(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2023년11월22일
(11) 등록번호 10-2605046
(24) 등록일자 2023년11월20일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C09D 11/037 (2014.01) *B41M 1/12* (2006.01)
B41M 1/22 (2006.01) *C09D 11/52* (2014.01)
H05K 1/03 (2006.01) *H05K 3/12* (2006.01)
(52) CPC특허분류
C09D 11/037 (2013.01)
B41M 1/12 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2019-7026320
(22) 출원일자(국제) 2018년02월08일
심사청구일자 2021년02월04일
(85) 번역문제출일자 2019년09월06일
(65) 공개번호 10-2019-0112803
(43) 공개일자 2019년10월07일
(86) 국제출원번호 PCT/IB2018/050789
(87) 국제공개번호 WO 2018/146617
국제공개일자 2018년08월16일
(30) 우선권주장
62/456,300 2017년02월08일 미국(US)
(56) 선행기술조사문헌
KR1020110002022 A*
WO2015192248 A1*
US05074978 A*
*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
내션얼 리서치 카운슬 오브 캐나다
캐나다, 케이1에이 0알6 온타리오, 오타와, 룸 2 9씨, 빌딩 엠-55, 몬트리올 로드 1200
(72) 발명자
켈, 아놀드 제이.
캐나다 케이1더블유 1이7, 온타리오 오타와, 노블우드 웨이 2211
파퀘, 샨탈
캐나다 케이0에이 1엘0, 온타리오 오타와, 델라니 드라이브 130
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
특허법인위더피플

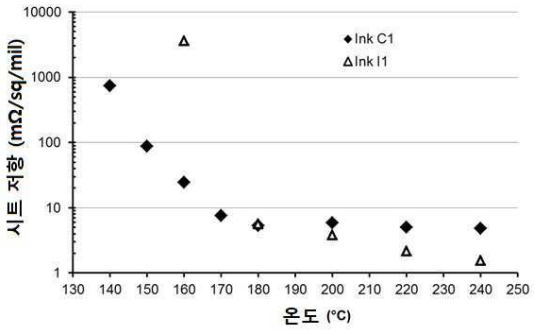
전체 청구항 수 : 총 16 항 심사관 : 조혜인

(54) 발명의 명칭 **열 안정성이 개선된 분자 잉크**

(57) 요 약

분자 잉크는 실버 카복실레이트(예를 들면, 실버 네오데카노에이트), 용매(예를 들면, 테르피네올) 및 중합체 결합제가 용매와 양립하도록 유도하는 기능기를 갖는 폴리에스테르, 폴리이미드, 폴리에테르 이미드 또는 그들의 임의의 혼합물을 포함하는 중합체 결합제를 함유한다. 상기 잉크는 보다 높은 실버 카복실레이트 함량을 사용하여 우수한 열적 안정성을 나타낸다.

대 표 도 - 도4



(52) CPC특허분류
B41M 1/22 (2013.01)
C09D 11/52 (2013.01)
H05K 1/03 (2019.01)
H05K 3/12 (2019.01)
(72) 발명자
모젠슨, 올가
캐나다 케이2지 6엠6, 온타리오 오타와, 브리들게이트 플레이스 12
말렌판트, 패트릭 롤랜드 루시엔
캐나다 케이4에이 0엘4, 온타리오 오타와, 오크크레스트 웨이 304
디오르, 바바나
캐나다 케이1엔 1케이7, 온타리오 오타와, 볼튼 스트리트 125-205

명 세 서

청구범위

청구항 1

실버 카복실레이트; 용매; 및 히드록실- 및/또는 카복실-말단 폴리에스테르를 포함하는 중합체 결합제를 포함하는 분자 잉크로서, 상기 실버 카복실레이트는 실버 네오데카노에이트가 잉크의 전체 중량을 기준으로 24 wt% 이상의 잉크 내 실버 로딩을 제공하는 양으로 잉크 내에 존재하는 것인, 분자 잉크.

청구항 2

잉크의 전체 중량을 기준으로 27 wt% 이상의 잉크 내 실버 로딩을 제공하는 양의 실버 네오데카노에이트를 포함하는 실버 카복실레이트; 용매; 및 중합체 결합제가 용매와 양립하도록 유도하는 기능기를 갖는 폴리에스테르, 폴리이미드, 폴리에테르 이미드 또는 그들의 임의의 혼합물을 포함하는 중합체 결합제를 포함하는 분자 잉크.

청구항 3

제2항에 있어서,

상기 중합체 결합제는 히드록실- 및/또는 카복실-말단 폴리에스테르를 포함하는 분자 잉크.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 실버 네오데카노에이트는 잉크의 전체 중량을 기준으로 60 wt% 이상의 양으로 잉크 내에 존재하는 것인, 분자 잉크.

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 실버 네오데카노에이트는 잉크의 전체 중량을 기준으로 80 wt% 이상의 양으로 잉크 내에 존재하는 것인, 분자 잉크.

청구항 6

제1항에 있어서,

상기 중합체 결합제는 잉크의 전체 중량을 기준으로 0.5 wt% 내지 3 wt%의 양으로 존재하는 것인, 분자 잉크.

청구항 7

제6항에 있어서

상기 용매는 테르펜 알코올을 포함하는 것인, 분자 잉크.

청구항 8

제6항에 있어서,

상기 용매는 α-테르피네올을 포함하는 것인, 분자 잉크.

청구항 9

제8항에 있어서,

상기 용매는 잉크의 전체 중량을 기준으로 10 wt% 내지 40 wt%의 양으로 잉크 내에 존재하는 것인, 분자 잉크.

청구항 10

기판 상에 전도성 실버 트레이스를 생성하는 방법으로, 상기 방법은:

기판 상에 제1항 내지 제9항 중 어느 한 항에 따른 분자 잉크를 증착하여 기판 상에 잉크의 비-전도성 트레이스를 형성하는 단계, 및

상기 기판 상에 잉크의 비-전도성 트레이스를 소결하여 전도성 실버 트레이스를 형성하는 단계를 포함하는 방법.

청구항 11

제10항에 있어서,

상기 소결은 180℃ 이상의 온도에서 1분 내지 180분의 시간 동안 수행되는 것인, 방법.

청구항 12

제10항에 있어서,

상기 기판은 폴리에틸렌 테레프탈레이트, 폴리올레핀, 폴리디메틸실록산, 폴리스티렌, 아크릴로니트릴/부타디엔/스티렌, 폴리카보네이트, 폴리이미드, 열가소성 폴리우레탄, 실리콘 멤브레인, 울, 실크, 면, 아마, 황마, 모드, 대나무, 나일론, 폴리에스테르, 아크릴, 아라미드, 스판덱스, 폴리락티드, 종이, 유리, 금속 또는 유전 코팅을 포함하는 것인, 방법.

청구항 13

제10항에 있어서,

상기 증착은 스크린 인쇄를 포함하는 것인, 방법.

청구항 14

제1항 내지 제9항 중 어느 한 항에 따른 잉크로부터 생성된 전도성 실버 트레이스를 포함하는 기판.

청구항 15

제14항에 있어서,

상기 트레이스는 적어도 한 시간 동안 230℃를 초과하는 온도에서 노출된 후에도 ASTM F1683-09에 따른 굴곡 및

주름 시험을 통과하는 것인, 기판.

청구항 16

제14항에 따른 기판을 포함하는 전자 장치.

청구항 17

삭제

청구항 18

삭제

청구항 19

삭제

청구항 20

삭제

청구항 21

삭제

청구항 22

삭제

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 출원은 잉크, 특히 인쇄가능한 분자 잉크에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 나노입자 잉크의 기계적 특성은 전형적으로 불량하다. 또한, 트레이스의 두께는 기계적 특성을 향상시키기 위해 감소될 수 있으나, 나노입자의 얇은 층으로부터 유래된 트레이스는 더 낮은 부피 저항값을 갖는다. 에틸 셀룰로오스 결합제를 이용하여 생성된 분자 잉크는 상당히 향상된 기계적 특성(국제 특허 공개 WO 2015/192248, 2015년 12월 23일 공개)을 갖는 것으로 입증되어 있다. 그러나, 상기 제제로부터 인쇄된 트레이스가 긴 시간 동안(>20 분) 고온(230℃)에 적용되는 경우에는, 기계적 고장이 초래될 수 있다(즉, 굴곡 또는 주름 테스트에 따른 저항 변화가 10% 보다 크게 됨). 다수의 층이 장치에 구성될 때, 제1층으로 인쇄된 분자 잉크로부터 생성된 트레이스는 220℃를 초과하는 온도에서 20-30분 동안 처리되어야 하므로, 상기 고장은 잉크가 다수의 층 공정에서 사용되는 경우 문제를 일으킬 수 있다. 또한, 가장 좁은 트레이스(3-5 mil 선 폭)는 보다 넓은 트레이스(약 7-20 mil 트레이스)보다 더 빠르게 소결되는 경향이 있다. 이와 같이, 선 폭 또는 두께에 관계 없이, 모든 트레이스가 동일한 조건 하에서 처리되도록 하기 위해 처리 조건을 정밀하게 조정하는 것은 어려울 수 있다.

[0003] 이러한 분자 잉크에 대하여, 소결 온도를 낮추고 소결 시간을 증가시킴으로써 생성된 트레이스의 기계적 특성을 향상시킬 수 있다. 그러나, 200℃ 미만의 온도에서 소결된 트레이스의 저항률은 보다 높은 온도에서 소결되는 경우에 비해(230 ℃) 1.3배 까지 더 높을 수 있다.

[0004] 따라서, 고온(예를 들면, >230 ℃) 및/또는 장시간(예를 들면, >20분)에서 소결을 가능하게 하는 개선된 열적 안정성을 갖고, 우수한 기계적 특성(예를 들면, ASTM F1683-02에 따른 굴곡 및 주름 테스트 이후의 저항에서의 10% 미만의 변화) 및 낮은 저항률(예를 들면, <5 mΩ/sq/mil)을 갖는 좁은 전도성 라인(예를 들면, <100 μm 또는 약 4 mil)을 생성하는 잉크 제제에 대한 필요성이 존재한다.

발명의 내용

[0005] 실버 염의 로딩량을 80 중량%(32 중량% 실버) 이상까지 증가시킬 수 있는 분자 실버 잉크는 이상적인 열적 안정성을 갖는 트레이스의 생성을 가능하도록 제조된다.

[0006] 일 양태에서, 실버 카복실레이트; 용매; 및 하이드록실- 및/또는 카르복실-말단 폴리에스테르를 포함하는 중합체 결합제를 포함하는 분자 잉크가 제공된다.

[0007] 다른 양태에서, 잉크의 전체 중량을 기준으로 약 24 wt% 이상의 잉크 내 실버 로딩을 제공하는 양의 실버 카복실레이트; 용매; 및 중합체 결합제가 용매와 양립하도록 유도하는 기능기를 갖는 폴리에스테르, 폴리이미드, 폴리에테르 이미드 또는 임의의 그들의 혼합물을 포함하는 중합체 결합제를 포함하는 분자 잉크가 제공된다.

[0008] 다른 양태에서, 기판 상에 전도성 실버 트레이스를 생성하는 방법이 제공되고, 상기 방법은 기판 상에 분자 잉크를 증착시켜 기판 상에 잉크의 비-전도성 트레이스를 형성하는 단계, 및 상기 기판 상의 잉크의 비-전도성 트레이스를 소결하여 전도성 실버 트레이스를 형성하는 단계를 포함한다.

[0009] 다른 양태에서, 상기 기술된 방법으로 생성된 전도성 실버 트레이스를 포함하는 기판이 제공된다.

[0010] 다른 양태에서, 상기 기술된 방법으로 생성된 전도성 실버 트레이스를 갖는 기판을 포함하는 전자 장치가 제공된다.

[0011] 추가의 특징이 다음의 상세한 설명의 과정에 기재되거나 명백해질 것이다. 본 명세서에 기재된 각각의 특징은 임의의 하나 이상의 기재된 다른 특징과 임의의 조합으로 사용 될 수 있고, 각각의 특징은 당업자에게 명백한것을 제외하고는 다른 특징의 존재에 반드시 의존하지 않는다는 것을 이해해야 한다.

도면의 간단한 설명

[0012] 명확한 이해를 위해, 첨부된 도면을 참조하여 바람직한 구체예를 상세히 설명할 것이다:

도 1은 전단 응력이 735에서 4335 Pa로 증가함에 따라 점도가 약 180000에서 약 31000 cP로 감소하고(충진된 원) 전단 응력이 530 Pa로 회복됨에 따라 점도가 약 130000cP(중공 다이아몬드)로 복귀하는 분자 잉크(잉크 I1)의 점도에 대한 그래프이다.

도 2A 및 도 2B는 건조되었지만 소결되지는 않은, 본 발명의 분자 잉크로부터 스크린 인쇄된 트레이스의 3 차원 분석기 이미지(도 2A) 및 단면 분석(도 2B)을 나타낸다. 인쇄된 트레이스의 선 폭 및 선 간격은 각각 약 64 ± 6 μm 및 약 34 ± 1 μm 이다.

도 3A 및 도 3B는 건조 및 소결된, 본 발명의 분자 잉크로부터 스크린 인쇄된 트레이스의 3 차원 분석기 이미지(도 3A) 및 단면 분석(도 3B)을 나타낸다. 인쇄된 트레이스의 선 폭 및 선 간격은 각각 약 70 ± 5 μm 및 약 28 ± 1 μm이다.

도 4는 다른 배합을 갖는 다른 AgND 잉크(잉크 C1)와 비교한 본 발명의 실버 네오데카노에이트(AgND) 잉크(잉크 I1)에 대한 소결 온도(℃)의 함수로서 시트 저항(mΩ/sq/mil)에 대한 그래프를 나타낸다.

도 5는 잉크 11로부터 생성된된 4.6, 8.4 및 22.8 mil 트레이스(측정된 선 폭)에 대한 시트 저항(mΩ/sq/mil) 대 소결 온도(℃)의 플롯을 나타낸다.

도 6A는 240℃에서 30 분 동안 가열한 후, 잉크 C1로부터 생성된 트레이스에 대한 주름 시험의 결과를 보여주는 사진들을 나타낸다.

도 6B는 240℃에서 30 분 동안 가열한 후, 잉크 I1로부터 생성된 트레이스에 대한 주름 시험의 결과를 보여주는 사진들을 나타낸다.

도 7A는 240℃에서 30 분 동안 가열한 후, 잉크 C1로부터 생성된 트레이스상에 스카치 테이프를 이용한 접착력 시험 결과를 나타내는 사진이다.

도 7B는 240℃에서 30 분 동안 가열한 후, 잉크 I1로부터 생성된 트레이스상에 스카치 테이프를 이용한 접착력 시험 결과를 나타내는 사진이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0013] 실버 카복실레이트는 실버 이온 및 카복실산 모이어티를 함유하는 유기기를 포함한다. 상기 카복실레이트는 바람직하기는 1 내지 20개의 탄소 원자, 더욱 바람직하기는 6 내지 15개의 탄소 원자, 더욱더 바람직하기는 8 내지 12개의 탄소 원자, 예를 들면 10개의 탄소 원자를 포함한다. 상기 카복실레이트는 바람직하기는 알카노에이트이다. 상기 실버 카복실레이트는 바람직하기는 알카노인산의 실버 염이다. 바람직한 실버 카복실레이트의 몇몇 비-제한적 예로는 실버 에틸헥사노이에트, 실버 네오데카노에이트, 실버 벤조에이트, 실버 페닐아세테이트, 실버 이소부틸일아세테이트, 실버 벤조일아세테이트, 실버 옥살레이트, 실버 피발레이트 및 그들의 유도체 및 그들의 혼합물이 있다. 실버 네오데카노에이트가 특히 바람직하다. 하나 또는 그 이상의 실버 카복실레이트가 잉크 내에 존재할 수 있다. 상기 실버 카복실레이트는 바람직하기는 잉크 내에 분산된다. 바람직하기는, 상기 잉크는 금속 실버 물질의 프레이트 또는 그밖의 입자를 함유하지 않는다.

[0014] 상기 실버 카복실레이트는 바람직하기는 잉크의 전체 중량을 기준으로 잉크 내에 약 19 wt% 이상의 실버 로딩을 제공하기 위한 양으로 존재한다. 더욱 바람직하기는 약 23 wt% 이상, 또는 약 24 wt% 이상, 또는 약 25 wt% 이상, 또는 약 27 wt% 이상, 또는 약 31 wt% 이상, 또는 약 32 wt% 이상의 실버 로딩량을 제공한다. 상기 실버 카복실레이트가 실버 네오데카노에이트인 경우, 상기 실버 네오데카노에이트는 바람직하기는 잉크의 전체 중량을 기준으로 약 50 wt% 이상, 또는 약 60 wt% 이상, 또는 약 65 wt%이상, 또는 약 70 wt% 이상 또는 약 80 wt% 이상의 양으로 잉크 내에 존재할 수 있다.

[0015] 상기 용매는 바람직하기는 실버 염 또는 중합체 결합제 중 하나 또는 둘 다와 양립할 수 있다. 상기 용매는 바람직하기는 실버 염 또는 중합체 결합제 둘 다와 양립할 수 있다. 상기 실버 염 및/또는 중합체 결합제는 바람직하게는 가용성, 예를 들면 용매에서 가용성이다. 상기 용매는 바람직하기는 유기 용매, 더욱 바람직하기는 비-방향족 유기 용매이다. 비-방향족 유기 용매는 예를 들면, 테르펜(예를 들면, 테르펜 알코올), 글리콜 에테르(예를 들면, 디프로필렌 글리콜 메틸 에테르), 알코올(예를 들면, 메틸시클로헥사놀, 옥타놀, 헵타놀), 카르비톨(예를 들면, 2-(2-에톡시에톡시)에탄올) 또는 그들의 혼합물을 포함한다. 상기 용매는 바람직하기는 테르펜, 더욱 바람직하기는 테르펜 알코올을 포함한다. 테르펜 알코올은 모노테르펜 알코올, 세스퀴테르펜 알코올 등을 포함할 수 있다. 예를 들면, 테르피네올, 게라니올 등과 같은 모노테르펜 알코올이 바람직하다. 예를 들면, α-테르피네올, β-테르피네올, γ-테르피네올, 및 테르피넬-4-올과 같은 테르피네올이 특히 바람직하다. α-테르피네올이 특별히 바람직하다. 상기 용매는 잉크의 전체 중량을 기준으로 임의의 적합한 양, 바람직하기는 약 1 wt% 내지 약 50 wt%의 양으로 잉크 내에 존재할 수 있다. 더욱 바람직하기는 약 5 wt% 내지 약 50 wt%, 또는 약 10 wt% 내지약 40 wt%의 양으로 존재한다.

[0016] 상기 중합체 결합제는 상기 중합체 결합제가 용매와 양립가능하게 유도하는 기능기를 갖는 폴리에스테르, 폴리이미드, 폴리에테르 이미드 또는 그들의 혼합물 포함한다. 바람직하기는, 상기 중합체 결합제는 가용성, 예를 들면 용매에서 가용성이다. 따라서, 용매 내의 중합체 결합제 혼합물은 상당한 상 분리를 야기하지 않는다. 상기 중합체 결합제가 용매와 양립가능하게 유도하는 기능기는 수소 결합, 예를 들면 하나 또는 그 이상의 히드록실, 카복실, 아미노 및 설포닐기에 관여할 수 있는 극성기이다. 바람직하기는, 상기 중합체 결합제는 말단 히드록실 및/또는 카복실기를 포함한다. 상기 중합체 결합제는 바람직하기 상기 폴리에스테르가 용매와 양립가능하게 유도하는 기능기를 갖는 폴리에스테르를 포함한다. 더욱 바람직하기는, 상기 중합체 결합제는 히드록실- 및/또는 카복실-말단 폴리에스테르이다.

[0017] 상기 중합체 결합제는 잉크의 전체 중량을 기준으로 임의의 적합한 양, 바람직하기는 약 0.1 wt% 내지 약 5 wt%의 양으로 잉크 내에 존재할 수 있다. 더욱 바람직하기는 약 0.5 wt% 내지 약 3 wt%, 또는 약 1 wt% 내지 약 2 wt%의 양으로 존재한다.

[0018] 상기 중합체 결합제를 갖는 잉크는 장시간 동안 고온, 예를 들어 약 230 ℃ 이상의 온도에서 적어도 약 1 시간 동안 가열된 후에도 좁은 트레이스의 균일한 처리를 가능하게 한다. 또한, 상기 중합체 결합제는 유리하게도 잉크 내에 유동성 개질제의 존재를 요구하지 않는다. 잉크의 점도는 잉크 내의 실버 염의 양을 조정함으로써 조절될 수 있다. 따라서, 상기 중합체 결합제는 보다 낮은 농도로 사용될 수 있는 한편, 점도에 과도한 영향을 미침이 없이 더 많은 실버 염, 따라서 더 높은 실버 로딩량의 사용을 가능하게 한다. 이러한 특성들은 스크린 인쇄에 특히 적합하며, 여기서 전단 응력의 적용은 도 1에 도시된 바와 같이 페이스트의 점도를 상당히 감소시킨다. 또한, 중합체 결합제에 대한 실버 로딩량의 중량비는 10:1 이상, 또는 심지어 15:1 이상, 또는 심지어 20:1 이상일 수 있다. 결합제 농도의 감소와 함께 실버 카르복실레이트 농도의 증가는 이전에 입증(예를 들면, <5 mΩ/sq/mil 및 좁은 특징을 인쇄할 수 있는 능력)된 것에 비해 더 낮은 비저항 값을 갖는 소결된 실버 트레이스의 생성을 유도한다.

[0019] 상기 기술된 분자 잉크는 특히 오랜 시간 동안 고온에 노출된 후에도 굴곡 및 주름 시험을 견딜 수 있는 능력과 관련하여, 이상적인 열적 안정성을 갖는 트레이스의 생성을 가능하게 한다. 바람직하게는, 상기 잉크 트레이스는 약 1 시간 이상 동안 약 230℃ 보다 높은 온도에 노출된 후에도 굴곡 및 주름 시험을 견딜 수 있다. 상기 분자 잉크로부터 제조된 트레이스는 약 180-300℃의 온도에 노출되는 경우에도 기계적 안정성을 가질 수 있다

[0020] 일 구현예에서, 상기 분자 잉크는 실버 카르복실레이트, 용매, 및 하이드록실- 및/또는 카르복실-말단 폴리에스테르를 포함하는 중합체 결합제로 구성된다. 또 다른 구현예에서, 상기 분자 잉크는 잉크의 전체 중량을 기준으로 약 24 중량% 이상의 잉크 내 실버 로딩을 제공하기 위한 양의 실버 카복실레이트, 용매; 및 상기 중합체 결합제가 용매와 양립가능하게 유도하는 기능기를 갖는 폴리에스테르, 폴리이미드, 폴리에테르 이미드 또는 임의의 혼합물을 포함하는 중합체 결합제로 구성된다.

[0021] 상기 잉크는 임의의 적합한 방법으로 기판 상에 증착되어 기판 상에 잉크의 비-전도성 트레이스를 형성할 수 있다. 상기 잉크는 인쇄, 예를 들면 스크린 인쇄, 잉크젯 인쇄, 플렉소그래피 인쇄, 그라비어 인쇄, 오프-세트 인쇄, 스탬프 인쇄, 에어브러싱, 에어로졸 인쇄, 타이프세팅, 또는 임의의 다른 방법에 적합하다. 상기 잉크는 다양한 상이한 인쇄 기술에 대해 고유하게 최적화가능하다.

[0022] 기판 상에 증착된 이후에, 비-전도성 트레이스 내의 실버 카르복실레이트의 건조 및 분해는 전도성 트레이스를 형성한다. 건조 및 분해는 임의의 적합한 기술에 의해 달성될 수 있으며, 여기서 상기 기술 및 조건들은 트레이스가 침착된 기판의 유형 및 잉크 내의 실버 카르복실레이트의 유형에 의해 지도된다. 예를 들면, 잉크의 건조 및 실버 카르복실레이트의 분해는 가열(열, IR, 마이크로파 등) 및/또는 강한-펄스 광-기반 광자 소결에 의해 달성될 수 있다.

[0023] 하나의 기술에서, 상기 기판의 가열은 트레이스를 건조 및 소결시켜 전도성 트레이스를 형성한다. 소결은 실버 카르복실레이트를 분해하여 실버의 전도성 입자(예를 들면, 나노입자)를 형성한다. 가열은 잉크로부터 형성된 전도성 트레이스의 기계적 특성을 손상시키지 않으면서도 더 긴 시간 동안 비교적 높은 온도 범위에서 행될 수 있다는 장점이 있으며, 특히 잉크의 다수의 층이 증착되어 처리되어야 하는 적용분야, 및 기판의 열성형을 포함하는 적용분야에서 특히 유리하다.

[0024] 가열은 약 150℃ 이상, 또는 165℃ 이상, 또는 175℃ 이상, 또는 180℃ 이상, 또는 185℃ 이상, 또는 200℃ 이상이다, 또는 220℃ 이상, 또는 230℃ 이상, 또는 240℃ 이상의 온도에서 수행될 수 있으며, 우수한 기계적 특성을 갖는 비교적 높은 전도성 실버 트레이스를 생성할 수 있다. 일 구현예에서, 온도는 약 200℃ 내지 약 250℃이다.

[0025] 가열은 바람직하기는 약 1 내지 180 분, 예를 들면 5 내지 120 분, 또는 5 내지 60 분의 시간 동안 수행된다. 가열은 기판 상의 트레이스를 소결하여 전도성 트레이스를 형성할 수 있는 온도 및 시간 사이의 충분한 균형에서 수행된다. 잉크의 향상된 열 안정성은 장시간 동안, 예를 들면 1 시간 이상 가열하는 것을 가능하게 한다. 가열 장치의 유형은 또한 소결에 필요한 온도 및 시간에 영향을 미친다. 소결은 산화 분위기(예를 들면, 공기) 또는 분활성 분위기(예를 들면, 질소 및/또는 아르곤 가스) 하에 기판으로 수행될 수 있다.

[0026] 다른 기술에서, 광자 소결 시스템은 빛의 광대역 스펙트럼을 전달하는 고강도 램프(예를 들면, 펄스형 제논 램프)를 특징으로 할 수 있다. 상기 램프는 트레이스에 약 5 내지 27 J/cm^2의 에너지를 전달할 수 있다. 펄스 폭은 바람직하기는 약 0.58-1.5 ms의 범위이다. 구동 전압은 바람직하게는 약 1.6-3.0kV이다. 광자 소결은 주변 조건(예를 들면, 공기) 하에서 수행될 수 있다. 광자 소결은 폴리에틸렌 테레프탈레이트 및 폴리이미드 기판에 특히 적합하다.

[0027] 기판 상에 잉크를 건조 및 소결하여 형성된 전도성 트레이스는 임의의 원하는 두께 및 폭을 가질 수 있다. 비교적 높은 전도성(예를 들면, 비교적 낮은 비저항)을 유지하면서 비교적 얇고 및/또는 좁은 전도성 트레이스를 형성하기 위해 잉크가 건조되고 소결될 수 있다는 장점이 있다. 상기 잉크는 동일한 회로에서 약 50 μm 내지 약 1000 μm 범위의 선 폭을 갖는 기능성 트레이스가 사용되는 적용분야에 잘 적합하다. 그러나, 전도성 트레이스는 50 ㎛ 미만의 폭 및/또는 두께를 가질 수 있으므로, 전자 회로의 소형화를 가능하게 한다. 일 실시예에서, 상기 잉크는 1 시간 동안 230℃에서 가열된 후에도, ASTM F1683-02 굴곡 및 주름 시험을 통과할 수 있는 5-2.0 mΩ/sq/mil의 부피 저항값과 약 3.5-23.0 mil의 측정된 선 폭을 갖는 트레이스의 균일한 처리를 가능하게 한다.

[0028] 상기 기판은 임의의 적합한 표면, 특히 인쇄가능한 표면일 수 있다. 적합한 표면은 예를 들면, 폴리에틸렌 테레프탈레이트(PET)(예를 들면, Melinex ™), 폴리올레핀(예를 들면, 실리카-충전된 폴리올레핀(Teslin™)), 폴리디메틸실록산(PDMS), 폴리스티렌, 아크릴로니트릴/부타디엔/스티렌, 폴리카보네이트, 폴리이미드(예를 들면,

Kapton™), 열가소성 폴리우레탄(TPU), 실리콘 멤브레인, 울, 실크, 면, 아마, 황마, 모드, 대나무, 나일론, 폴리에스테르, 아크릴, 아라미드, 스판덱스, 폴리락티드, 종이, 유리, 코팅된 유리(예를 들면, ITO-코팅된 유리), 금속, 유전 코팅 등을 포함한다.

[0029] 기판 상의 증착된 전도성 트레이스는 전자 디바이스, 예를 들면 전기 회로, 전도성 버스 바(예를 들면, 광전지용), 센서(예를 들면, 터치 센서, 웨어러블 센서), 안테나(예를 들면, RFID 안테나), 박막 트랜지스터, 다이오드, 스마트 패키징(예를 들면, 스마트 약물 포장), 장비 및/또는 차량의 적합한 인서트, 저 패스 필터(low pass filter)를 포함하는 다층 회로 및 MIM 장치, 주파수 선택성 표면, 고온에 견딜 수 있는 적합한 표면 상의 트랜지스터 및 안테나와 통합될 수 있다. 상기 잉크는 전자 장치의 소형화를 가능하게 한다.

[0030] 실시예:

[0031] *실시예 1: 실버 네오데카노에이트 잉크*

[0032] 실버 네오데카노에이트(AgND)-기반 잉크를 하기의 표 1에 기술된 바와 같이 제조하였다. 잉크 I1는 본 발명에 따라 배합하고, 잉크 C1는 AgND-기반 잉크의 다른 배합을 갖는 비교예로 하였다. 상기 잉크들은 모든 성분들을 조합하여 제조하고, 용액이 균질해질 때까지 플러드 믹서에서 혼합하였다. 2개의 중합체 결합제 중 하나를 잉크에 첨가하였다: Rokrao1™ 7005(폴리에스테르) 또는 에틸 셀룰로스 46 cP.

표 1

[0033]

잉크 성분	Ink I1	Ink C1
실버 네오데카노에이트 (wt%)	60	52.1
Rokrapol™ 7075 (wt%)	1.6	/
에틸셀룰로오스 46cp (wt%)	/	4.2
테르피네올 (wt%)	38.4	/
옥탄올 (wt%)	/	12.0
디에틸벤젠 (wt%)	/	35.9

[0034] 상기 잉크들을 400의 메쉬 카운트(mesh count)를 갖는 스크린(19 ㎛의 스레드 직경 및 45 μm 메쉬 개구를 갖는 스테인레스 스틸 스크린)을 이용하여 Kapton™ HPP-ST의 8.5x11" 시트 상에 스크린 인쇄하였다. 도 2A 및 2B(인쇄 및 건조 트레이스에 대해) 및 3A 및 3B(인쇄, 건조 및 소결 트레이스용)에 도시한 바와 같이, 상기 잉크 I1는 건조 트레이스의 경우 각각 664±6 / 34±1 μm 및 건조 및 소결 트레이스의 경우 각각 70±5 / 28±1 μm의 선 폭/라인 간격을 갖는 트레이스를 생성할 수 있다. 길이가 10 cm 및 2-20 mil의 공칭 폭을 갖는 스크린 인쇄 라인을 또한 제조하였다. 이러한 인쇄된 트레이스들을 하기의 표 2에 기술한 가열 프로그램을 사용하여 ~140°C 내지 240°C에서 변화하는 리플로우 온도(T)에서 공기 중에 열적으로 소결하였다. 하기의 온도는 Kapton ™ 기판에 부착된 열전대에 의해 측정된 온도를 포함한다.

표 2

[0035]

영역	전방	후방	시간, sec
사전-열처리 1	100°C	100°C	300
사전-열처리 2	150°C	150°C	300
담그기	160°C	160°C	300
리플로우	T	T	3600
냉각	60°C	60°C	300

[0036] 상기 트레이스의 전기적 특성은 ohm 미터를 이용하여 10 ㎝의 긴 트레이스에 걸친 저항을 측정하는 것을 특징으로 하였다. 소결 트레이스의 폭 및 두께는 광학 분석기(Cyber Technologies 3D Surface Profiler)를 사용하여 측정하였다. 상기 트레이스 폭은 각각의 10-cm 길이 트레이스에서 정사각형의 수를 결정하는데 사용될 수 있고, 그 다음 시트 저항을 계산하는데 사용될 수 있다. 상기 두께 측정을 이용하여, 트레이스에 대한 시트 저항값을 계산하였다. 소결 트레이스의 전기적 특성을 하기의 표 3에 나타내었다.

[0037] 도 4로부터 알 수 있듯이, 잉크 C1로부터 60 분 동안 생성된 약 21 mil의 트레이스의 소결은 약 180 ℃까지의

잉크 I1와 비교하여 더 낮은 시트 저항값을 갖는 트레이스를 생성할 수 있다는 것이 확인되었다. 약 180℃ 보다 높은 온도에서, 잉크 C1로부터 생성된 트레이스들은 약 5 mΩ/sq/mil의 시트 저항값을 가지나, 잉크 I1로부터 생성된 것들은 약 1.5 mΩ/sq/mil까지 지속적으로 감소하였다.

[0038] 잉크 I1 대 소결 온도의 시트 저항성을 또한 4.6 내지 22.8 mil의 선 폭을 갖는 잉크 트레이스에 대해 측정하였다. 소결 온도는 180 ℃ 내지 240 ℃(기판 온도)이고, 소결 시간은 50 분이다. 그 결과를 도 5에 나타내었다. 도 5로부터 알 수 있듯이, 잉크는 240℃의 높은 온도에서 소결되는 경우에도 매우 낮은 시트 저항성을 갖는 매우 좁은 전도성 트레이스를 생성할 수 있고(특히, 4.6mil 선 참고), 모든 선 폭에 대하여, 소결된 트레이스의 저항성은 소결 온도가 증가함에 따라 감소하는 것으로 확인되었다. 상기 데이터는 잉크 I1의 우수한 열적 안정성을 예시한다. 점점 더 높은 온도(>230 ℃)에서 20분 동안 더 긴 시간 동안, 가장 좁은 트레이스(약 3-4mil 미만의 선 폭), 잉크 C1는 전형적으로 비전도성 트레이스를 생성한다.

[0039] 하기의 표 3은 배치 리플로우 오븐에서 50분 동안 240 ℃(기판 온도)에서 소결되어 잉크 I1로부터 생성된 공칭 선 폭 2-20 mil를 갖는 100 mm(1,000,000㎛)의 긴 스크린 인쇄 트레이스에 대한 물리적 데이터(공칭 및 측정된 선 폭 및 트레이스 두께) 및 전기 특성(시트 저항 및 비저항값)을 나타낸다. 하기의 표 3으로부터 알 수 있듯이, 비교적 긴 시간 동안 비교적 높은 온도에서 잉크 I1를 소결하여 생성된 전도성 트레이스가 넓은 선 폭 범위에 걸쳐 지속적으로 매우 낮은 저항값을 가지는 것으로 나타났으며, 이로써 잉크 I1의 우수한 열안정성이 다시 한번 확인되었다.

표 3

[0040]

공칭 선 폭 (mil)	Ω	선 폭 (mil)	선 폭 (㎛)	sq의 #	mΩ/sq	선두께 (㎛)	mΩ/sq/mil
20	18.8±1.0	23.1±0.9	586.0±24.0	172±8	110±12	0.54±0.07	1.7±0.2
15	25.0±0.3	18.0±0.2	456.7±6.0	221±2	113±23	0.48±0.06	2.1±0.4
10	39.2±2.4	12.9±0.3	326.7±8.6	307±3	128±28	0.39±0.08	1.9±0.4
5	85.2±2.7	8.0±1.2	202.3±30.8	497±12	172±28	0.32±0.08	2.4±0.4
3	157.6±2.1	5.5±1.5	147.4±37.4	685±15	350±28	0.20±0.08	2.3±0.4
2	263.2±1.9	4.6±1.4	117.8±35.9	852±14	309±11	0.19±0.05	2.4±0.1

[0041] ASTM F1683-09에 따른 주름 시험을 240 내지 245℃ 에서 50 분 동안 잉크 I1를 소결시켜 생성된 트레이스에 대해 수행하였다. 그 결과를 하기의 표 4에 나타내었다. 하기의 표 4로부터 알 수 있듯이, 저항성은 시험 중 어느 하나에서도 5% 이상 증가하지 않음이 확인되었다.

표 4

[0042]

	선 폭 (mil)	굽힘 시험 이후의 저항의 % 변화, 인장	굽힘 시험 이후의 저항의 % 변화, 압축	주름 시험 이후의 저항의 % 변화, 인장	주름 시험 이후의 저항의 % 변화, 압축	시험 라인의 #
Avg.	23.1	1.0	2.6	0.5	4.9	35
SD	0.9	1.7	2.6	1.9	3.2	
Avg.	18	0.9	2.8	0.7	4.0	35
SD	0.2	1.6	2.5	1.2	2.5	
Avg.	12.9	2.2	3.1	0.5	3.3	35
SD	0.3	1.5	2.9	1.1	2.8	
Avg.	8	2.4	3.3	1.1	2.6	34
SD	1.2	1.4	1.8	1.3	1.8	
Avg.	5.8	3.5	4.5	1.0	2.1	20
SD	1.5	2.0	2.4	0.6	0.7	
Avg.	4.6	1.1	2.2	0.9	1.1	5
SD	1.4	0.3	0.4	0.2	0.2	

[0043] Avg. = 평균; SD = 표준편차

[0044] ASTM F1683-09에 따른 주름 시험은 240℃에서 30분 동안 잉크 C1 및 잉크 I1를 소결하여 생성된 트레이스상에서

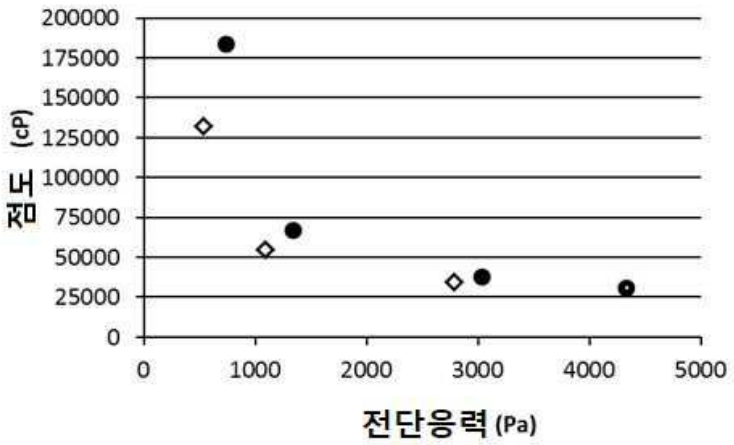
수행되었다. 도 6A는 잉크 C1에 대한 결과를 나타내는 사진이고, 도 6B는 잉크 I1의 결과를 보여주는 사진들이다. 도 6A 및 도 6B에서 사진 (ii) 및 (iii)는 각각 사진 (i)의 확대도이다. 도 6A 및 도 6B에 대한 확대도 (ii) 및 (iii)에서 가장 잘 볼 수 있는 바와 같이, 셀룰로오스계 중합체를 함유하는 트레이스는 분해/파괴(도 6A(ii) 및 도 6A(iii))된 반면, Rokrapol™ 7075를 함유하는 트레이스들은 주름 시험에 영향을 받지 않고 존재하는 것으로 나타났다(도 6B(ii) 및 도 6B(iii)).

[0045] 240℃에서 30 분 동안 잉크 C1 및 잉크 I1를 소결하여 생성된 트레이스 상에 스카치 테이프를 이용하여 접착 시험을 수행하였다. 도 7A는 잉크 C1에 대한 결과를 나타내는 사진이고, 도 7B 는 잉크 I1의 결과를 보여주는 사진들이다. 도 7A 및 도 7B에서 사진(i)은 스카치 테이프가 적용된 트레이스를 나타낸다. 도 7A 및 도 7B에서 사진(ii)은 스카치 테이프가 제거된 후의 트레이스를 나타낸다. 도 7A(ii)로부터 알 수 있는 바와 같이, 셀룰로스계 중합체(잉크 C1)가 트레이스의 제조에 사용되는 경우 상당한 양의 트레이스가 제거되는 것으로 나타났다. 반면, 도 7B(ii)에서 알 수 있는 바와 같이, Rokrapol™ 7050(잉크 I1)가 트레이스의 제조에 사용되는 경우 검출 불가능한 양의 트레이스가 제조되는 것으로 확인되었다.

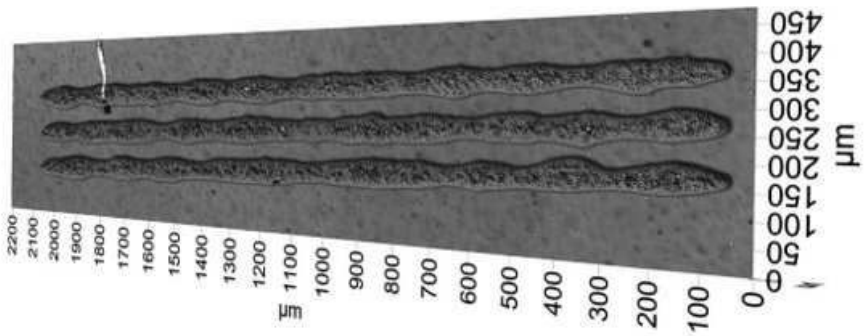
[0046] 본 기술 분야의 통상의 지식을 가진 자에게 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자가 본 발명의 기술적 사상을 용이하게 실시할 수 있을 것임은 자명하다. 그러나, 청구항의 범위는 실시예들에 의해 제한되지 않아야 한다는 것으로 이해되어야 한다,

도면

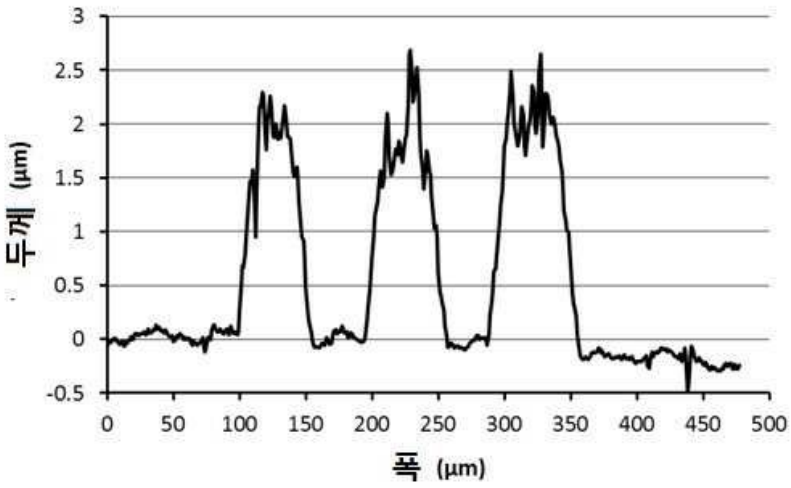
도면1



도면2

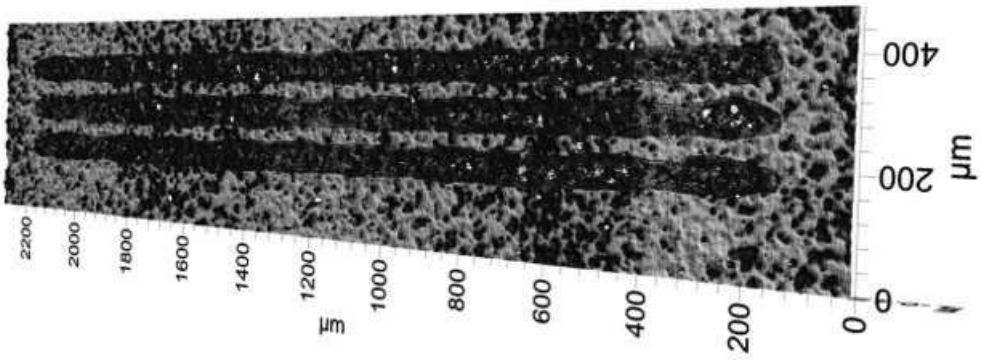

μm
0
50
100
150
200
250
300
350
400
450
μm
0
100
200
300
400
500
600
700
800
900
1000
1100
1200
1300
1400
1500
1600
1700
1800
1900
2000
2100
2200

도 2A

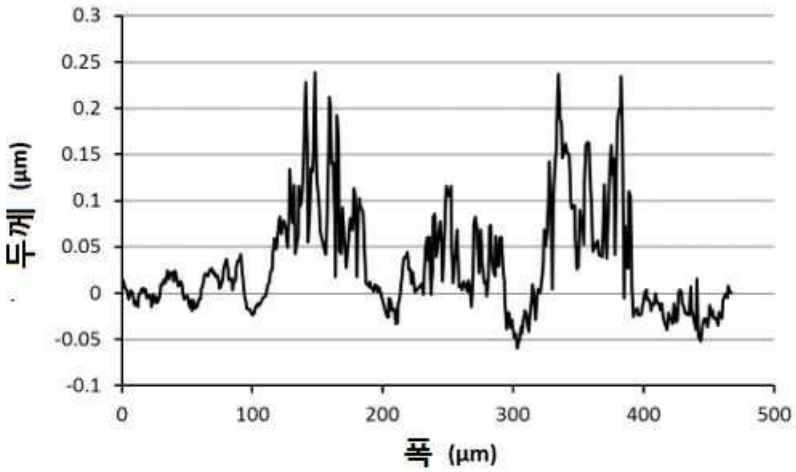

두께 (μm)
3
2.5
2
1.5
1
0.5
0
-0.5
0
50
100
150
200
250
300
350
400
450
500
폭 (μm)

도 2B

도면3

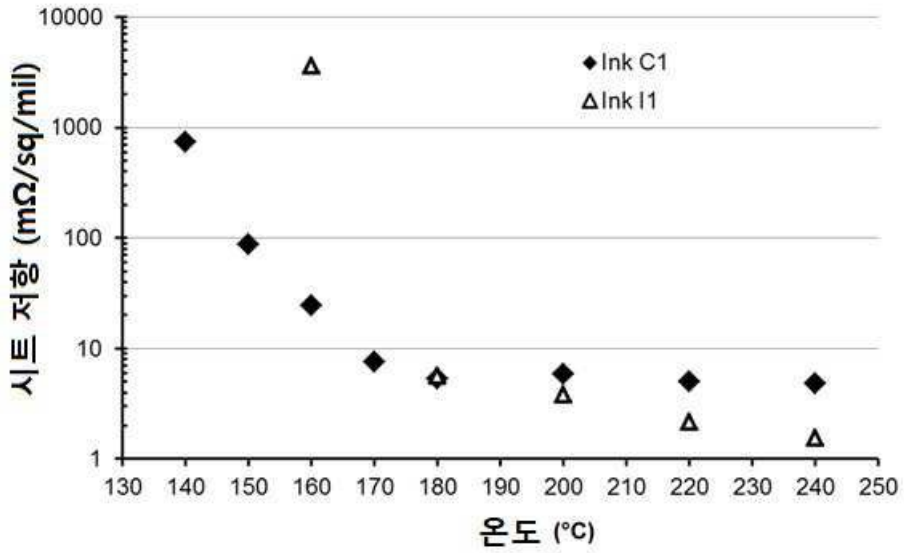

2200
2000
1800
1600
1400
1200
1000
800
600
400
200
0
μm
400
200
μm
θ

도 3A

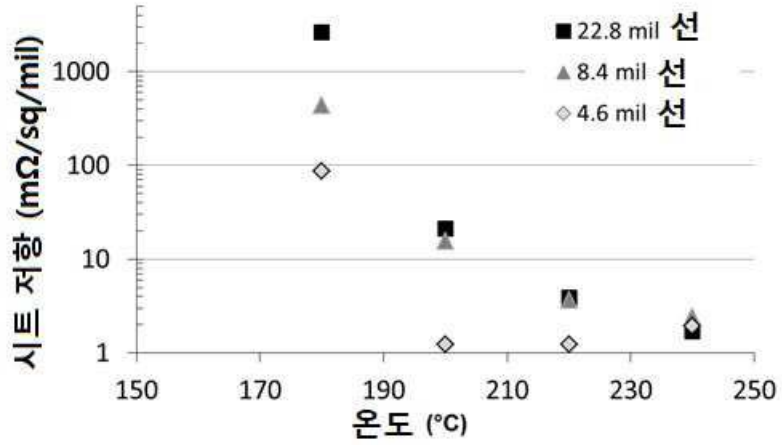

0.3
0.25
0.2
0.15
0.1
0.05
0
-0.05
-0.1
두께 (μm)
0
100
200
300
400
500
폭 (μm)

도 3B

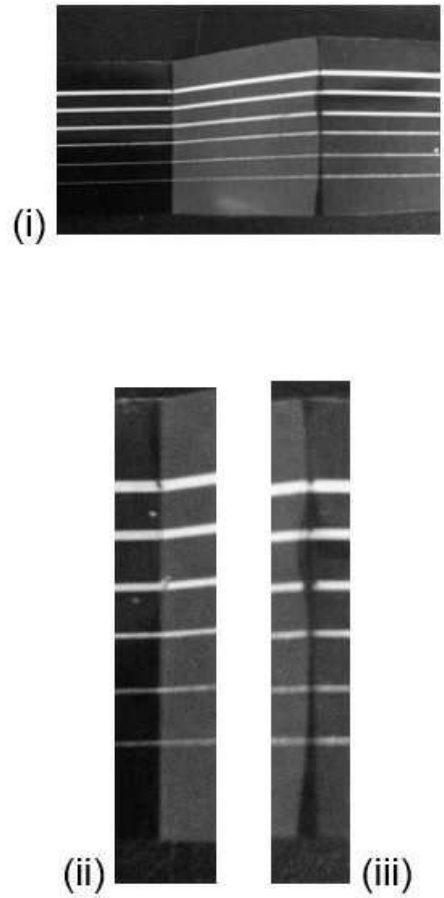
도면4


10000
1000
100
10
1
시트 저항 (mΩ/sq/mil)
◆Ink C1
△Ink I1
130 140 150 160 170 180 190 200 210 220 230 240 250
온도 (°C)

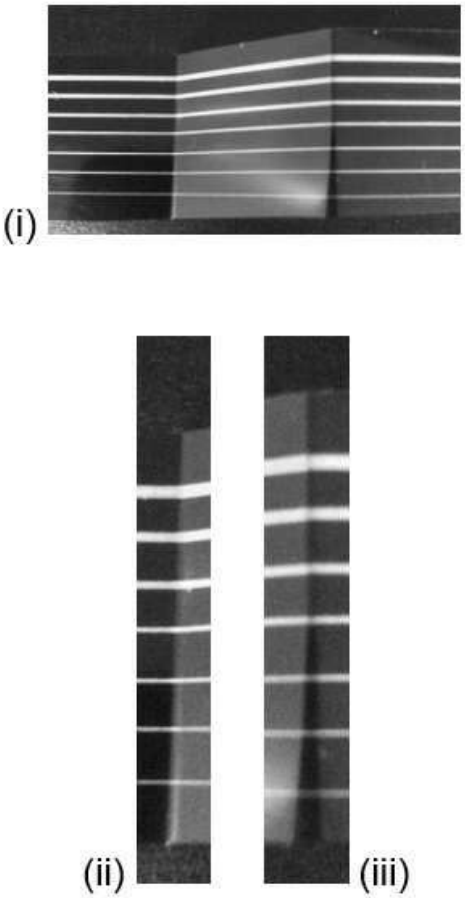
도면5


1000
100
10
1
시트 저항 (mΩ/sq/mil)
■22.8 mil 선
▲8.4 mil 선
◇4.6 mil 선
150 170 190 210 230 250
온도 (°C)

도면6

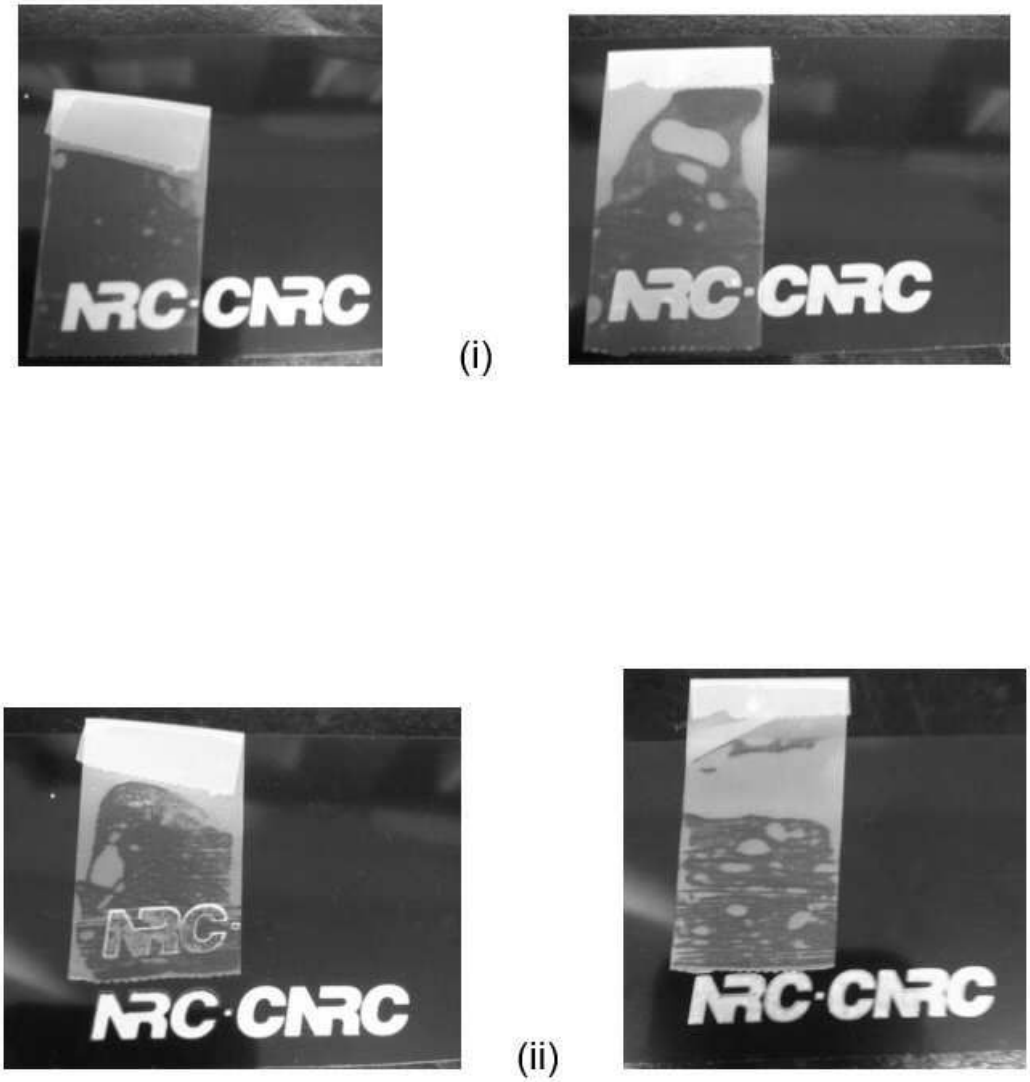


도 6A



도 6B

도면7



도 7A

도 7B