



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2018-0098792
(43) 공개일자 2018년09월05일

- | | |
|---|--|
| <p>(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
H01B 5/16 (2006.01) B05D 1/00 (2006.01)
C09D 125/10 (2006.01) C09D 175/04 (2006.01)
H01B 1/02 (2006.01) H01B 13/00 (2006.01)
H01B 7/04 (2006.01) H01L 31/0224 (2006.01)
H01L 31/0392 (2006.01)</p> <p>(52) CPC특허분류
H01B 5/16 (2013.01)
B05D 1/005 (2013.01)</p> <p>(21) 출원번호 10-2017-0025363
(22) 출원일자 2017년02월27일
심사청구일자 없음</p> | <p>(71) 출원인
순천향대학교 산학협력단
충청남도 아산시 신창면 순천향로 22, 순천향대학교내</p> <p>(72) 발명자
임정균
충청남도 아산시 남부로 353, 110동 1802호(풍기동, 통일하이빌아파트)</p> <p>문대규
경기도 용인시 기흥구 구갈로 115-16, 202동 1103호(신갈동, 도현마을현대아이파크아파트)
(뒷면에 계속)</p> <p>(74) 대리인
특허법인다나</p> |
|---|--|

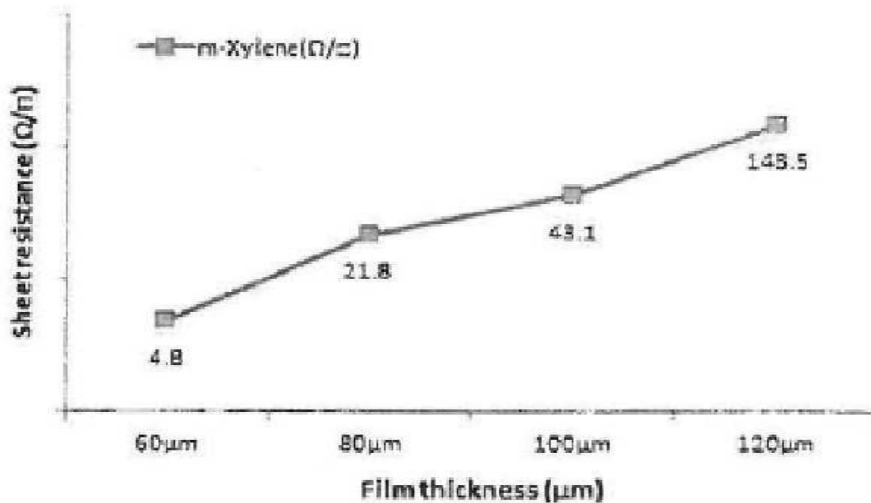
전체 청구항 수 : 총 11 항

(54) 발명의 명칭 신축 가능한 전도성 박막, 이의 제조방법 및 이의 용도

(57) 요약

본 발명은 전기화학소자 및 이의 제조방법에 관한 것으로, 본 발명에 따른 전기화학소자는, 기존의 액체 전해질의 화재 위험, 전해질 누출 및 외기나 습기에 노출 시 폭발 등이 안전성 문제를 해결하였고, 비표면적이 큰 탄소재를 첨가하여 소자의 효율을 극대화시켰고, 음극 및 양극에 폴리머 첨가제를 혼합하여 플렉서블(flexible)한 형태를 유지하여 다양한 분야에 적용할 수 있다. 또한, 열간 압착을 통해 원스텝(one step) 공정으로 간단하게 제조할 수 있어, 공정 비용 내지 시간을 현저히 줄일 수 있다.

대표도 - 도5



(52) CPC특허분류

C09D 125/10 (2013.01)
C09D 175/04 (2013.01)
H01B 1/02 (2013.01)
H01B 13/0026 (2013.01)
H01B 7/04 (2013.01)
H01L 31/022425 (2013.01)
H01L 31/03926 (2013.01)

(72) 발명자

조준휘

경기도 안산시 상록구 해양로 16, 910동 101호(사
동, 안산고잔9차푸르지오)

황혜민

인천광역시 부평구 경원대로 1269, 117동 1405호(
산곡동, 현대아파트)

김서연

인천광역시 남구 인하로299번길 21, 다동 403호(주
안동, 옥일아파트)

김지연

충청남도 천안시 서북구 쌍용17길 25, 307동 1305
호(쌍용동, 일성능수아파트)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	10051080
부처명	산업통상자원부
연구관리전문기관	한국산업기술평가관리원
연구사업명	전자정보디바이스 산업핵심기술개발사업(디스플레이)
연구과제명	중소형 플렉시블 디스플레이용 mechanical UI device 핵심기술 개발
기 여 율	1/1
주관기관	순천향대학교 산학협력단
연구기간	2016.12.01 ~ 2017.11.30

명세서

청구범위

청구항 1

신축성 고분자 박막; 및

상기 신축성 고분자 박막에 화학적으로 결합된 금속 입자를 포함하며,

100% 신장 후, 면 저항은 $60 \times 10^4 \Omega/\text{sq}$ 이하인 신축 가능한 전도성 박막.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

신축성 고분자는 폴리부타디엔(PB), 폴리(스티렌-부타디엔)(PS-b-PB, PS-co-PB), 폴리(스티렌-부타디엔-스티렌)(PS-b-PB-b-PS)(SBS), 폴리(스티렌-에틸렌-부틸렌-스티렌)(SEBS), 폴리우레탄(PU) 및 폴리이소프렌 중 1 종 이상을 포함하는 신축 가능한 전도성 박막.

청구항 3

제 1 항에 있어서,

금속 입자는, 금, 은, 구리 및 백금 중 1 종 이상을 포함하는 신축 가능한 전도성 박막.

청구항 4

제 1 항에 있어서,

평균 두께는 30 내지 100 μm 범위인 신축 가능한 전도성 박막.

청구항 5

자일렌 및 신축성 고분자를 혼합한 용액을 스핀코팅 방법을 통해 박막으로 제조하는 단계; 및

상기 박막을 금속 전구체 용액에 침지하고 환원제를 이용하여 금속을 환원시키는 단계를 포함하는 신축 가능한 전도성 박막의 제조방법.

청구항 6

제 5 항에 있어서,

자일렌 및 신축성 고분자를 혼합한 용액 100 중량부를 기준으로,

신축성 고분자는 25 내지 40 중량부를 포함하는 신축 가능한 전도성 박막의 제조방법.

청구항 7

제 5 항에 있어서,

스핀코팅은 500 내지 2500 RPM으로, 1 내지 60 초 동안 수행하는 신축 가능한 전도성 박막의 제조방법.

청구항 8

제 5 항에 있어서,

금속 전구체 용액은 AgTFA, AgNO₃, AgCl, HAuCl₄, CuCl₂, PtCl₂ 및 PtCl₄ 중 1 종 이상을 포함하는 신축 가능한 전도성 박막의 제조방법.

청구항 9

제 5 항에 있어서,

환원제는 히드라진 화합물 및 붕수소나트륨 화합물 중 1 종 이상을 포함하는 신축 가능한 전도성 박막의 제조방법.

청구항 10

제 1 항에 따른 신축 가능한 전도성 박막을 포함하는 신축성 전극.

청구항 11

제 10 항에 따른 신축성 전극을 포함하는 플렉서블 또는 웨어러블 소자.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 신축 가능한 전도성 박막, 이의 제조방법, 이를 포함하는 신축성 전극 및 상기 신축성 전극을 포함하는 플렉서블 또는 웨어러블 소자에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 반도체의 고집적화에 따라서 박막의 두께가 점점 얇아지고 대면적화가 되어 좀 더 안정적이고 균일한 무결점 박막을 형성 시킬 방법이 필요하게 되었다.

[0003] 그 대안 중 하나로써, 유기금속화합물을 사용하는 CVD(Chemical Vapor Deposition)/ALD(Atomic Layer Deposition) 증착 공정이 있다.

[0004] CVD/ALD 공정은, 사용되는 유기금속화합물은 반도체용 프리커서 또는 CVD/ALD 케미칼 등으로 불리는데, 박막형성을 목적으로 하는 금속에 유기 리간드를 붙여 하나의 화합물로 만드는 것이며, 특정 조건에서 상변화를 하고, 웨이퍼 표면에서 유기 리간드를 분해시켜 순수 금속막이나 산화 금속막, 질화 금속막 등을 선택적으로 형성시킬 수 있다. 또한, 박막을 제조할 때, 공간 내에서 기체의 특성을 이용하여 균일한 막을 형성할 수 있고, 투입량을 조절하여 막 두께를 조절할 수 있기 때문에, 초미세 박막의 형성이 가능하다는 장점이 있다.

[0005] 그러나, 일반적으로 많이 사용되는 금속 전극은 높은 전기 전도성을 가지고 있지만 유연성과 신축성이 매우 낮다. 반대로, 고분자나 탄성체와 같이 유연한 기질의 경우에는 높은 유연성을 가지고 있으나 전기 전도성이 매우 낮은 단점이 있다.

[0006] 따라서, 유연성과 신축성을 가짐과 동시에 우수한 전기 전도성을 갖는 박막을 개발해야 할 필요성이 있다.

선행기술문헌

특허문헌

[0007] (특허문헌 0001) 한국공개특허 제2013-0097151호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0008] 본 발명은 신축 가능한 전도성 박막, 이의 제조방법 및 이의 용도에 관한 것으로, 유연성과 신축성을 가짐과 동시에 우수한 전기 전도성을 갖는 박막을 제공하고자 한다.

과제의 해결 수단

[0009] 본 발명은 신축 가능한 전도성 박막, 이의 제조방법 및 이의 용도에 관한 것으로, 상기 신축 가능한 전도성 박막의 하나의 예로서,

[0010] 신축성 고분자 박막; 및

[0011] 상기 신축성 고분자 박막에 화학적으로 결합된 금속 입자를 포함하며,

[0012] 100% 신장 후, 면 저항은 $60 \times 10^4 \Omega/\text{sq}$ 이하인 신축 가능한 전도성 박막을 제공할 수 있다.

[0013] 또한, 상기 신축 가능한 전도성 박막의 제조방법의 하나의 예로서,

[0014] 자일렌 및 신축성 고분자를 혼합한 용액을 스핀코팅 방법을 통해 박막으로 제조하는 단계; 및

[0015] 상기 박막을 금속 전구체 용액에 침지하고 환원제를 이용하여 금속을 환원시키는 단계를 포함하는 신축 가능한 전도성 박막의 제조방법을 제공할 수 있다.

[0016] 또한, 본 발명은 상기 신축 가능한 전도성 박막을 포함하는 신축성 전극을 제공할 수 있다.

[0017] 또한, 본 발명은 상기 신축성 전극을 포함하는 플렉서블 또는 웨어러블 소자를 제공할 수 있다.

발명의 효과

[0018] 본 발명에 따른 신축 가능한 전도성 박막은 신축성 고분자를 자일렌에 용해하고 스핀코팅하여 박막을 제조하고, 상기 박막을 금속 전구체 용액에 침지하고 금속을 환원시키는 간단한 방법으로 제조되며, 이렇게 제조된 신축 가능한 전도성 박막은 신축성이 우수하여 신장 후에도 우수한 전기 전도성을 유지할 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0019] 도 1은 스핀 코터의 사진이다.

도 2는 면 저항 측정기의 사진 및 probe의 종류를 나타낸 것이다.

도 3은 다른 종류의 용매에 SEBS를 용해했을 때의 사진이다.

도 4는 신축 가능한 전도성 박막의 투명도 확인 실험 결과이다.

도 5 내지 7은 실시예 및 비교예에 따른 신축 가능한 전도성 박막의 두께에 따른 면 저항을 측정된 결과이다.

도 8은 실시예 및 비교예에 따른 신축 가능한 전도성 박막의 100 신장 후 면 저항 측정 결과이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0020] 본 발명은 다양한 변형을 가할 수 있고 여러 가지 실시예를 가질 수 있는 바, 특정 실시예들을 도면에 예시하고 상세한 설명에 상세하게 설명하고자 한다.
- [0021] 그러나, 이는 본 발명을 특정한 실시 형태에 대해 한정하려는 것이 아니며, 본 발명의 사상 및 기술 범위에 포함되는 모든 변경, 균등물 내지 대체물을 포함하는 것으로 이해되어야 한다.
- [0022] 본 발명에서, "포함한다" 또는 "가지다" 등의 용어는 명세서상에 기재된 특징, 숫자, 단계, 동작, 구성요소, 부품 또는 이들을 조합한 것이 존재함을 지정하려는 것이지, 하나 또는 그 이상의 다른 특징들이나 숫자, 단계, 동작, 구성요소, 부품 또는 이들을 조합한 것들의 존재 또는 부가 가능성을 미리 배제하지 않는 것으로 이해되어야 한다.
- [0023] 또한, 본 발명에서 첨부된 도면은 설명의 편의를 위하여 확대 또는 축소하여 도시된 것으로 이해되어야 한다.
- [0024] 기존의 전도성 박막 제조시 일반적으로 많이 사용되는 금속 전극은 높은 전기 전도성을 가지고 있지만 유연성과 신축성이 매우 낮다. 반대로, 고분자나 탄성체와 같이 유연한 기질의 경우에는 높은 유연성을 가지고 있으나 전기 전도성이 매우 낮은 단점이 있었다.
- [0025] 따라서, 유연성과 신축성을 가짐과 동시에 우수한 전기 전도성을 갖는 박막을 개발해야 할 필요성이 있었다.
- [0026] 이에, 본 발명에서는 신축성을 가짐과 동시에 우수한 전기 전도성을 갖는 신축 가능한 전도성 박막 및 이의 제조방법을 제공하고자 한다.
- [0027] 구체적으로, 본 발명에 따른 신축 가능한 전도성 박막은 신축성 고분자를 자일렌에 용해하고 스펀코팅하여 박막을 제조하고, 상기 박막을 금속 전구체 용액에 침지하고 금속을 환원시키는 간단한 방법으로 제조되며, 이렇게 제조된 신축 가능한 전도성 박막은 신축성이 우수하여 신장 후에도 우수한 전기 전도성을 유지할 수 있다.
- [0028] 이렇게 신축성을 가짐과 동시에 우수한 전기 전도성을 갖는 본 발명에 따른 신축 가능한 전도성 박막은 플렉서블 디스플레이, 스마트 의류, 착용형 치료센서 시스템 등 다양한 분야에 활용이 가능하기 때문에 넓은 산업 분야에서 적용 및 발전을 기대할 수 있다. 이와 더불어, 본 발명에 따른 신축 가능한 전도성 박막은 바이오, 환경 등을 융합한 복합 기술로의 확대 가능성이 무한하다.
- [0029] 이하, 본 발명에 대하여 구체적으로 설명하기로 한다.
- [0030] 본 발명은 신축 가능한 전도성 박막, 이의 제조방법 및 이의 용도에 관한 것으로, 상기 신축 가능한 전도성 박막의 하나의 예로서,
- [0031] 신축성 고분자 박막; 및
- [0032] 상기 신축성 고분자 박막에 화학적으로 결합된 금속 입자를 포함하며,
- [0033] 100% 신장 후, 면 저항은 $60 \times 10^4 \Omega/\text{sq}$ 이하인 신축 가능한 전도성 박막을 제공할 수 있다.
- [0034] 상기 신축성 고분자는 폴리부타디엔(PB), 폴리(스티렌-부타디엔)(PS-b-PB, PS-co-PB), 폴리(스티렌-부타디엔-스티렌)(PS-b-PB-b-PS)(SBS), 폴리(스티렌-에틸렌-부틸렌-스티렌)(SEBS), 폴리우레탄(PU) 및 폴리이소프렌 중 1종 이상을 포함할 수 있다.
- [0035] 상기 신축성 고분자는 SEBS일 수 있다.
- [0036] SEBS는 SBS가 부타디엔의 C=C 결합이 제거되어 에틸렌과 부틸렌 중간 블록을 생성하는 촉매 수소화 반응(Hydrogenation)을 거쳐 만들어진다. SEBS의 구조에 의한 이점으로는 스티렌의 조성비에 따른 특성조절이 자유로우며, 빛에 강한 내후성을 가진다는 것이다.
- [0037] SEBS는 SBS를 베이스로 한 열가소성 탄성체로서, 사출, 압출 및 blow molding이 가능하며, 엔지니어링 플라스틱

(Nylon, PBT, PC, ABS, PMMA, PC, PS 등)과 접착이 가능한 제품도 있다. 또한, 유연성이 뛰어나고 탄성 회복성, 내후성 및 내열성이 우수하며 접착력이 탁월하다. 또한, 사출성형, 압출성형 등 플라스틱과 같이 성형 가공 할 수 있는 자연 친화적이고 친환경적인 충전제이다. 또한, SEBS는 가황고무와 PVC의 대체소재로서, 자동차, 건축자재, 가전제품 등 다양한 분야에서 쓰이고 있으며, 특히 가전제품의 고급화와 함께 안정성을 향상시키는 소재로 기존에 있는 소재의 대체제로 활발하게 사용되고 있는 고분자 재료이다.

- [0038] 상기 금속 입자는 금, 은, 구리 및 백금 중 1 종 이상을 포함할 수 있다. 금속 입자는 구체적으로, 상기 금속 입자는 은을 포함할 수 있다.
- [0039] 상기 금속 입자는 신축 가능한 전도성 박막 전체 100 중량부를 기준으로 20 내지 80 중량부를 포함할 수 있으며, 예를 들어, 20 내지 70 중량부, 20 내지 60 중량부 또는 20 내지 50 중량부를 포함할 수 있다.
- [0040] 상기 금속 입자의 평균 직경은 5 내지 100 nm 범위일 수 있다. 예를 들어, 상기 금속 입자의 평균 직경은 5 내지 90 nm, 5 내지 80 nm, 5 내지 70 nm, 10 내지 60 nm 또는 10 내지 50 nm 범위일 수 있다.
- [0041] 본 발명에 따른 신축 가능한 전도성 박막은 상기와 같은 금속 입자를 포함함으로써, 신축성을 가짐과 동시에 우수한 전기 전도성을 구현할 수 있다.
- [0042] 구체적으로, 본 발명에 따른 신축 가능한 전도성 박막이 신장되는 경우에도, 그 위의 금속 입자들은 나노미터 단위의 크기를 가지는 나노입자이므로 깨지거나 절단되지 않으며, 또한 퍼콜레이션 네트워크에 의하여 전기적인 경로를 유지할 수 있으므로 전기 전도성을 유지할 수 있다.
- [0043] 본 발명에 따른 신축 가능한 전도성 박막의 평균 두께는 30 내지 100 μm 범위일 수 있다. 예를 들어, 신축 가능한 전도성 박막의 평균 두께는 35 내지 100 μm , 40 내지 100 μm , 50 내지 100 μm , 60 내지 100 μm 또는 60 내지 80 μm 범위일 수 있다. 신축 가능한 전도성 박막의 평균 두께가 상기 범위를 벗어날 경우, 우수한 신축성과 전기 전도성을 동시에 만족하기 어렵다.
- [0044] 본 발명은 상술한 신축 가능한 전도성 박막의 제조방법을 제공할 수 있다. 상기 신축 가능한 전도성 박막의 제조방법의 하나의 예로서,
- [0045] 자일렌 및 신축성 고분자를 혼합한 용액을 스핀코팅 방법을 통해 박막으로 제조하는 단계; 및
- [0046] 상기 박막을 금속 전구체 용액에 침지하고 환원제를 이용하여 금속을 환원시키는 단계를 포함하는 신축 가능한 전도성 박막의 제조방법을 제공할 수 있다.
- [0047] 구체적으로, 상기 자일렌은 메타 자일렌(m-Xylene)일 수 있다. 본 발명은, 신축성 고분자를 용해할 용매로서, 자일렌을 사용함으로써, 이를 이용하여 제조된 신축 가능한 전도성 박막의 신장 후 전기 전도성 저하를 최소화 하였다.
- [0048] 상기 자일렌 및 신축성 고분자를 혼합한 용액 100 중량부를 기준으로,
- [0049] 신축성 고분자는 25 내지 40 중량부를 포함할 수 있다.
- [0050] 예를 들어, 상기 신축성 고분자는 자일렌 및 신축성 고분자를 혼합한 용액 100 중량부를 기준으로 25 내지 38 중량부, 28 내지 35 중량부 또는 30 내지 35 중량부 범위로 포함할 수 있다. 자일렌 용매에 상기 범위의 신축성 고분자를 용해함으로써, 최적의 용해도로 신축성 고분자를 용해할 수 있다. 구체적으로, 자일렌 용매에 상기 범위의 신축성 고분자를 용해함으로써, 박막 제조에 최적화된 점도를 구현할 수 있다.
- [0051] 상기 자일렌 및 신축성 고분자를 혼합한 용액을 스핀코팅 방법을 통해 박막으로 제조하는 단계에서, 스핀코팅은 500 내지 2500 RPM으로, 1 내지 60 초 동안 수행할 수 있다.
- [0052] 예를 들어, 상기 스핀코팅의 조건을 조절하여, 신축 가능한 전도성 박막의 두께를 용이하게 조절할 수 있다. 구체적으로, 스핀코팅의 스핀 스피드가 느릴수록 스핀 시간이 짧을수록 신축 가능한 전도성 박막의 두께가 두꺼워지고, 스핀 속도가 빠를수록 스핀 시간이 길수록 신축 가능한 전도성 박막의 두께가 얇아진다.
- [0053] 예를 들어, 상기 스핀 속도는 1000 내지 2500 RPM, 1500 내지 2300 RPM, 1800 내지 2200 RPM 범위일 수 있고, 스핀 시간은 10 내지 50 초, 25 내지 50 초 또는 35 내지 45초 범위일 수 있다.
- [0054] 경우에 따라서, 상기 스핀 공정은 스핀 속도 및 시간을 달리한 3단계로 나눠 진행할 수 있다.

- [0055] 예를 들어, 상기 스핀 공정은 800 내지 1200 RPM으로 1 내지 5 초 동안 수행하는 제1 단계, 1800 내지 2200 RPM으로 25 내지 35 초 동안 수행하는 제2 단계 및 600 내지 1000 RPM으로 4 내지 6 초 동안 수행하는 제3 단계로 이루어질 수 있다. 이때, 각각의 단계에 주입되는 자일렌 및 신축성 고분자를 혼합한 용액의 양을 달리하여 신축 가능한 전도성 박막의 두께를 미세하게 조절할 수 있다.
- [0056] 상기 박막을 금속 전구체 용액에 침지하고 환원제를 이용하여 금속을 환원시키는 단계에서,
- [0057] 상기 금속 전구체 용액은 AgTFA, AgNO₃, AgCl, HAuCl₄, CuCl₂, PtCl₂ 및 PtCl₄ 중 1 종 이상을 포함하는 용액일 수 있다.
- [0058] 이때, 상기 금속 전구체 용액을 구성하는 용매는 상기 금속 전구체를 용해시킬 수 있는 알려진 용매를 제한 없이 사용할 수 있다. 예를 들면, 금속 전구체 용액은 에탄올에 실버 트리플루오로아세테이트(silver trifluoroacetate, AgTFA)을 용해시킨 용액일 수 있다.
- [0059] 이때, 상기 금속 전구체 용액은, 금속 전구체 용액 100 중량부를 기준으로 금속 전구체 10 내지 20 중량부를 포함하는 용액일 수 있다.
- [0060] 상기 박막을 금속 전구체 용액에 침지하고 환원제를 이용하여 금속을 환원시키는 단계는 구체적으로, 제조된 박막을 금속 전구체 용액에 약 20 내지 40 분간 침지하고, 건조시킨 후, 환원제를 이용하여 금속을 환원시킬 수 있다.
- [0061] 상기 환원제로서, 히드라진 화합물 및 붕소소나트륨 화합물 중 1 종 이상을 포함할 수 있다.
- [0062] 구체적으로, 상기 금속 전구체 용액에 침지 후 건조시킨 박막 주위에 하이드라진모노하이드레이트(Hydrazine monohydrate) 용액을 떨어뜨린 후, 박막에 흡수되게 하고, 가스를 이용하여 5분간 환원시키는 방법으로 신축 가능한 전도성 박막에 금속 입자를 환원시킬 수 있다.
- [0063] 그런 다음, 환원된 박막은 증류수를 이용하여 세척함으로써 물리적으로 결합된 금속 입자를 제거할 수 있다.
- [0064] 본 발명은 상술한 신축 가능한 전도성 박막을 포함하는 신축성 전극을 제공할 수 있다.
- [0065] 최근 유연성과 신축성을 겸비한 전극 및 기관의 개발에 대한 요구가 증가하고, 고체상의 박막전지에 대한 관심이 크게 증가하고 있다. 그러나, 박막전지는 화학적으로 안정되지 않다는 문제점이 있었다.
- [0066] 이에 대해, 본 발명에 따른 신축 가능한 전도성 박막을 포함하는 신축성 전극은 기존의 고체상 박막전지의 안정성 문제를 해소하고, 우수한 신축성, 유연성 및 전기 전도성을 가질 수 있다.
- [0067] 본 발명은 상술한 신축성 전극을 포함하는 플렉서블 또는 웨어러블 소자를 제공할 수 있다.
- [0068] 최근 기술 분야의 흐름은 웨어러블 기술(wearable technology)를 이용한 웨어러블 소자(wearable device)의 개발로 이어지고 있다. 이는 초소형 부품과 초박막형의 휘어지는(flexible) 디스플레이, 스마트 센서, 저 전력 무선 통신 등의 기술이 일상생활에 접목되어 표현된다. 뿐만 아니라, 웨어러블 기술은 스마트 워치와 같은 착용 컴퓨터(wearable computer), 스마트 의류(smart clothes), 피부에 이식하는 임플란트 등으로 응용되어 개인용뿐만 아니라 산업, 의료, 군사 등 모든 분야에 활용할 수 있다.
- [0069] 이에 대해, 본 발명에 따른 신축성 전극을 포함하는 플렉서블 또는 웨어러블 소자는 유연성과 신축성을 겸비한 전극 및 기관의 개발 요구에 맞춰 기계적 변형에도 전기 전도성을 유지하여, 디스플레이, 태양전지, 인공 전자 피부 등에 응용이 가능하다.
- [0070] 이하 본 발명에 따르는 실시예 등을 통해 본 발명을 보다 상세히 설명하나, 본 발명의 범위가 하기 제시된 실시예에 의해 제한되는 것은 아니다.

[0071] <실험 장치>

- [0072] (1) 스핀 코터
- [0073] 하기 도 1과 같은 스핀 코터(spin coater)를 사용하였다.
- [0074] 구체적으로, 스핀 코터는, 물체 위에 올린 액체 수지를 원심력에 의해 코팅하여 박막을 만들어주는 기기이다. 가운데에 물체가 회전하는 동안 밖으로 이탈하지 못하도록 물체를 잡아주는 진공튜브가 있다. 최대 8000RPM까지 회전시킬 수 있고, 1단계부터 3단계까지 단계별로 RPM을 다르게 조절할 수 있다.
- [0075] 스핀코터는 마이크로미터 단위의 얇은 두께까지 제조가 가능하고, 재료낭비가 적으며, 높은 균일성과 재생력을 가져 많은 공정에서 사용된다. 반도체 웨이퍼(원판)나 디스플레이 연구 시 시료 등 화학 물질의 균일 코팅에 쓰이는 필수 장비로 사용되고 있다.
- [0076] (2) 면 저항 측정기
- [0077] 하기 도 2의 (a)와 같은 면 저항 측정기를 사용하였다.
- [0078] 저항을 측정하기 위해 사용되는 측정기는 2-point-probe와 4-point-probe가 있다. 저항을 구하기 위해서는 2-point-probe로도 실험할 수 있지만 보통 4-point-probe를 사용한다. 2-point-probe는 양단간에 전압을 가하면 전류가 흐른다. 전체 저항 값을 알아야만 정확한 면 저항을 구할 수 있으나, 2-point-probe는 Rc 즉, 기판과 probe 간의 접촉 저항을 정확하게 알 수 없기 때문에 Rc, Rsp, Rb를 정확하게 구분할 수 없다. (Rp: probe 자체 저항, Rc: 기판과 probe 사이의 접촉저항, Rsp: the spreading resistance)
- [0079] 특히, Rsp가 Rb보다 매우 크기 때문에 구하고자 하는 값을 정확하게 추출하기 어렵다.
- [0080] 이를 보완하기 위해 4-point-probe를 사용한다.
- [0081] 박막에 따라 다양한 종류의 probe를 사용할 수 있다. 이는 도 2의 (b)에서 확인 가능하다.
- [0082] 면 저항의 단위는 $\Omega/\text{sq}(\Omega/\square)$ 이고, 4-point-probe는 4개의 탐침이 0.5 cm 간격으로 동일한 간격으로 되어있다.
- [0083] 구체적으로, 안쪽 두 탐침 사이의 전압과 바깥쪽 두 탐침 사이의 전류를 측정하여 박막의 면 저항을 측정한다.
- [0084] **제조예: 신축 가능한 전도성 박막 제조**
- [0085] (1) SEBS 용액 제조
- [0086] 용매 12g에 SEBS를 혼합하고, 2 내지 3일 동안 마그네틱 바를 넣은 교반기를 이용해 용해시켜, SEBS 용액을 제조하였다.
- [0087] (2) 스핀코팅
- [0088] 스핀코터를 이용하여 제 1단계는 1000 RPM으로 3초, 제 2단계는 2000 RPM으로 30초, 제 3단계는 800 RPM으로 5초 동안 맞추고, 상기 SEBS 용액으로 박막을 만든 후 웨이퍼 위에서 자연건조 시켰다.
- [0089] (3) 은 입자 흡착 및 환원
- [0090] 에탄올에 AgTFA를 15wt%로 포함하는 용액에 상기 제조된 박막을 30분간 침지한 후 건조하였다. 그런 다음, 건조시킨 박막 주위에 하이드라진 모노하이드레이트(99.0%) 용액을 떨어뜨린 후 박막에 흡수되게 하고, 가스로 5분간 환원시켰다. 환원시킨 후 증류수로 물리적으로 부착된 은 입자를 세척하여 제거하였다.
- [0091] 이를 통해, 신축 가능한 전도성 박막을 제조하였다.
- [0092] **실시예 1 내지 3 및 비교예 1: 신축 가능한 전도성 박막 제조**
- [0093] 상기 제조예와 동일한 방법으로 제조하되, 용매의 종류, SEBS 함량 및 박막의 두께를 기 표 1과 같이 조절하여 신축 가능한 전도성 박막을 제조하였다. 이때, 박막의 두께는 스핀코팅 제2 단계에서 용액의 함량을 조절함으로써 제어하였다.

표 1

[0094]

	실시예 1	실시예 2	실시예 3	비교예 1
용매 종류	m-xylene	m-xylene	m-xylene	m-xylene
SEBS 함량 (g)	3.98	3.98	3.98	3.98
박막 두께 (μm)	60	80	100	120

[0095]

비교예 2 내지 5: 신축 가능한 전도성 박막 제조

[0096]

상기 제조예와 동일한 방법으로 제조하되, 용매의 종류, SEBS 함량 및 박막의 두께를 기 표 2와 같이 조절하여 신축 가능한 전도성 박막을 제조하였다. 이때, 박막의 두께는 스핀코팅 제2 단계에서 용액의 함량을 조절함으로써 제어하였다.

표 2

[0097]

	비교예 2	비교예 3	비교예 4	비교예 5
용매 종류	THF*	THF	THF	THF
SEBS 함량 (g)	3.98	3.98	3.98	3.98
박막 두께 (μm)	60	80	100	120

[0098]

* THF(tetrahydrofuran)

[0099]

비교예 6 내지 9: 신축 가능한 전도성 박막 제조

[0100]

상기 제조예와 동일한 방법으로 제조하되, 용매의 종류, SEBS 함량 및 박막의 두께를 기 표 3과 같이 조절하여 신축 가능한 전도성 박막을 제조하였다. 이때, 박막의 두께는 스핀코팅 제2 단계에서 용액의 함량을 조절함으로써 제어하였다.

표 3

[0101]

	비교예 6	비교예 7	비교예 8	비교예 9
용매 종류	chloroform	chloroform	chloroform	chloroform
SEBS 함량 (g)	3.12	3.12	3.12	3.12
박막 두께 (μm)	60	80	100	120

[0102]

비교예 10: 신축 가능한 전도성 박막 제조

[0103]

상기 제조예와 동일한 방법으로 제조하되, 용매의 종류로서 DMF(dimethylformamide)를 사용하였고, SEBS 함량은 3.98g 혼합하였다. 그러나, DMF에는 SEBS가 용해되지 않아 박막을 제조할 수 없었다.

[0104]

실험예 1: 용매에 따른 SEBS의 용해 정도

[0105]

상기 제조예와 동일한 방법으로 제조하되, 용매의 종류로서 m-xylene, THF, chloroform 및 DMF를 사용하였고, SEBS 함량은 3.98g로 동일한 양으로 혼합하였다. 그 결과는 하기 도 3에 나타내었다.

[0106]

도 3은, 왼쪽부터 동일양의 m-xylene, THF, chloroform 및 DMF에 각각 동일양의 SEBS를 용해한 사진이다. 도 3을 보면, m-xylene, THF 및 chloroform의 경우 SEBS를 모두 용해하였으나, DMF는 SEBS를 용해하지 못한 것을 알 수 있다. 또한, m-xylene 용매를 쓴 경우 용액의 농도가 가장 묽었고, chloroform 용매를 사용한 경우 용액의 농도가 가장 짙은 것을 알 수 있었다.

[0107]

실험예 2: 박막의 투명도 확인

[0108]

상기 실시예 1, 비교예 2 및 비교예 6 즉, 박막을 제조하기 용이한 농도로 맞추어 SEBS를 각각 용매에 녹여

SEBS 용액을 제조하고, 같은 조건의 스핀코팅 공정을 통해 제조한 박막을 이용하여 투명도 테스트를 실시하였다. 그 결과는 하기 도 4에 나타내었다.

[0109] 도 4는, 왼쪽부터 실시예 1, 비교예 2 및 비교예 6의 박막에 대한 투명도 테스트 결과이다. 도 4를 보면, 육안으로 보았을 경우 큰 차이는 없었으나, 미세하게 m-xylene과 THF 용매를 사용한 경우가 chloroform 용매를 사용한 경우와 비교하여 더욱 투명한 것을 알 수 있었다.

[0110] **실험예 3: 박막 두께에 따른 면 저항 측정**

[0111] (1) 실시예 1 내지 3 및 비교예 1

[0112] 상기 실시예 1 내지 3 및 비교예 1에 따른 신축 가능한 전도성 박막의 면 저항을 측정하였다. 그 결과는 하기 도 5에 나타내었다.

[0113] (2) 비교예 2 내지 5

[0114] 상기 비교예 2 내지 5에 따른 신축 가능한 전도성 박막의 면 저항을 측정하였다. 그 결과는 하기 도 6에 나타내었다.

[0115] (3) 비교예 6 내지 9

[0116] 상기 비교예 6 내지 9에 따른 신축 가능한 전도성 박막의 면 저항을 측정하였다. 그 결과는 하기 도 7에 나타내었다.

[0117] 상기 도 5 내지 7을 참조하면, 박막의 두께가 두꺼워 질수록 면 저항이 증가하는 것을 확인할 수 있었다. 비교예에 따른 박막의 경우 두께 증가에 따른 면 저항 증가 폭이 현저히 높은 것을 알 수 있다. 특히, 박막의 두께가 80 μm 일 때, 비교예에 따른 박막의 경우 면 저항 증가 폭이 현저히 높은 것을 알 수 있다. 구체적으로, 박막의 두께가 120 μm 일 때, m-xylene을 사용하더라도(비교예 1) 면 저항이 $1.44 \times 10^2 \Omega/\text{sq}$ 로 측정되고, THF를 사용한 비교예 5의 면저항은 $3.7 \times 10^7 \Omega/\text{sq}$ 로 나타나며, chloroform를 사용한 비교예 9의 면저항은 $3.10 \times 10^7 \Omega/\text{sq}$ 로 나타나는 것을 알 수 있다.

[0118] 이는, 본 발명에 따른 m-xylene 용매를 사용하며 80 μm 의 두께를 갖는 박막(실시예 3)의 면 저항인 4.31×10^6 과 비교하더라도, 최대 10^6 배 이상 높은 수치인 것을 알 수 있다.

[0119] **실험예 4: 신축성 실험**

[0120] 상기 실시예 1 내지 3, 비교예 1 내지 9에 따른 신축 가능한 전도성 박막에 대해서, 신장시키기 전(0%)에서 100% 신장시킨 후 각각의 박막의 저항을 측정하였다. 그 결과는 하기 도 8에 나타내었다.

[0121] 도 8을 보면, m-xylene 용매를 사용한 실시예의 경우에는 두께 증가에 따른 면 저항 증가 추세가 박막의 신장시키지 않았을 때와 비슷한 경향을 보였고, 다른 용매를 사용하거나, 박막의 두께가 100 μm 를 초과하는 경우의 비교예와 비교하여 현저히 낮은 면 저항을 나타내는 것을 알 수 있다.

도면

도면1



도면2

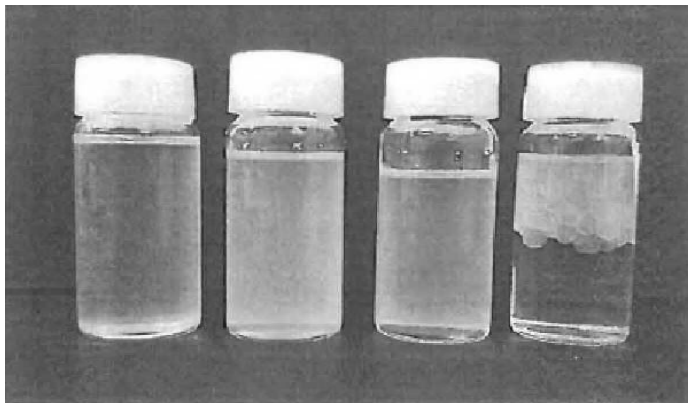
(a)



(b)

ASP	ESP	BSP	PSP	TFP	QPP
					
standard	불균일한 박막	큰 박막	작은 박막	실리콘 웨이퍼 또는 유리기판 상의 박막	미소 박막

도면3



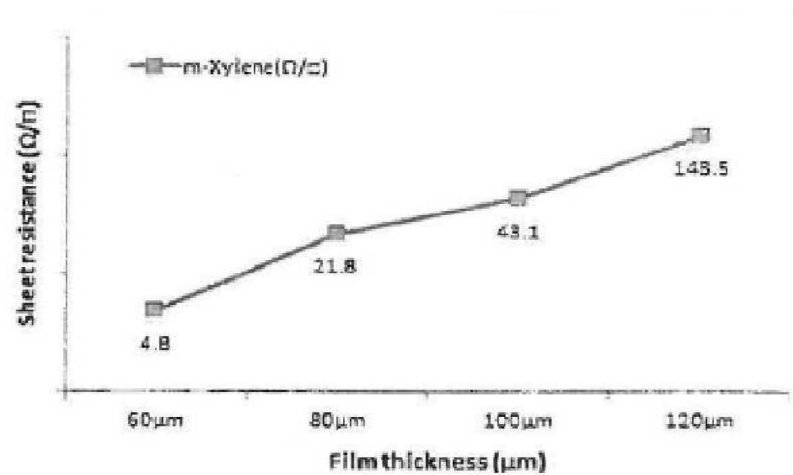
도면4

depend upon the growth phase of the cell line at the time of subculture and also the seeding density.

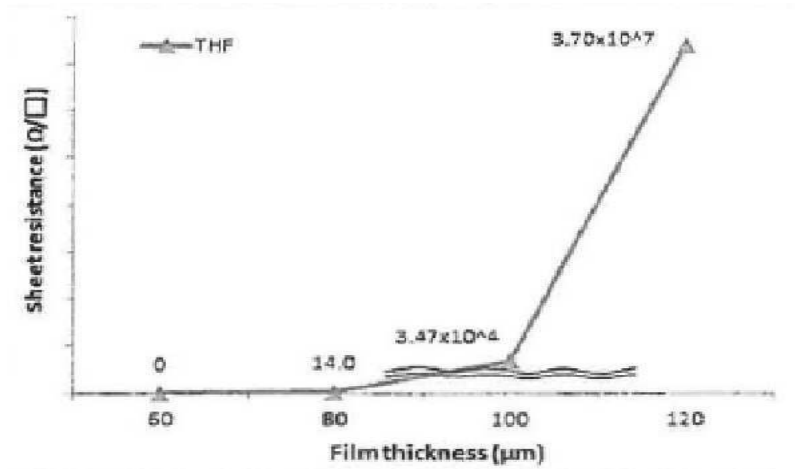
Logarithmic (Log) Growth Phase – cells actively proliferate and an exponential increase in cell density arises. The cell population is considered to be the most viable at this phase, therefore it is recommended to assess cellular function at this stage. Each cell line will show different cell proliferation kinetics during the log phase and it is therefore the optimal phase for determining the population doubling time.

Plateau (or Stationary) Phase – cellular proliferation slows down due to the cell population becoming confluent. It is at this stage the number of cells in the active cell cycle drops to 0-10% and the cells are most

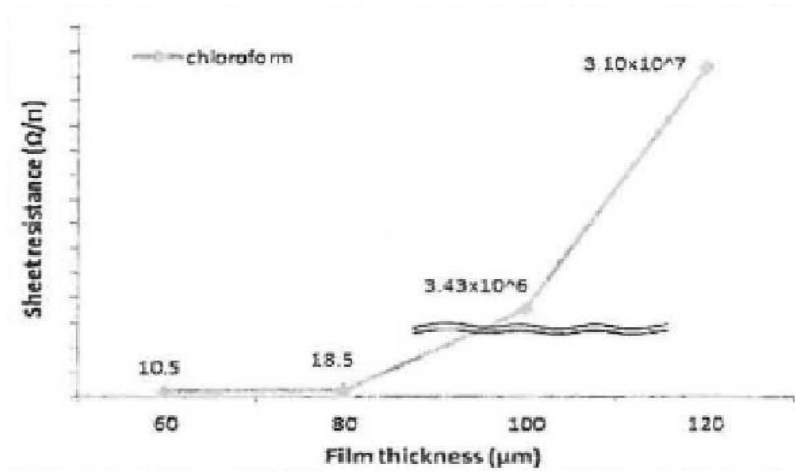
도면5



도면6



도면7



도면8

