(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2008-0098256
(43) 공개일자 2008년11월07일

(51) Int. Cl.
C09D 11/00 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2007-0043701
(22) 출원일자 2007년05월04일
심사청구일자 2007년05월04일

(71) 출원인
삼성전기주식회사
경기도 수원시 영통구 매탄동 314
(72) 발명자
심인근
서울 송파구 잠실5동 주공아파트 522동 905호
정재우
경기 수원시 영통구 영통동 청명마을3단지아파트 323-603
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
특허법인이지

전체 청구항 수 : 총 6 항

(54) 금속 나노잉크의 제조방법

(57) 요 약

본 발명은 금속 나노잉크의 제조방법에 관한 것으로, 보다 상세하게는 단분산이 가능한 금속 나노입자를 제2 분산용매보다 상대적으로 낮은 끓는점을 가지는 제1 분산용매에 혼합하고 교반하여 제1 혼합용액을 준비하는 단계; 상기 제1 혼합용액에 제1 분산용매보다 상대적으로 높은 끓는점을 가지는 제2 분산용매를 혼합하고 교반하여 제2 혼합용액을 준비하는 단계; 및 분별증류법을 이용하여 상기 제1 분산용매를 제거하는 단계;를 포함하는 잉크젯용 금속 나노잉크의 제조방법에 관한 것이다. 본 발명에 의하면, 고형분인 금속 나노입자의 함량을 보다 높일 수 있어 고농도의 금속 나노잉크의 제조가 가능하다.

(72) 발명자

이귀종

경기 수원시 영통구 원천동 아크로파크 104동 802호

전병호

서울 구로구 구로동 1272

이영일

경기 안양시 동안구 비산동 은하수청구아파트 107동 405호

최준락

인천 계양구 용종동 초정마을아파트 동아아파트 321동 501호

특허청구의 범위

청구항 1

단분산이 가능한 금속 나노입자를 제2 분산용매보다 상대적으로 낮은 끓는점을 가지는 제1 분산용매에 혼합하고 교반하여 제1 혼합용액을 준비하는 단계;

상기 제1 혼합용액에 제1 분산용매보다 상대적으로 높은 끓는점을 가지는 제2 분산용매를 혼합하고 교반하여 제2 혼합용액을 준비하는 단계; 및

분별증류법을 이용하여 상기 제1 분산용매를 제거하는 단계;

를 포함하는 잉크젯용 금속 나노잉크의 제조방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 제1 분산용매는 메탄올, 에탄올, 프로판올, 이소프로판올, 아세톤, 톨루엔 및 헥산으로 이루어진 군으로부터 선택되는 적어도 하나인 금속 나노잉크의 제조방법.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 제1 혼합용액에서의 금속 나노입자의 함량은 5 내지 20 중량%인 금속 나노잉크의 제조방법.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 제2 분산용매는 에틸렌글리콜, 에틸렌글리콜 디에틸 에테르, 크실렌 및 테트라데칸으로 이루어진 군으로부터 선택되는 적어도 하나인 금속 나노잉크의 제조방법.

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 제2 혼합용액에 혼합되는 제2 분산용매는, 제1 분산용매가 제거된 후의 금속 나노잉크에서의 금속 나노입자의 함량이 20 내지 70 중량%가 되도록 혼합되는 것을 특징으로 하는 금속 나노잉크의 제조방법.

청구항 6

제1항에 있어서,

제1 혼합용액을 준비한 후, 상기 제1 혼합용액을 농축하는 단계를 더 포함하는 금속 나노잉크의 제조방법.

명 세 서

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

<1> 본 발명은 금속 나노 잉크의 제조방법에 관한 것으로, 보다 상세하게는 이중용매를 이용한 고농도 잉크젯용 금속 나노 잉크의 제조방법에 관한 것이다.

<2> 나노과학의 응용성이 현실화되면서 여러 각도에서 나노 구조체를 만들고 변형시키려는 노력이 최근 급격하게 늘어나고 있다. 나노 과학의 대표적인 분야인 나노입자는 우수한 촉매 성질 때문에 깊이 연구되었으나, 최근에는 인쇄 전자공학(Printed Electronics)에 응용하려는 시도가 많이 이루어지고 있다. 인쇄 전자공학에서 이 나노입자를 이용하려는 이용하려는 이유는 전자부품에서 사용되는 배선의 선폭이 더욱 미세하기를 원하지만 기존의

벌크 금속입자를 페이스트 방식으로 도포하거나 도금을 이용하는 경우에는 미세 선폭을 실현시키기 어렵기 때문이다. 따라서, 전도성을 가지는 금속 나노입자를 이용하여 초미세 선폭을 구현하려 하는 것이다.

<3> 금속 나노입자를 이용하여 잉크젯으로 토출 가능한 전도성 잉크를 만들기 위해서는 이들 나노입자를 특정 용매에 분산시키는 공정이 필요하게 된다. 이때의 공정은 제조된 금속 나노입자를 특정 용매에 넣고 일정 온도를 가해주며 교반하는 방식으로 이루어진다.

<4> 그러나 이와 같은 종래 방식은 전도성 금속 나노잉크의 고형분인 금속 입자입자를 많이 녹일 수 없다는 단점을 가진다. 금속 나노입자가 많이 녹지 않은 잉크의 경우, 사용자가 원하는 전도성 패턴의 높이를 만족시킬 수 없기 때문에, 고농도의 금속 나노잉크는 잉크젯 프린팅이 산업화로 이어지게 하는데 큰 장애물이라 할 수 있다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

<5> 본 발명의 목적은 단분산이 가능한 금속 나노입자의 종류에 관계없이 기존 방법에 비하여 고형분의 함량을 높일 수 있는 금속 나노잉크의 제조방법을 제공하는 것이다.

발명의 구성 및 작용

<6> 본 발명에서는,

<7> 단분산이 가능한 금속 나노입자를 제2 분산용매보다 상대적으로 낮은 끓는점을 가지는 제1 분산용매에 혼합하고 교반하여 제1 혼합용액을 준비하는 단계;

<8> 상기 제1 혼합용액에 제1 분산용매보다 상대적으로 높은 끓는점을 가지는 제2 분산용매를 혼합하고 교반하여 제2 혼합용액을 준비하는 단계; 및

<9> 분별증류법을 이용하여 상기 제1 분산용매를 제거하는 단계;

<10> 를 포함하는 잉크젯용 금속 나노잉크의 제조방법을 제공한다.

<11> 일 실시예에 따르면, 상기 제1 분산용매는 메탄올, 에탄올, 프로판올, 이소프로판올, 아세톤, 톨루엔 및 헥산으로 이루어진 군으로부터 선택되는 적어도 하나일 수 있다. 여기서, 상기 제1 혼합용액에서의 금속 나노입자의 함량은 5 내지 20 중량%일 수 있다.

<12> 일 실시예에 따르면, 상기 제2 분산용매는 에틸렌글리콜, 에틸렌글리콜 디에틸 에테르, 크실렌 및 테트라데칸으로 이루어진 군으로부터 선택되는 적어도 하나일 수 있다. 여기서, 상기 제2 혼합용액에 혼합되는 제2 분산용매는, 제1 분산용매가 제거된 후의 금속 나노잉크에서의 금속 나노입자의 함량이 20 내지 70 중량%가 되도록 혼합될 수 있다.

<13> 일 실시예에 따르면, 상기 제조방법은 제1 혼합용액을 준비한 후, 상기 제1 혼합용액을 농축하는 단계를 더 포함할 수 있다.

<14> 이하, 본 발명에 따른 금속 나노잉크의 제조방법에 대하여 보다 상세하게 설명하기로 한다.

<15> 종래 잉크젯용 금속 나노잉크는, 일반적으로 단분산 가능한 금속 나노입자를 분산용매에 넣고 가열 및 교반하는 방식으로 제조하였다. 그러나 이와 같은 방식은 금속 나노잉크에서 고형분인 금속 나노입자의 함량이 낮은 단점이 있다. 이에 본 발명에서는 잉크젯용 금속 나노잉크에서 고형분인 금속 나노입자의 함량을 높일 수 있는 제조방법을 제공하고자 한 것이다.

<16> 본 발명에 따른 금속 나노잉크의 제조방법은, 단분산이 가능한 금속 나노입자를 제2 분산용매보다 상대적으로 낮은 끓는점을 가지는 제1 분산용매에 혼합하고 교반하여 제1 혼합용액을 준비하는 단계; 상기 제1 혼합용액에 제1 분산용매보다 상대적으로 높은 끓는점을 가지는 제2 분산용매를 혼합하고 교반하여 제2 혼합용액을 준비하는 단계; 및 분별증류법을 이용하여 상기 제1 분산용매를 제거하는 단계;를 포함한다.

<17> 본 발명에서 사용가능한 제1 분산용매 및 제2 분산용매의 종류에는 특히 제한되는 것은 아니며, 사용되는 금속 나노입자가 수계 용매를 사용하여 제조되었는지, 또는 비수계 용매를 사용하여 제조되었는지에 따라 수계 또는 비수계 용매를 선택적으로 사용할 수 있다.

<18> 본 발명에서 사용가능한 금속 나노입자의 종류에는 특별히 제한되는 것은 아니며, 은(Ag), 금(Au), 구리(Cu), 니켈(Ni), 팔라듐(Pd), 백금(Pt), 및 이들의 합금 중에서 하나 이상을 사용할 수 있다. 상기 금속 나노입자는

입자의 크기는 작을수록 금속잉크의 토출이 용이하게 하며, 200nm 이하의 입자가 사용이 가능하나, 바람직하게는 50nm 이하의 입자가 잉크젯 토출에 좋은 영향을 준다.

<19> 본 발명의 일 실시예에 따르면, 제1 혼합용액을 준비하기 위한 제1 분산용매는 메탄올, 에탄올, 프로판올, 이소프로판올, 아세톤, 톨루엔 및 헥산으로 이루어진 군으로부터 선택되는 적어도 하나일 수 있다. 즉, 단독으로 사용하거나 2종 이상을 혼합하여 사용할 수 있다. 제1 분산용매는 금속 나노입자의 성질에 따라서 수계 또는 비수계를 선택적으로 사용할 수 있다.

<20> 여기서, 상기 제1 혼합용액은 제2 분산용매에 비하여 상대적으로 낮은 끓는점을 가지는 제1 분산용매를 과량으로 사용하여 제조하는 것이 바람직하다. 제1 혼합용액에서의 금속 나노입자의 함량은 낮을수록 분산성 면에서 유리한데, 예를 들면, 상기 제1 혼합용액에서의 금속 나노입자의 함량은 5 내지 20 중량%이고, 제1 분산용매의 함량은 80 내지 95 중량%가 되도록 할 수 있다. 여기서 금속 나노입자의 함량이 5중량% 미만이면 제1 분산용매의 양이 과도하게 사용되어 비효율적일 수 있고, 함량이 20중량%를 초과하면 용액 중에 금속 나노입자가 골고루 분산되지 않을 수 있어 바람직하지 않을 수 있다.

<21> 금속 나노입자와 제1 분산용매를 혼합하고 교반함으로써 제1 분산용매에 금속나노입자가 골고루 분산된 제1 혼합용액을 준비한다.

<22> 이와 같이 준비된 제1 혼합용액은 고형분의 함량이 최종적으로 제조되는 금속잉크의 고형분의 함량보다 상대적으로 낮은데, 이는 나노입자를 용매 내에 골고루 분산시키기 위한 것이며, 일 실시예에서는 나노입자를 분산시켜 제1 혼합용액을 준비한 후, 이를 농축시키고, 여기에 제2 분산용매를 혼합할 수 있다.

<23> 제1 혼합용매가 준비되면, 다음으로 여기에 제2 분산용매로서 제1 분산용매보다 상대적으로 끓는점이 높은 분산용매를 혼합하고 교반함으로써 제2 혼합용액을 준비한다.

<24> 일 실시예에 따르면, 상기 제2 분산용매는 에틸렌글리콜, 에틸렌글리콜 디에틸 에테르, 크실렌 및 테트라데칸으로 이루어진 군으로부터 선택되는 적어도 하나일 수 있다. 즉, 단독으로 사용하거나 2종 이상을 혼합하여 사용할 수 있다. 또한, 제2 분산용매는 금속 나노입자의 성질에 따라, 그리고 제1 혼합용액에서 사용된 제1 분산용매의 성질에 따라 수계 또는 비수계를 선택적으로 사용할 수 있다.

<25> 여기서, 제2 혼합용액에 혼합되는 제2 분산용매는, 제1 분산용매가 제거된 후의 금속 나노잉크에서의 금속 나노입자의 함량이 20 내지 70 중량%이고, 제2 분산용매의 함량이 30 내지 80 중량%가 되도록, 정량으로 혼합하는 것이 바람직하다. 금속 나노잉크 내에서 금속 나노입자의 함량이 20중량% 미만이면 나노잉크의 농도가 낮아 잉크젯으로 잉크 토출시 원하는 배선의 높이를 만족시킬 수 없어 여러 번 토출시켜야 하는 단점이 있을 수 있고, 함량이 70중량%를 초과하면 나노잉크의 점도가 높아져 잉크젯 노즐에서의 토출성이 떨어질 수 있다.

<26> 제2 분산용매를 혼합하여 제2 혼합용액을 준비한 뒤에는, 분별증류법을 이용하여 제1 분산용매를 제거한다.

<27> 제1 분산용매는 제2 분산용매보다 상대적으로 끓는점이 낮은 것을 사용하기 때문에 분별증류에 의하여 모두 제거될 수 있으며, 이를 통하여 제2 분산용매에 금속 나노입자가 분산된 고농도의 금속 나노잉크가 제조될 수 있다.

<28> 이와 같이 제조되는 금속 나노잉크는 금속 나노입자의 종류에 관계없이 분산용매를 가열하여 교반하는 기존의 방식에 비하여 고형분의 함량을 높일 수 있으며, 가열이 적기 때문에 잉크의 안정성도 상대적으로 높다고 할 수 있다.

<29> 이하, 실시예를 통하여 본 발명을 보다 상세하게 설명하고자 하나, 하기의 실시예는 단지 설명의 목적을 위한 것으로 본 발명을 제한하고자 하는 것은 아니다.

<30> <실시예 1>

<31> 은 나노입자 50g을 450g의 톨루엔에 45℃에서 3시간 동안 교반하여 10wt%의 제1 혼합용액을 제조하였다. 이 용액에 50g의 테트라데칸을 첨가하고 45℃에서 30분간 교반하여 제2 혼합용액을 제조하였다. 그 후, 제2 혼합용액을 50℃로 분별증류하여 제2 혼합용액 중의 450g의 톨루엔을 제거함으로써 50wt%의 비수계 은나노잉크를 제조하였다.

<32> <실시예 2>

<33> 은 나노입자 50g을 450g의 에탄올에 45℃에서 3시간 동안 교반하여 10wt%의 제1 혼합용액을 제조하였다. 이 용

액에 100g의 에틸렌글리콜 디에틸 에테르를 첨가하고 45℃에서 30분간 교반하여 제2 혼합용액을 제조하였다. 그 후, 제2 혼합용액을 50℃로 분별증류하여 제2 혼합용액 중의 450g의 에탄올을 제거함으로써 33wt%의 수계 은 나노잉크를 제조하였다.

<34> <실시예 3>

<35> 구리 나노입자 50g을 450g의 톨루엔에 45℃에서 3시간 동안 교반하여 10wt%의 제1 혼합용액을 제조하였다. 이 용액에 50g의 테트라데칸를 첨가하고 45℃에서 30분간 교반하여 제2 혼합용액을 제조하였다. 그 후, 제2 혼합용액을 50℃로 분별증류하여 제2 혼합용액 중의 450g의 톨루엔을 제거함으로써 50wt%의 비수계 구리나노잉크를 제조하였다.

<36> <실시예 4>

<37> 구리 나노입자 50g을 450g의 에탄올에 45℃에서 3시간 동안 교반하여 10wt%의 제1 혼합용액을 제조하였다. 이 용액에 100g의 에틸렌글리콜 디에틸 에테르를 첨가하고 45℃에서 30분간 교반하여 제2 혼합용액을 제조한다. 그 후, 제2 혼합용액을 50℃로 분별증류하여 제2 혼합용액 중의 450g의 에탄올을 제거함으로써 33wt%의 수계 구리나노잉크를 제조하였다.

<38> <비교예 1>

<39> 은 나노입자 50g을 50g의 테트라데칸에 첨가하고 45℃에서 30분간 교반하였다. 그 후, 분산되지 않은 은 나노입자를 필터링함으로써 20wt%의 비수계 은나노잉크를 제조하였다.

<40> <비교예 2>

<41> 은 나노입자 50g을 100g의 에틸렌글리콜 디에틸 에테르에 첨가하고 35℃에서 30분간 교반하였다. 그 후, 분산되지 않은 은 나노입자를 필터링함으로써 15wt%의 수계 은나노잉크를 제조하였다.

<42> <비교예 3>

<43> 구리 나노입자 50g을 50g의 테트라데칸에 첨가하고 45℃에서 30분간 교반하였다. 그 후, 분산되지 않은 구리 나노입자를 필터링함으로써 20wt%의 비수계 구리나노잉크를 제조하였다.

<44> <비교예 4>

<45> 구리 나노입자 50g을 100g의 에틸렌글리콜 디에틸 에테르에 첨가하고 35℃에서 30분간 교반하였다. 그 후, 분산되지 않은 구리 나노입자를 필터링함으로써 15wt%의 수계 구리나노잉크를 제조하였다.

<46> 상기 본 발명의 실시예에서 제조된 금속 나노잉크는 단일 용매를 사용하여 가열 분산시켜 제조되는 경우보다 2~3배 이상의 농도로 금속 나노입자를 녹일 수 있음을 알 수 있다.

<47> 본 발명은 상기 실시예에 한정되지 않으며, 많은 변형이 본 발명의 사상 내에서 당 분야에서 통상의 지식을 가진 자에 의하여 가능함은 물론이다.

발명의 효과

<48> 상술한 바와 같이 본 발명에 따른 금속 나노잉크의 제조방법은 고형분인 금속 나노입자의 함량을 보다 높일 수 있어 고농도의 금속 나노잉크의 제조가 가능하다.