하는 단계 및 기재를 입자를 포함하는 건조 조성물로 코팅하는 단계를 포함하는 집전체의 제조 방법이 제공되며, 여기서 기재를 코팅하는 단계는 어플리케이터 패드(applicator pad)를 사용하여 표면에 대하여 수직인 0 g/cm² 초과 및 약 30 g/cm² 미만의 압력으로 상기 기재 상에 유효량의 상기 입자를 버핑(buffing)시키는 것을 포함하고, 상기 어플리케이터 패드는 상기 입자의 사실상 균일한 코팅이 제공되도록 표면 상의 소정 지점에 대하여 복수의 방향으로 상기 표면에 평행한 평면에서 이동하며, 상기 입자는 모스 경도(Mohs' hardness)가 0.4 내지 3.0이고 최대 치수가 약 100 마이크로미터 미만이다.

[0006] 몇몇 실시 형태에서, 제공된 전극 및 집전체를 포함하는 리튬 중합체 전기화학 전지가 제공된다. 몇몇 실시 형태에서, 집전체는 알루미늄을 포함하며, 균일한 코팅은 흑연을 포함한다. 다른 실시 형태에서, 집전체는 버핑 보조제(buffing aid)를 포함할 수 있다. 다른 실시 형태에서, 집전체는 예를 들어 폴리비닐리덴 플루오라이드와 같은 결합제를 포함하는 코팅을 포함할 수 있다.

- [0007] 본 출원에서,
- [0008] "활성 물질"은 리튬과 전기화학적으로 반응할 수 있는 물질을 말하며,
- [0009] "집전체"는 불활성 전도성 물질로 코팅될 수 있는 금속 기재를 말하며,
- [0010] "나노규모"는 최대 치수 면에서 약 500 nm 미만의 특징부를 말한다.
- [0011] 하나 이상의 실시 형태의 상세 사항을 하기에 수반되는 상세한 설명에 나타났다. 다른 특징, 목적 및 이점이 상세한 설명 및 특허청구범위로부터 명백할 것이다.

도면의 간단한 설명

- [0012] <도 1a 및 도 1b>
- 도 1a 및 도 1b는 제공된 전극의 단면의 주사 전자 현미경 사진(scanning electron micrograph; SEM).
- <도 2>
- 도 2는 열처리 후 제공된 전극의 단면의 투과 전자 현미경 사진(transmission electron micrograph; TEM).

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0013] 하기의 설명에서, 다른 실시 형태들이 고려되며 본 발명의 사상 또는 범주로부터 벗어남이 없이 이루어질 수 있음을 이해해야 한다. 따라서, 하기 상세한 설명은 제한하는 의미로 취해져서는 안된다.
- [0014] 달리 표시되지 않는 한, 본 명세서 및 특허청구범위에서 사용되는 특징부의 크기, 양 및 물리적 특성을 표현하는 모든 수는 모든 경우 용어 "약"에 의해 수식되는 것으로 이해되어야 한다. 따라서, 반대로 표시되지 않는 한, 전술한 명세서 및 첨부된 특허청구범위에 개시되는 수치 파라미터는 본 명세서에 개시된 교시 내용을 이용하여 당업자가 얻고자 하는 원하는 특성에 따라 달라질 수 있는 근사치이다. 종점(endpoint)이 있는 수치 범위의 사용은 그 범위 내에 포함되는 모든 수를 포함하고 (예를 들어, 1 내지 5는 1, 1.5, 2, 2.75, 3, 3.80, 4 및 5를 포함함), 그 범위 내의 임의의 범위를 포함한다.
- [0015] 리튬 중합체 배터리로 더 일반적으로 공지된 리튬 중합체 전기화학 전지는 리튬염 전해질이 리튬 이온 전기화학 전지로서 유기 용매 중에 유지되는 것이 아닌 재충전가능한 배터리이다. 오히려, 상기 전해질은 폴리에틸렌 옥사이드 또는 폴리아크릴로니트릴과 같은 고형 중합체 복합체 형태로 있다.
- [0016] 리튬 중합체 전기화학 전지를 위한 제공된 전극은 집전체를 포함한다. 집전체는 전자 응용에서 유용한 것으로 당업자에 의해 공지된 임의의 고도 전도성 금속을 포함할 수 있는 금속 기재를 포함한다. 예시적인 금속은 알루미늄, 구리, 마그네슘, 니켈, 주석 및 그 합금을 포함한다.
- [0017] 제공된 전극은 최대 평균 두께가 약 500 nm 미만, 약 200 nm 미만, 약 100 nm 미만, 또는 심지어 약 50 nm 미만인 사실상 균일한 나노규모 카본 코팅을 또한 포함한다. 제공된 전극에 있어서, "균일한"은 원하는 치수의 기재의 평면 위에 상대적으로 일정한 두께의 코팅을 가짐을 의미한다. 코팅의 균일성은 예를 들어 광학 분광계를 사용한 광학적 평가에 의해 평가될 수 있다. 균일성의 평가를 위하여, 반사율 판독치를 6개의 지점에서 취하고 비교하여 분산도를 결정한다. 전형적으로 분산도는 10% 이하, 5% 이하 또는 심지어 3% 이하이다. 평가할 과정은 코팅의 물리적 특성 및 기재의 물리적 특성에 따라 달라지며, 코팅의 균일성을 정확하게 평가하도록 적절하게 선택된다. 예를 들어, 보통의 광 조건 하에서 눈에 보이는 코팅은 가시광 파장 스펙트럼의 일반적으로 용인되는 중점인 550 nm와 같은 가시 범위 내의 광 파장을 사용하여 평가된다.
- [0018] 카본 코팅은 건조 조성물 (사실상 용매가 전혀 존재하지 않음)로서 적용될 수 있다. 카본 코팅을 건조 조성물로서 적용하는 예시적인 방법은 예를 들어 미국 특허 제6,511,701호 (디비갈피티야(Divigalpitiya) 등)에서 찾아볼 수 있다. 이후에 더 상세하게 설명되는 이 방법은 매우 얇은 나노규모의 카본 코팅을 금속 기재 상에 제공할 수 있다.
- [0019] 상기 건조 조성물은 카본 및 추가의 성분들을 포함할 수 있다. 카본은 임의의 형태 또는 유형의 카본일 수 있다. 제공된 전극에서 유용한 예시적인 카본은 전도성 카본, 예를 들어 흑연, 카본 블랙(carbon black), 램프 블랙(lamp black) 또는 당업자에게 공지된 기타 전도성 카본 물질을 포함한다. 전형적으로, 박리가능한 카본 입자(즉, 전단력의 인가시에 박편, 스케일(scale), 시트, 또는 층으로 분할되는 것)가 사용된다. 유용한 박리가능 카본 입자의 일례로는 스위스 보디오 소재의 팀칼 그래파이트 앤드 카본(Timcal Graphite and Carbon)으로

부터 입수가 가능한 HSAG300이 있다. 기타 유용한 물질은 슈퍼(SUPER) P 및 엔사코(ENSACO) (팁칼)를 포함하지만, 이에 한정되지 않는다.

[0020] 당해 건조 조성물은 결합제를 또한 포함할 수 있다. 결합제는 상기 조성물의 기재에의 부착을 개선시키는 기능을 할 수 있다. 리튬 배터리를 위한 전극의 제조 분야의 숙련자에게 공지된 임의의 결합제가 사용될 수 있다. 제공된 전극에서 유용할 수 있는 전형적인 결합제는 폴리비닐리덴 플루오라이드, 폴리이미드, 폴리(아크릴산), 폴리(스티렌설포네이트), 폴리카르복실산 및 이들의 리튬 염을 포함한다. 유용할 수 있는 예시적인 결합제로는 캐나다 오크빌 소재의 아케마(Arkema)로부터 입수가 가능한 키나르(KYNAR) 741(폴리비닐리덴 플루오라이드)이 있다.

[0021] 놀랍게도 그리고 유리하게도, 사실상 결합제가 없는 집전체를 포함하는 제공된 전극이 제조될 수 있다. 소정 물질이 입자를 기재에 부착시키는 수단일 경우 이것은 결합체로서 작용할 수 있다. 따라서, 25℃의 온도 및 40%의 상대 습도에서 3일 동안 보관된 20 g의 코팅된 조성물이 응집되지 않을 (즉, 바이알 중의 분말이 자유 유동하지 않을) 경우, 이 조성물에는 사실상 결합제가 없는 것으로 간주된다.

[0022] 또한, 상기 물질들의 혼합물은 원하는 특징의 코팅을 형성하도록 버핑될 수 있다. 혼합물 중의 구성성분들의 비율을 변경함으로써 표면 특성의 매우 극적인 변화가 얻어질 수 있다. 예를 들어, 흑연과 폴리비닐리덴 다이플루오라이드의 혼합물을 이용하면 표면 저항은 상기 물질들의 비를 변경함으로써 10^3 옴/스퀘어(ohm/square)로부터 10^{11} 옴/스퀘어까지 변경될 수 있다. 상기 예가 보여주듯이, 상기 혼합물을 이용하여 단지 그 조성을 용이하게 변경함으로써 전기 절연성, 정전 분산성 또는 전기 전도성 코팅을 제조할 수 있다.

[0023] 전형적으로, 코팅의 기재에의 부착은 버핑 작업 후 코팅의 부착성이 향상되도록 소정 온도로 기재를 가열함으로써 도움을 받는다. 예를 들어, 코팅이 폴리비닐리덴 플루오라이드(PVDF) 결합제를 포함하는 경우, 기재는 5분 이상의 기간 동안 175℃ 이상의 온도로 가열될 수 있다. 본 발명의 코팅된 기재는 놀랄만큼 균일한 외관을 나타낼 수 있으며, 놀랍게도 본 명세서에 기재된 바와 같이 저 에너지 공정에 의해 적용된 코팅은 기재에 대하여 고도의 부착성을 갖는다. 바람직하게는 코팅의 기재에의 부착은, 열처리 또는 에이징 후 ASTM D-3359에 따라 2.04 kg (4.5 lb, 20 N)의 롤러 압력을 이용하여 코팅 기재의 표면에 적용되어 늘려진 스코치(3M Scotch) 브랜드의 프리미엄 등급 투명 셀로테이프(cello tape) 610의 조각이 육안의 시각적 검사에 의해 평가되는 바와 같이 코팅 재료를 제거하지 않는 것과 같을 것이다.

[0024] 제공된 집전체는 전도성일 수 있다. 전도도는 전형적으로 시트 저항으로서 표현된다. 시트 저항이 더 낮을수록 전도도는 더 높아진다. 제공된 집전체는 시트 저항이 약 300 옴/스퀘어 미만, 약 200 옴/스퀘어 미만, 약 100 옴/스퀘어 미만, 또는 심지어 약 50 옴/스퀘어 미만일 수 있다. 제공된 집전체는 리튬 중합체 전기화학 전지에서 유용한 전극의 제조에 사용될 수 있다. 전형적으로, 집전체는 캐소드의 제조에 유용하다. 캐소드에 있어서, 유용한 활성 물질은 LiFePO_4 , VO_2 및 그 조합을 포함한다. 제공된 집전체는 리튬 중합체 전기화학 전지에서 유용한 애노드 또는 기타 캐소드의 제조에 또한 사용될 수 있음이 고려된다. 특히 유용한 집전체는 금속 기재 및 균일한 나노규모의 카본 코팅을 포함하며, 카본 코팅은 본질적으로 흑연으로 이루어진다.

[0025] 다른 태양에서, 집전체의 제조 방법이 제공된다. 본 방법은 금속 기재를 제공하는 단계를 포함한다. 금속 기재는 전자 응용에서 유용한 것으로 당업자에 의해 공지된 임의의 고도 전도성 금속을 포함할 수 있다. 예시적인 금속은 알루미늄, 구리; 마그네슘, 니켈 및 주석을 포함한다.

[0026] 제공된 방법은 기재를 입자를 포함하는 건조 조성물로 코팅하는 단계를 또한 포함하며, 여기서 기재를 코팅하는 것은 어플리케이터 패드를 사용하여 표면에 대하여 수직인 0 g/cm^2 초과 및 약 30 g/cm^2 미만의 압력으로 상기 기재 상에 유효량의 상기 입자를 버핑시키는 것을 포함하고, 상기 어플리케이터 패드는 상기 입자의 사실상 균일한 코팅이 제공되도록 표면 상의 소정 지점에 대하여 복수의 방향으로 상기 표면에 평행한 평면에서 이동하며, 상기 입자는 모스 경도가 0.4 내지 3.0이고 최대 치수가 약 100 마이크로미터 미만이다. 제공된 방법에 있어서, "건조"는 액체가 사실상 없음을 의미한다. 따라서, 제공된 방법에서 조성물은 액체 또는 페이스트 형태라기보다는 오히려 고형물 형태로 제공된다. 놀랍게도, 액체 또는 페이스트 형식으로 제공되지 않은 건조 입자의 사용은 이 균일성을 얻는 데 필수적이며 그 이유는 비-균일성이 액체 또는 페이스트 조성물의 액체 담체의 증발에 의해 도입되기 때문임이 밝혀졌다.

[0027] 모스 경도는 물질의 경도를 나타내는 척도이다. 본 발명의 입자의 경도는 벌크 형태의 물질의 모스 경도계(Mohs' scale) 경도로서 확립된다. 모스 경도 값은 문헌[CRC Handbook of Chemistry and Physics] 및 문헌

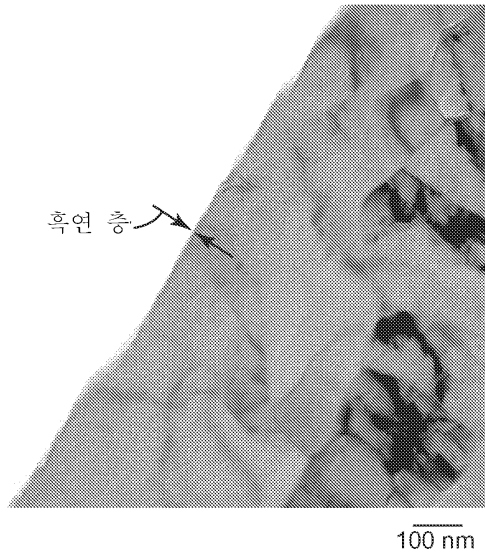
[Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology]을 비롯한 문헌에 널리 보고되어 있다. 모스 경도가 0.4 내지 3.0인 물질의 입자는 본 발명의 목적상 "버핑가능한" 것으로 간주된다.

- [0028] 제공된 방법에서, 버핑 패드는 기재 표면에 평행한 기재의 평면에서 이동할 수 있다. 본 발명에서 상기 패드의 궤도 운동은 기재 또는 웨브에 수직인 그의 회전축을 이용하여 실시될 수 있다. 따라서, 상기 패드는 버핑 적용 동안 복수의 방향 - 웨브가 버핑 패드를 지나서 이동하고 있는 경우 웨브의 방향에 대하여 횡방향인 방향을 포함함 - 으로 이동할 수 있다.
- [0029] 전형적인 공정은 하기를 특징으로 한다: 베이스 재료의 롤을 위한 클러치 단속 권취 스테이션(clutched off-wind station), 버핑될 재료를 웨브 베이스 재료 상에 제공하는 분말 공급 스테이션, 버핑 스테이션, 웨브를 조절된 속도로 구동시키는 페이스 드라이브 스테이션(pacer drive station), 및 클러치 구동 테이크업(clutch driven take-up) 롤. 이 시스템은 다양한 방향 유도(directing) 롤 및 아이들러(idler) 롤을 또한 포함할 수 있으며, 버핑 후 와이핑 장치를 또한 포함하여 버핑된 웨브 표면 상의 여분의 물질들을 클리닝할 수 있다. 이 시스템은 버핑된 물질이 웨브에 융합되는 것을 개선시키기 위한 열 장치(thermal device)를 또한 포함할 수 있다. 또한, 이 시스템은 코팅 또는 기재 상에 남겨진 임의의 여분의 분말 물질을 제거하기 위한 진공 클리닝 스테이션 또는 스테이션들을 포함할 수 있다.
- [0030] 놀랍게도, 사실상 건조한 입자의 매우 얇은 코팅은 기재의 표면에 평행하게 궤도 방식(바람직하게는 랜덤 궤도 방식)으로 이동하는 어플리케이션터를 이용하여 약 30 g/cm² 미만의 압력으로 금속 기재 상에 상기 입자를 버핑시킴으로써 얻어질 수 있음을 알아냈다. 이러한 버핑 작업은 기재의 연화 온도 미만의 온도에서 실시될 수 있다.
- [0031] 본 발명에서 사용하기 위한 어플리케이션터 패드는 표면에 입자를 적용하기 위한 임의의 적절한 재료일 수 있다. 예를 들어, 어플리케이션터 패드는 직포 또는 부직포 또는 셀룰로오스계 물질일 수 있다. 대안적으로, 상기 패드는 폐쇄 셀 또는 개방 셀 폼 물질일 수 있다. 또 다른 대안에서, 상기 패드는 브러시 또는 강모 어레이(array)일 수 있다. 전형적으로, 그러한 브러시의 강모는 길이가 약 0.2 내지 1.0 cm이고, 직경이 약 30 내지 100 마이크로미터이다. 강모는 바람직하게는 나일론 또는 폴리에틸렌으로 만들어질 수 있다. 바람직한 버핑 어플리케이션터는 폼 패드, EZ 페인터(Paintr) 패드 (미국 특허 제3,369,268호에 개시됨), 램즈울(lamb's wool) 패드, 쓰리엠(3M) 퍼펙트 잇(Perfect it) 패드 등을 포함한다. 버핑 어플리케이션터는 기재의 평면에 수직인 그의 회전축을 이용하여 기재 표면에 평행한 궤도 패턴으로 이동한다. 버핑 운동은 단순 궤도 운동 또는 랜덤 궤도 운동일 수 있다. 이용되는 전형적인 궤도 운동은 분당 1,000 내지 10,000 궤도의 범위이다.
- [0032] 버핑된 코팅의 두께는 버핑 시간을 변경시킴으로써 제어될 수 있다. 일반적으로, 코팅의 두께는 소정의 급속한 초기 증가 후에 시간에 따라 선형으로 증가한다. 버핑 작업 시간이 더 길어질수록 코팅은 더 두꺼워진다. 또한, 코팅의 두께는 버핑에 사용되는 패드 상의 분말의 양을 제어함으로써 제어될 수 있다. 본 연속 웨브 공정은 상당한 유용성을 많은 시장에 제공하는 독특한 특징을 갖는 코팅을 생성할 수 있다. 이 공정은 측면 "버핑" 작용에 의해 웨브 베이스 기재에 분말 물질을 적용하는 것을 포함한다. 그렇게 생성된 코팅은 다양한 전기적, 광학적 및 장식적 특징부를 가질 수 있다. 예를 들어, 제공된 방법을 이용하여 리튬 중합체 배터리를 위한 집전체를 생성할 수 있다. 놀랍게도, 고품질의 얇은 코팅이 이러한 단순한 건식 무용매 공정에 의해 일관되게 제조될 수 있다.
- [0033] 메가움/스퀘어 범위의 표면 저항을 갖는 흑연의 코팅이 개시된 방법에 의해 편리하게 제조될 수 있다. 그러한 얇은 반투명 전도성 코팅은 물리적 증착법 및 기타 유사한 방법을 이용하여 일관된 특성을 갖도록 제조하기는 어렵다. 예를 들어, 그러한 흑연 코팅은 리튬 전기화학 전지를 위한 전극의 구성요소들을 위한 것과 같은 소정의 전기적 응용, 광학적 응용 및 마이크로파 응용에서 사용될 수 있다.
- [0034] 제공된 집전체를 제조하기 위하여, 분당 4000회의 궤도 작동 및 0.254 cm (전체 0.508 cm)의 동심원 투척(concentric throw)을 갖는 블랙 앤드 데커(Black and Decker) 모델 5710과 같은 전기 오비탈 샌더(electric orbital sander)가 사용될 수 있다. 바람직하게는, 패드의 동심원 투척은 약 0.013 cm (전체 0.254 cm) 초과이다. 오비탈 샌더 대신 공기 동력식 샌더가 또한 사용될 수 있다. 이 샌더는 대략 8.9 cm × 15.25 cm의 직사각형 오비탈 패드를 가질 수 있다. 웨브 버핑 작업시 웨브는 버핑 패드의 더 짧은 변이 웨브 방향에 평행하게 되도록 이동한다. 따라서, 15.25 cm 길이의 버핑 패드는 기계 방향에 대하여 횡방향이다. 대안적으로, 고정 패드(stationary pad)는 오비탈 패드와 분말 분배기 사이에 장착될 수 있다. 분말이 주위로 이동할 가능성을 갖기 전에 고정 패드를 이용하여 분배된 분말을 웨브 상으로 빠르게 적용하여, 여분의 분말이 기재 상에 보유되는 것을 확실히 할 수 있다.

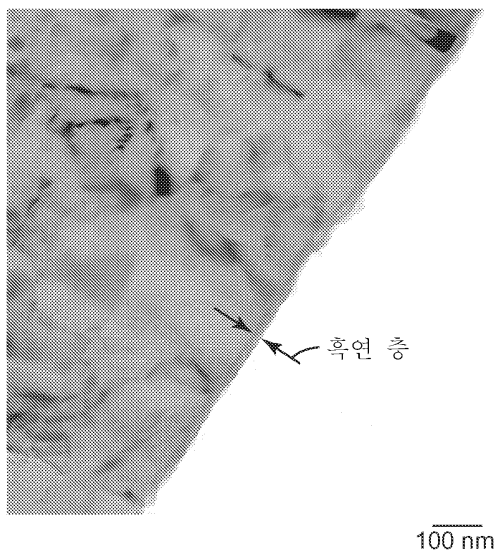
- [0035] 열에너지를 버핑된 웨브에 인가하면 적용된 물질들 중 일부가 다양한 베이스 물질에 접합되는 것을 향상시킬 수 있다. 1000 와트 복사열 히터를 사용하여 기재를 버핑 동안 가열할 수 있다. 기재와 접촉하는 오븐 또는 가열 플레이트(platen)과 같이 웨브에 열을 투입하는 다른 방법이 또한 이용될 수 있다. 버프-코팅된 많은 웨브는 그 표면이 전도성으로 된다. 또한, 전류를 전도성 웨브에 직접적으로 인가하는 것이 원하는 가열 효과를 생성하여 고효율 가열을 제공할 것인데, 그 이유는 에너지가 원하는 적용 지점에서 직접 코팅 그 자체에서 생성되기 때문이다. 이러한 가열 공정의 실제 전류 소모량(current draw)은 웨브의 전도도의 직접 판독치(readout)이며 이는 공정 모니터링 및 제어에 사용될 수 있다. 전도성 코팅, 예를 들어 흑연의 경우, 전도성 층을 특징적으로 가열하는 임의의 방법이 또한 이용될 수 있다. 예를 들어, 마이크로파 또는 무선 주파수(radio frequency; "RF") 에너지를 융합을 위하여 전도성 층을 가열하는 데 사용할 수 있다.
- [0036] 도 1a는 흑연과 PVDF를 50:50 (w/w)의 비로 포함하는 건조 조성물로 코팅된 코팅 알루미늄 포일 기재의 주사 전자 현미경 사진이다. 알루미늄 포일의 가장 평탄한 면은 코팅된 것이었으며, TEM 분석은 카본(흑연) 코팅의 두께가 약 4.1 nm 두께임을 보여준다. 도 1b는 동일한 알루미늄 포일의 거친 면 상에 카본 코팅을 적용한 것을 제외하고는 도 1a의 방법과 동일한 방법을 사용하여 적용한 카본 코팅의 주사 전자 현미경 사진이다. TEM 분석은 이 코팅의 두께가 대략 14.7 nm임을 보여준다.
- [0037] 도 2는 열처리 후인 것을 제외하고는 도 1a에서와 동일한 샘플의 투과 전자 현미경 사진이다. 이 코팅은 편향이 없는 균일 코팅을 보여준다.
- [0038] 본 발명의 목적 및 이점은 하기의 실시예에 의해 추가로 예시되지만, 이들 실시예에 인용된 특정 물질 및 그 양뿐만 아니라 기타 조건이나 상세사항은 본 발명을 부당하게 제한하는 것으로 해석되어서는 안된다.
- [0039] [실시예]
- [0040] 실시예 1
- [0041] 홀이 유리 플레이트 주위에 있도록 샘플 홀더에 놓인 청결한 유리 플레이트 상에 12.5 마이크로미터 두께의 Al 포일을 배치하였다. 산업용 진공 청소기(shop vacuum)를 홀에 연결하여 Al 포일을 적소에 유지하였다. HSAG300 흑연 분말 (팀칼/팀렉스(Timrex)로부터 입수가가능함)을 포일 상에 분배하고, 페인트 패드(paint pad)가 갖추어진 핸드헬드(hand held) 랜덤 오비탈 샌더(Random Orbital Sander) (미국 특허 제6,511,701호)를 사용하여, 8 내지 30초 범위의 상이한 지속시간 동안 정상 운동(steady motion)으로 샌더를 앞뒤로 이동시킴으로써 분말을 포일 상에 버핑하였다. 이온화된 공기를 이용하여 플레이트 주위의 여분의 분말을 불어서 제거하고, 진공 청소기의 전원을 끄는 후 포일을 제거하였다.
- [0042] 코팅된 샘플을 유리 플레이트 상에서 뒤집고, 이 공정을 노출된 면의 코팅을 위하여 반복하고, 그에 따라 포일의 양면을 코팅하였다. 포일의 두 면은 SEM 사진에 의해 예시되는 바와 같이 조도가 상이하다. 아세톤을 이용한 부드러운 세척은 코팅을 눈에 띄게 손상시키지는 않았다. 2-탐침자 표면 저항 측정기 (모델 PSI-870, 영국 소재의 프로스탁 코로레이션(Prostat Corp.)으로부터 입수가가능함)를 코팅 후의 모든 샘플 상에 배치하였으며, 이들 전부는 코팅에 관계 없이 금속 전도도 범위 (10^3 옴/스퀘어 미만)를 나타냈다.
- [0043] 실시예 2
- [0044] (팀칼/팀렉스의) HSAG300 흑연 분말 및 폴리비닐리덴 플루오라이드 (캐나다 오크빌 소재의 아케마로부터 입수가 가능한 키나르 741)를 바이알에서 수동 진탕을 이용하여 혼합함으로써 이들을 다양한 중량 퍼센트의 로딩을 (loading)로 혼합하였다. 생성된 분말 믹스를 사용하여 실시예 1에서의 방법을 이용하여 Al 포일 상에서 버프 코팅하였다.
- [0045] 실시예 2의 샘플들 중 일부를 PVDF의 온도인 175℃의 온도에서 5분 동안 공기 중에서 오븐 내에서 가열하였으며, 샘플들을 실온으로 냉각시켰다. 단순 스카치 테이프 시험을 샘플에서 행하여 코팅의 부착을 검사하였다. 40% 초과 PVDF를 갖는 샘플은 열처리 후 어떠한 탈층도 나타내지 않았다.
- [0046] 본 발명의 범주 및 취지를 벗어나지 않고도 본 발명에 대한 다양한 변형 및 변경이 당업자에게 명백하게 될 것이다. 본 발명을 본 명세서에 설명된 예시적 실시 형태 및 실시예로 부당하게 제한하려는 것이 아니며, 그러한 실시예 및 실시 형태는 본 명세서에서 하기와 같이 설명된 특허청구범위에 의해서만 제한하려는 본 발명의 범위와 함께 단지 예로서 제시된다는 것을 이해하여야 한다. 본 명세서에 기재된 모든 참고 문헌은 전체적으로 본 명세서에 참고로 포함된다.

도면

도면1a



도면1b



도면2

