(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2023-0073931
(43) 공개일자 2023년05월26일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
*G01N 3/58* (2006.01)
(52) CPC특허분류
*G01N 3/58* (2013.01)
*G01N 2203/0053* (2013.01)
(21) 출원번호 10-2021-0173751
(22) 출원일자 2021년12월07일
심사청구일자 2021년12월07일
(30) 우선권주장
1020210160423 2021년11월19일 대한민국(KR)

(71) 출원인
**울산과학기술원**
울산광역시 울주군 언양읍 유니스트길 50
**부경대학교 산학협력단**
부산광역시 남구 용소로 45, 부경대학교내 (대연동)
**주식회사 케이씨씨**
서울특별시 서초구 사평대로 344 (서초동)
(72) 발명자
**고현협**
울산광역시 울주군 언양읍 유니스트길 50 울산과학기술원
**김민수**
울산광역시 울주군 언양읍 유니스트길 50 울산과학기술원
*(뒷면에 계속)*
(74) 대리인
**특허법인지원**

전체 청구항 수 : 총 8 항

(54) 발명의 명칭 **표면-계면 절단 분석시스템 기반 고분자 소재 분석 방법**

## (57) 요 약

본 발명은 SAICAS 분석을 기반으로 고분자 소재의 분석 방법에 관한 것으로, 보다 상세하게는 SAICAS 분석을 기반으로 하여 고분자 필름, 클리어코트 도막 등의 고분자 소재에 대한 기계적 물성을 분석하는 방법에 관한 것이다.

*대 표 도* - 도1



(52) CPC특허분류
*G01N 2203/0075* (2013.01)
*G01N 2203/0076* (2013.01)
*G01N 2203/0282* (2013.01)
*G01N 2203/0676* (2013.01)

(72) 발명자
**임금석**
울산광역시 울주군 언양읍 유니스트길 50 울산과학기술원
**신안섭**
부산광역시 동래구 시실로 49 명륜2차아이파크 117동 1203호
**전제홍**
부산광역시 수영구 수영로545번가길 5
**형우찬**
경기도 용인시 기흥구 마북로240번길 17-3 KCC중앙연구소
**김맹기**
경기도 용인시 기흥구 마북로240번길 17-3 KCC중앙연구소

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

| | |
|---|---|
| 과제고유번호 | 1415173343 |
| 과제번호 | 20010566 |
| 부처명 | 산업통상자원부 |
| 과제관리(전문)기관명 | 한국산업기술평가관리원 |
| 연구사업명 | 소재부품기술개발사업(RCMS) |
| 연구과제명 | 수송기기용 VOCfree 수계 투명 코팅 바니쉬 소재 및 공정기술 개발 |
| 기 여 율 | 1/1 |
| 과제수행기관명 | (주)케이씨씨 |
| 연구기간 | 2021.01.01 ~ 2021.12.31 |

# 명 세 서

## 청구범위

### 청구항 1

표면-계면 절삭 분석 시스템(Surface and Interfacial Cutting Analysis System, SAICAS)을 이용하여, 고분자 소재의 표면으로부터 깊이 방향으로 경사절삭하여 절삭 깊이에 따른 절삭힘을 측정하여 수집하는 단계;

수집된 상기 절삭힘으로부터 깊이 변화에 따른 절삭힘의 변화율을 분석하는 단계; 및

상기 절삭힘의 변화율으로부터 상기 고분자 소재의 기계적 물성을 도출하는 단계를 포함하는,

표면-계면 절단 분석시스템을 기반으로 하는 고분자 소재의 분석방법.

### 청구항 2

제1항에 있어서,

상기 고분자 소재는 고분자 필름 또는 고분자 도막인 것인,

표면-계면 절단 분석시스템을 기반으로 하는 고분자 소재의 분석방법.

### 청구항 3

제1항에 있어서,

상기 절삭은 상기 고분자 소재의 표면으로부터 소정의 각도로 절삭하는 것인,

표면-계면 절단 분석시스템을 기반으로 하는 고분자 소재의 분석방법.

### 청구항 4

제3항에 있어서,

상기 절삭힘은 절삭에 따른 블레이드에 가하여지는 수평방향 힘($F_H$)과 수직방향 힘($F_V$)인 것인,

표면-계면 절단 분석시스템을 기반으로 하는 고분자 소재의 분석방법.

### 청구항 5

제1항에 있어서,

상기 절삭 속도는 깊이 방향으로 0.1 내지 0.5 ㎛/s인 것인,

표면-계면 절단 분석시스템을 기반으로 하는 고분자 소재의 분석방법.

### 청구항 6

제1항에 있어서,

상기 기계적 물성은 상기 고분자 소재의 경화 온도에 따른 기계적 물성인 것인,

표면-계면 절단 분석시스템을 기반으로 하는 고분자 소재의 분석방법.

**청구항 7**

제1항에 있어서,

상기 기계적 물성은 상기 고분자 소재의 주제와 경화제의 혼합비율에 따른 기계적 물성인 것인,

표면-계면 절단 분석시스템을 기반으로 하는 고분자 소재의 분석방법.

**청구항 8**

제1항에 있어서,

상기 기계적 물성은 상기 고분자 소재의 경도(HIT) 또는 탄성(EIT)인 것인,

표면-계면 절단 분석시스템을 기반으로 하는 고분자 소재의 분석방법.

## *발명의 설명*

### *기 술 분 야*

[0001] 본 발명은 SAICAS 분석을 기반으로 고분자 소재의 분석 방법에 관한 것으로, 보다 상세하게는 SAICAS 분석을 기반으로 하여 고분자 필름, 클리어코트 도막 등의 고분자 소재에 대한 기계적 물성을 분석하는 방법에 관한 것이다.

### *배 경 기 술*

[0002] SAICAS(Surface and Interfacial Cutting Analysis System) 분석 방법은 고분자 필름을 절단 후, 계면 사이의 전단/접착강도를 측정하는데 주로 사용되고 있다.

[0003] 이와 달리, 고분자 필름은 주변 경화 조건, 경화 비율에 따라 형성되는 기계적 물성(경도, 탄성계수 등)이 달라지며, 이는 벌크 상태에서의 고분자 필름을 이용하여 그 특성을 측정하고 있다.

[0004] 한편, 고분자 두께에 따라 경화되는 정도가 다르며, 각 두께에 따른 기계적 물성 측정을 위한 분석 방법 개발이 요구된다.

### *선행기술문헌*

#### *특허문헌*

[0005] (특허문헌 0001) 대한민국 등록특허공보 제10-1888811호

## *발명의 내용*

### *해결하려는 과제*

[0006] 본 발명의 목적은 SAICAS 분석 방법을 활용함으로써 고분자 필름 두께에 따른 기계적 물성 측정방법을 제공하는 것이다.

### *과제의 해결 수단*

[0007] 상기 목적을 달성하기 위하여, 본 발명의 일 실시예에 따른 표면-계면 절단 분석시스템을 기반으로 하는 고분자 소재의 분석방법은 표면-계면 절삭 분석 시스템(Surface and Interfacial Cutting Analysis System, SAICAS)을 이용하여, 고분자 소재의 표면으로부터 깊이 방향으로 경사절삭하여 절삭 깊이에 따른 절삭힘을 측정하여 수집하는 단계; 수집된 상기 절삭힘으로부터 깊이 변화에 따른 절삭힘의 변화율을 분석하는 단계; 및 상기 절삭힘의

변화율으로부터 상기 고분자 소재의 기계적 물성을 도출하는 단계를 포함한다.

[0008] 상기 고분자 소재는 고분자 필름 또는 고분자 도막일 수 있다.

[0009] 상기 절삭은 상기 고분자 소재의 표면으로부터 소정의 각도로 절삭하는 것일 수 있다.

[0010] 상기 절삭힘은 절삭에 따른 블레이드(blade)에 가하여지는 수평방향 힘($F_H$)과 수직방향 힘($F_V$)일 수 있다.

[0011] 상기 절삭 속도는 깊이 방향으로 0.1 내지 0.5 ㎛/s일 수 있다.

[0012] 상기 기계적 물성은 상기 고분자 소재의 경화 온도에 따른 기계적 물성인 것일 수 있으며, 상기 기계적 물성은 상기 고분자 소재의 주제와 경화제의 혼합비율에 따른 기계적 물성일 수 있다.

[0013] 상기 기계적 물성은 상기 고분자 소재의 경도(HIT) 또는 탄성(EIT)일 수 있다.

## *발명의 효과*

[0014] 본 발명의 분석방법은 일정 각도로 고분자 소재를 절단하면서 수평/수직 힘 프로파일을 측정할 수 있으며, 이를 통하여 고분자 소재의 깊이 방향의 두께에 따른 기계적 특성 변화를 분석할 수 있는 효과가 있다.

[0015] 또한, 기계적 특성 변화를 분석함으로써 최적의 공정조건을 도출함으로써, 고분자 소재의 공정 조건 설정에 기여할 수 있을 것으로 판단된다.

## *도면의 간단한 설명*

[0016] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 표면-계면 절단 분석시스템(Surface and interfacial cutting analysis system, SAICAS)를 기반으로 하는 고분자 소재의 분석방법의 순서도를 도시한 것이다.

도 2a 내지 도 2c는 본 발명의 일 실시예에 따른 절삭 속도(Cutting speed)에 따른 절삭힘의 측정결과를 도시한 것이다.

도 3은 본 발명의 일 실시예에 따른 고분자 필름에 대한 수평방향 힘($F_H$)의 프로파일(도 3의 (a))과 수직방향 힘($F_V$)의 프로파일(도 3의 (b))을 도시한 것이다.

도 4는 본 발명의 일 실시예에 따른 고분자 필름에 대한 수평방향 힘($F_H$)의 변화율 프로파일(도 4의 (a))과 수직방향 힘($F_V$)의 변화율 프로파일(도 4의 (b))을 도시한 것이다

도 5는 본 발명의 일 실시예에 따른 고분자 필름의 경도(HIT)와 탄성계수(EIT)를 나노인덴테이션을 이용하여 측정한 결과를 도시한 것이다.

도 6은 본 발명의 일 실시예에 따른 고분자 필름의 표면 SEM 이미지를 도시한 것이다.

도 7은 본 발명의 일 실시예에 따른 클리어코트 도막에 대한 수평방향 힘($F_H$)의 프로파일(도 7의 (a))과 수직방향 힘($F_V$)의 프로파일(도 7의 (b))을 도시한 것이다

도 8은 본 발명의 일 실시예에 따른 클리어코트 도막에 대한 수평방향 힘($F_H$)의 변화율 프로파일(도 8의 (a))과 수직방향 힘($F_V$)의 변화율 프로파일(도 8의 (b))을 도시한 것이다

도 9는 본 발명의 일 실시예에 따른 클리어코드 도막의 경도(HIT)와 탄성계수(EIT)를 나노인덴테이션을 이용하여 측정한 결과를 도시한 것이다.

## *발명을 실시하기 위한 구체적인 내용*

[0017] 이하, 본 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자가 용이하게 실시할 수 있도록 본 발명의 실시예에 대하여 상세히 설명한다. 그러나 본 발명은 여러 가지 상이한 형태로 구현될 수 있으며 여기에서 설명하는 실시예에 한정되지 않는다.

[0019] 이하, 본 발명의 일 실시예에 따른 표면 및 계면 절단 분석시스템(Surface and interfacial cutting analysis

system, SAICAS)를 기반으로 하는 고분자 소재의 분석방법을 상세히 설명한다.

[0020] 도 1을 참조하면, 본 발명의 일 실시예에 따른 SAICAS를 기반으로 하는 고분자 소재의 분석방법은 표면-계면 절삭 분석 시스템(Surface and Interfacial Cutting Analysis System, SAICAS)을 이용하여, 고분자 소재의 표면으로부터 깊이 방향으로 경사절삭하여 절삭 깊이에 따른 절삭힘을 측정하여 수집하는 단계(S100); 수집된 상기 절삭힘으로부터 깊이 변화에 따른 절삭힘의 변화율을 분석하는 단계(S200); 및 상기 절삭힘의 변화율으로부터 상기 고분자 소재의 기계적 물성을 도출하는 단계(S300)를 포함한다.

[0021] S100는 고분자 소재에 대하여 SAICAS에 의하여 절삭 내지 절단에 따른 힘을 측정하고, 측정된 힘을 절삭 깊이에 따라 수집하는 것으로, SAICAS의 블레이드(Blade)에 의하여 절삭 내지 절단에 의하여 측정되는 힘을 수집하는 것일 수 있다.

[0022] 상기 고분자 소재는 고분자 필름 또는 고분자 도막일 수 있으며, 상기 고분자는 강유전 고분자일 수 있으며 보다 구체적으로 PVDF-TrFE일 수 있으며 또는 상기 고분자는 우레탄일 수 있다.

[0023] 상기 절삭은 상기 고분자 소재의 표면으로부터 소정의 각도로 절삭하는 것일 수 있으며, 상기 소정의 각도로 절삭함에 따라 블레이트의 절삭 방향이 고분자 소재 표면에 대하여 수평방향과 수직방향으로 동시에 절삭이 진행하는 것일 수 있다.

[0024] 상기 절삭힘은 수평방향 힘($F_H$)과 수직방향 힘($F_V$)일 수 있으며, 상기 수평방향 힘($F_H$)은 절삭에 따른 블레이드(blade)에 가하여지는 수평방향의 힘이며, 상기 수직방향 힘($F_V$)은 수직방향 힘이다.

[0025] 상기 절삭 속도는 깊이 방향으로 0.1 내지 0.5 ㎛/s일 수 있다.

[0027] S200은 S100에서 수집된 절삭힘에 대하여 특정 절삭 깊이 위지(지점)에서의 단위 시간당 절삭힘의 변화량을 분석하는 것이며, 상기 절삭힘의 변화율은 절삭 깊이의 변화에 따른 특정 절삭 깊이 위치(지점)에서의 단위 시간당 절삭힘의 변화량일 수 있다.

[0028] 보다 상세하게는, 상기 절삭힘은 수평방향의 힘과 수직방향의 힘을 포함하며, 상기 절삭힘의 변화율은 수평방향 힘($F_H$) 변화율 및 수직방향 힘($F_V$) 변화율일 수 있다.

[0029] 상기 수평방향 힘($F_H$) 변화율은 하기 식(1)로 표현될 수 있다.

[0030] [식 (1)]

[0031] 수평방향 힘($F_H$)의 변화율 = $\frac{\Delta F_H}{\Delta t(\times 10^{-2})}$

[0032] 식 (1)에서 $\Delta F_H$는 수평방향 힘($F_H$)의 특정 깊이 위치(지점)에서의 단위시간당 변화량(N)이며, $\Delta t$는 시간의 변화량(s)이다.

[0034] 상기 수직방향 힘($F_V$) 변화율은 하기 식(2)로 표현될 수 있다.

[0035] [식 (2)]

[0036] 수직방향 힘($F_V$)의 변화율 = $\frac{\Delta F_V}{\Delta t(\times 10^{-2})}$

[0037] 식 (2)에서 $\Delta F_V$는 수평방향 힘($F_V$)의 특정 깊이 위치(지점)에서의 단위시간당 변화량(N)이며, $\Delta t$는 시간의 변화량(s)이다.

[0039] S300은 상기 기계적 물성은 상기 고분자 소재의 경화 온도에 따른 기계적 물성일 수 있으며, 상기 기계적 물성

은 상기 고분자 소재의 주제와 경화제의 혼합비율에 따른 기계적 물성일 수 있다.

[0040] 보다 구체적으로 상기 기계적 물성은 상기 고분자 소재의 경도(HIT) 또는 상기 고분자 소재의 탄성(EIT)일 수 있다.

[0042] 이하, 실시예를 통하여 본 발명을 보다 상세히 설명한다. 본 실시예는 본 발명의 이해를 위한 하나의 실시예일 뿐이며, 본 발명의 범위를 제한하는 것은 아니다.

[0044] **실시예 1. 절삭 속도에 따른 고분자 필름의 SAICAS 분석**

[0045] 베이스 기재(basecoat) 상에 형성된 클리어코드(clearcoat) 도막 대하여 표면 및 계면 절단 분석시스템(Surface and interfacial cutting analysis system, SAICAS)을 이용하여, 다이아몬드 블레이드(Blade)로 클리어코드(clearcoat) 표면에서부터 하부(깊이방향)로 절단하면서 절단 깊이(Depth)마다 측정되는 수평방향 힘($F_H$) 및 수직방향 힘($F_V$)을 절삭 속도(Cutting speed)에 따라 측정하여 도 2a 내지 도 2c에 도시하였다.

[0046] 도 2a 내지 도 2c는 깊이 방향으로의 절삭 속도(Cutting speed)에 따른 블레이드에 가하여지는 절삭힘(수평방향 힘($F_H$) 및 수직방향 힘($F_V$))을 분석한 것다. 도 2a는 절삭 속도 중 수평 절삭 속도(Horizontal Cutting speed)는 1 ㎛/sec로 고정하고, 수직 절삭 속도(Vertical Cutting speed)는 0.05 내지 0.50 ㎛/sec 범위에서 측정된 수직방향 힘(Vertical Force, $F_{Vertical}$($F_V$))의 분석결과이이다. 도 2b는 수평 절삭 속도 1 ㎛/sec, 수직 절삭 속도 0.1 ㎛/sec에서의 분석결과이다. 도 2c는 수평 절삭 속도 1 ㎛/sec, 수직 절삭 속도 0.5 ㎛/sec에서의 분석결과이다.

[0047] 도 2a를 참조하면, 베이스기재(basecoat)과 클리어코드(clearcoat) 사이의 계면(Interface)인 표면으로부터의 깊이 38㎛에 대하여 절삭 속도 중 수직 절삭 속도에 따라 측정 결과가 달라지는 것을 확인할 수 있으며, 보다 구체적으로 도 2a 내지 도 2c를 참조하면, 수직 절삭 속도가 0.1 ㎛/sec(도 2b) 보다 느리거나 빠르게 절단할 경우 재현성 있는 결과값이 측정되지 않음을 확인할 수 있다.

[0049] **실시예 2. 경화 온도 조건에 따른 고분자 필름의 분석**

[0050] 표면 및 계면 절단 분석시스템(Surface and interfacial cutting analysis system, SAICAS)을 이용하여 경화 온도(Annealing temperature) 조건에 따라 형성되는 고분자 필름의 기계적 물성이 달라짐을 확인다.

[0051] 상기 고분자 필름으로 강유전성 고분자(PVDF-TrFE) 필름을 이용하였으며, 경화 온도 70 내지 160 ℃에 따른 강유전성 고분자(PVDF-TrFE) 필름을 다이아몬드 블레이드(Blade)로 표면에서부터 하부(깊이방향)로 절단하면서 절단 깊이(Depth)마다 측정되는 절삭힘을 측정하였다. 정속도모드(수평속도: 1 ㎛/s, 수직속도: 0.1 ㎛/s), 절단각도 45° 로 인해 발생되는 블레이드에 가하여지는 수평방향 힘 및 수직방향 힘(절삭힘)을 측정하였으며, 측정결과를 도 3에 도시하였다.

[0052] 도 3는 SAICAS를 이용하여 측정된 강유전성 고분자(PVDF-TrFE) 필름에 대한 수평방향 힘($F_H$)의 프로파일(도 3의 (a))과 수직방향 힘($F_V$)의 프로파일(도 3의 (b))을 절삭 깊이(수직방향)(Depth)에 따라 도시한 것이다. 도 3을 참조하면, 강유전성 고분자(PVDF-TrFE) 필름에 수평방향 힘($F_H$)과 수직방향 힘($F_V$)은 경화 온도가 증가할수록 절삭 깊이 5 ㎛부터 수평방향 힘($F_H$)과 수직방향 힘($F_V$)의 기울기가 완만해지는 것을 확인할 수 있다.

[0053] 도 3에서의 분석결과를 기반으로 강유전성 고분자(PVDF-TrFE) 필름에 대한 수평방향 힘($F_H$)과 수직방향 힘($F_V$)을 절삭 깊이(Depth) 위치(지점)에 따른 수평방향 힘($F_H$)의 변화율과 수직방향 힘($F_V$)의 변화율을 분석하였으며, 특정 절삭 깊이(Depth) 위치에서의 상기 수평방향 힘($F_H$)의 변화율은 단위 시간당 수평방향 힘($F_H$)의 변화량이며, 수직방향 힘($F_V$)의 변화율은 단위 시간당 수직방향 힘($F_V$)의 변화량으로서 각각 하기 식 (1) 및 식 (2)와 같이 분석하였으며, 분석 결과를 도 4에 도시하였다.

[0054] [식 (1)]

[0055] 수평방향 힘($F_H$)의 변화율 = $\frac{\Delta F_H}{\Delta t(\times 10^{-2})}$

[0056] 식 (1)에서 $\Delta F_H$는 수평방향 힘($F_H$)의 특정 깊이 위치(지점)에서의 단위시간당 변화량(N)이며, Δt는 시간의 변화량(s)이다.

[0058] [식 (2)]

[0059] 수직방향 힘($F_V$)의 변화율 = $\frac{\Delta F_V}{\Delta t(\times 10^{-2})}$

[0060] 식 (2)에서 $\Delta F_V$는 수평방향 힘($F_V$)의 특정 깊이 위치(지점)에서의 단위시간당 변화량(N)이며, Δt는 시간의 변화량(s)이다.

[0062] 도 4의 (a)는 강유전성 고분자(PVDF-TrFE) 필름에 대한 절삭 깊이(Depth) 별 단위 시간에 따른 변화율 수평방향 힘($F_H$)의 변화율 프로파일(Horizontal profile)이며, 도 4의 (b)는 강유전성 고분자(PVDF-TrFE) 필름에 대한 절삭 깊이(Depth) 별 단위 시간에 따른 변화율 수직방향 힘($F_V$)의 변화율 프로파일(Vertical profile)이다.

[0063] 도 4를 참조하면, 강유전성 고분자(PVDF-TrFE) 필름에 대한 수평방향 힘($F_H$)과 수직방향 힘($F_V$)은 경화 온도에 영향을 받는 것을 확인할 수 있으며, 도 4의 (a)를 참조하면, 경화 온도가 70 내지 140 ℃인 경우 강유전성 고분자(PVDF-TrFE) 필름의 표면으로의 깊이 5 ㎛까지 수평방향 힘($F_H$) 변화율이 일정하지 않은 것을 확인할 수 있으며, 이후 일정한 수평방향 힘($F_H$) 변화율이 측정됨을 확인할 수 있다. 도 4의 (b)를 참조하면, 경화 온도가 70 내지 140 ℃인 경우 수직방향 힘($F_V$) 변화율은 수평방향 힘($F_H$) 변화율과 유사한 프로파일을 보이는 것을 확인할 수 있다. 이는 대기 중에서 가열하는 시스템에서, 경화 온도가 증가할수록 고분자(PVDF-TrFE) 필름 하부 구간부터 경화가 시작되기 때문인 것으로 판단된다. 그러나 경화 온도(Annealing temperature)가 160 ℃일 때, 도 4의 (a)에서는 1 ㎛부터 일정한 수평방향 힘($F_H$) 변화율을 확인할 수 있는 반면, 도 4의 (b)에서는 수직방향 힘($F_V$) 변화율이 강유전성 고분자(PVDF-TrFE) 필름 표면에서부터 급격히 감소한 후 표면 4 ㎛까지 증가하는 경향을 확인할 수 있으며, 이후 서서히 감소하는 경향을 확인할 수 있다.

[0064] 이는, 상기 고분자 필름은 경화 온도에 따라 고분자 사슬이 형성되는 방향에 영향을 받는 것이며, 이에 따른 기계적 특성이 달라질 것을 기대할 수 있다.

[0066] 도 5는 도 3 및 도 4에서 분석한 강유전성 고분자(PVDF-TrFE) 필름의 경도(HIT)와 탄성계수(EIT)를 나노인덴테이션을 이용하여 측정하였으며 측정 결과를 도시한 것이며, 도 5를 참조하면, 경화 온도가 증가할수록 경도와 탄성계수가 증가하는 반면, 경화 온도 160 ℃에서 급격한 경도와 탄성계수가 감소하는 것을 확인할 수 있다.

[0067] 도 6은 도 3 및 도 4에서 분석한 강유전성 고분자(PVDF-TrFE) 필름의 표면을 경화 온도에 따른 SEM 이미지를 도시한 것이며, 도 3을 참조하면, 경화 온도 160 ℃에서 경화된 강유전성 고분자(PVDF-TrFE) 필름 표면에 결함(Flim defect)이 발생하였으며, 이는 경화 온도 160 ℃에서 강유전성 고분자(PVDF-TrFE) 필름의 기계적 물성을 감소시키는 것으로 판단된다(도 6의 (a)는 경화온도 70 ℃, 도 6의 (b)는 경화온도 100 ℃, 도 6의 (c)는 경화온도 120 ℃, 도 6의 (d)는 경화온도 140 ℃, 도 6의 (e)는 경화온도 160 ℃).

[0068] 도 3 내지 도 6을 참조하면, SAICAS 시스템을 이용한 수평방향 힘(FH)과 수직방향 힘(FV)은 도 5에서 분석한 고분자 필름의 경도(HIT) 및 탄성계수(EIT)와 유사한 경향을 보이는 것을 확인할 수 있으며, 도 6에서와 같은 경화 온도에 따른 결함(Defect) 등의 발생으로 인한 기계적 물성의 저하를 예측할 수 있다. 이를 통하여 SAICAS 시스템을 이용하여 경화 온도에 따른 고분자 필름의 기계적 특성으로서 고분자 필름의 경도(HIT)와 탄성계수(EIT)를 예측할 수 있음을 확인할 수 있으며, 고분자 필름 제조 과정에 따른 기계적 물성을 유추하기 적합한 분

석 방법임을 확인할 수 있다.

[0070] **실시예 3. 경화제 비율에 따른 고분자의 SAICAS 분석**

[0071] 우레탄 기반의 고분자를 이용하여 40 ㎛ 이상의 두께로 코팅한 클리어코트 도막에 대하여, 표면 및 계면 절단 분석시스템(Surface and interfacial cutting analysis system, SAICAS)을 이용하여 다이아몬드 블레이드(Blade)로 표면에서부터 하부(깊이방향)로 절단하면서 절단 깊이(Depth)마다 측정되는 수평방향 힘($F_H$) 및 수직방향 힘($F_V$)을 측정하였으며, 측정결과를 도 7에 도시하였다.

[0072] 도 7에서 클리어코드 도막은 주제와 경화제의 혼합비율을 주제 : 경화제 = 100 wt% : 10 ~ 50 wt%로 제조한 것이며, 주제와 경화제의 혼합비율에 따른 SAICAS 분석결과를 도시한 것이며, 도 7의 (a)는 수평방향 힘($F_H$) 프로파일을 도시한 것이며, 도 7의 (b)는 수직방향 힘($F_V$) 프로파일을 도시한 것이다.

[0073] 도 7의 (a)를 참조하면, 혼합비율에서 경화제의 비율이 증가할수록 수평방향 힘($F_H$) 프로파일의 기울기가 증가함을 확인할 수 있으며, 도 7의 (b)를 참조하면, 혼합비율에서의 경화제의 비율이 증가함에 따라 일정한 수직방향 힘($F_V$) 프로파일을 보이는 구간(도 7의 (b)의 “B “ 구간)이 증가한 것을 확인할 수 있다.

[0075] 도 7에서의 분석결과를 기반으로 클리어코드 도막에 대한 수평방향 힘($F_H$)과 수직방향 힘($F_V$)을 절삭 깊이(Depth) 위치에 따른 수평방향 힘($F_H$)의 변화율과 수직방향 힘($F_V$)의 변화율을 분석하였으며, 특정 절삭 깊이(Depth) 위치(지점)에서의 상기 수평방향 힘($F_H$)의 변화율은 단위 시간당 수평방향 힘($F_H$)의 변화량이며, 수직방향 힘($F_V$)의 변화율은 단위 시간당 수직방향 힘($F_V$)의 변화량으로서 각각 하기 식 (1) 및 식 (2)와 같이 분석하였으며, 분석 결과를 도 8에 도시하였다.

[0076] [식 (1)]

[0077] 수평방향 힘($F_H$)의 변화율 = $\dfrac{\Delta F_H}{\Delta t(\times 10^{-2})}$

[0078] 식 (1)에서 $\Delta F_H$는 수평방향 힘($F_H$)의 특정 깊이 위치(지점)에서의 단위시간당 변화량(N)이며, $\Delta t$는 시간의 변화량(s)이다.

[0080] [식 (2)]

[0081] 수직방향 힘($F_V$)의 변화율 = $\dfrac{\Delta F_V}{\Delta t(\times 10^{-2})}$

[0082] 식 (2)에서 $\Delta F_V$는 수평방향 힘($F_V$)의 특정 깊이 위치(지점)에서의 단위시간당 변화량(N)이며, $\Delta t$는 시간의 변화량(s)이다.

[0084] 도 8의 (a)는 클리어코드 도막에 대한 절삭 깊이(Depth) 별 단위 시간에 따른 변화율 수평방향 힘($F_H$)의 변화율 프로파일(Horizontal profile)이며, 도 8의 (b)는 강유전성 고분자(PVDF-TrFE) 필름에 대한 절삭 깊이(Depth) 별 단위 시간에 따른 변화율 수직방향 힘($F_V$)의 변화율 프로파일(Vertical profile)이다.

[0085] 도 8을 참조하면, 클리어코드 도막에 대한 수평방향 힘($F_H$)과 수직방향 힘($F_V$)은 경화제의 비율에 영향을 받는 것을 확인할 수 있으며, 혼합비율에서 경화제의 비율이 증가함에 따라 클리어코트 도막의 표면의 일정한 수평방향 힘($F_H$) 변화율 구간과 일정한 수직방향 힘($F_V$) 변화율 구간이 증가하였음을 확인할 수 있으며, 이는 수평방향

힘($F_H$) 변화율 프로파일 분석 결과(도 8의 (a))와 수직방향 힘($F_V$) 변화율 프로파일 분석 결과(도 8의 (b))가 동일한 경향으로 측정되었음을 확인할 수 있다. 다만, 혼합비율이 주제 : 경화제 = 100 : 50인 경우 전체적으로 일정한 수평방향 힘($F_H$) 변화율 프로파일과 일정한 수직방향 힘($F_V$) 변화율 프로파일이 측정되었음을 확인할 수 있다.

[0087] 도 9는 도 7및 도 8에서 분석한 클리어코드 도막에 대하여 경도(HIT)(도 9의 (a))와 탄성계수(EIT)(도 9의 (b))를 나노인덴테이션을 이용하여 측정하였으며 측정 결과를 도시한 것이며, 도 9를 참조하면, 경화제의 비율이 증가할수록 경도와 탄성계수가 증가하는 것을 확인할 수 있다(도 9의 '100-10'는 주제 100 wt% : 경화제 10 wt%, '100-20'는 주제 100 wt% : 경화제 20 wt%, '100-30'는 주제 100 wt% : 경화제 30 wt%, '100-40'는 주제 100 wt% : 경화제 40 wt%, '100-50'는 주제 100 wt% : 경화제 50 wt%).

[0089] 도 7 내지 도 9를 참조하면, 클리어코트 도막의 경우, 도막 표면에서부터 경화되는 것으로 판단되며, 또한 혼합비율에서 경화제의 비율이 증가할수록 전반적인 도막 경도가 일정하게 제조되는 것을 판단할 수 있다.

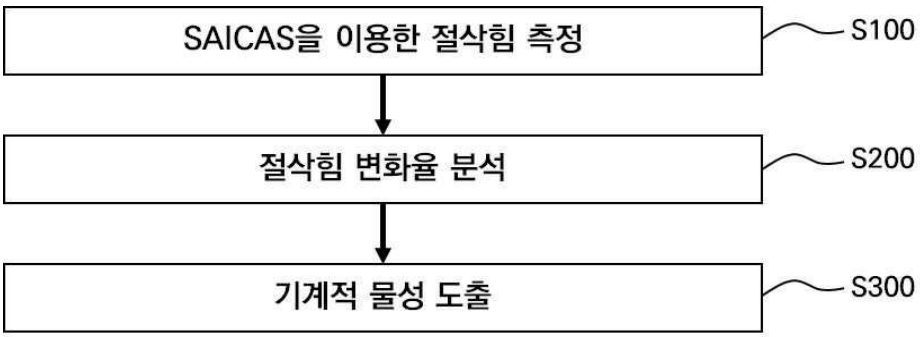
[0091] 이를 통하여, SAICAS 시스템을 이용하여 경화제 혼합비율에 따른 고분자 도막의 제조 조건에 따라 각 층(깊이)의 경도(HIT)와 탄성계수(EIT)를 예측할 수 있음을 확인할 수 있으며, 고분자 도막 형성 조건에 따른 기계적 물성을 유추하기 적합한 분석 방법임을 확인할 수 있다.

[0093] 이상, 상술한 사항을 종합하였을 때, 본 발명의 SAICAS 시스템을 고분자 소재의 제조 내지 공정 조건에 따른 기계적 물성을 예측 내지 유추함으로써, 최적의 제조 내지 공정 조건을 설계할 수 있다.

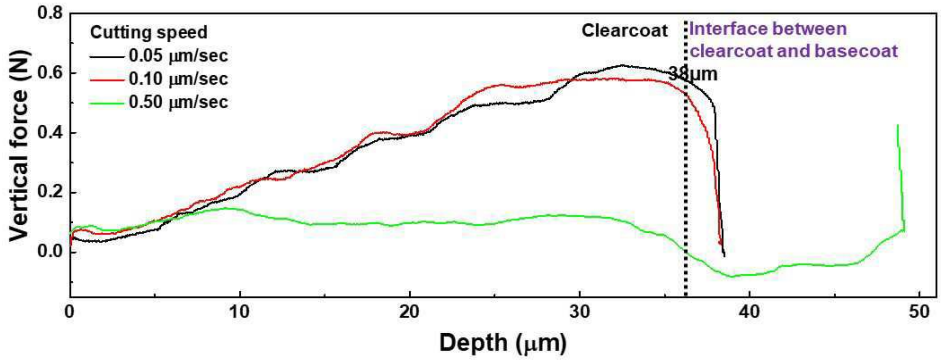
[0095] 이상에서 본 발명의 바람직한 실시예에 대하여 상세하게 설명하였지만 본 발명의 권리범위는 이에 한정되는 것은 아니고 다음의 청구범위에서 정의하고 있는 본 발명의 기본 개념을 이용한 당업자의 여러 변형 및 개량 형태 또한 본 발명의 권리범위에 속하는 것이다.

## 도면

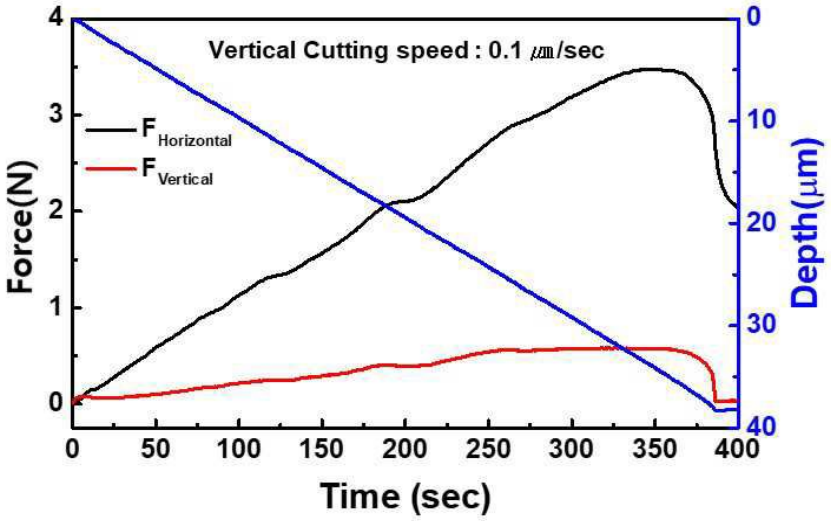
### 도면1



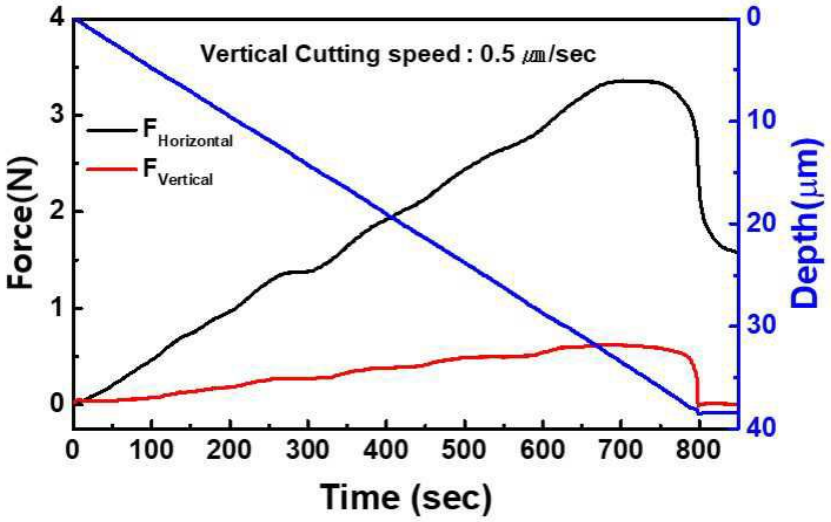
도면2a



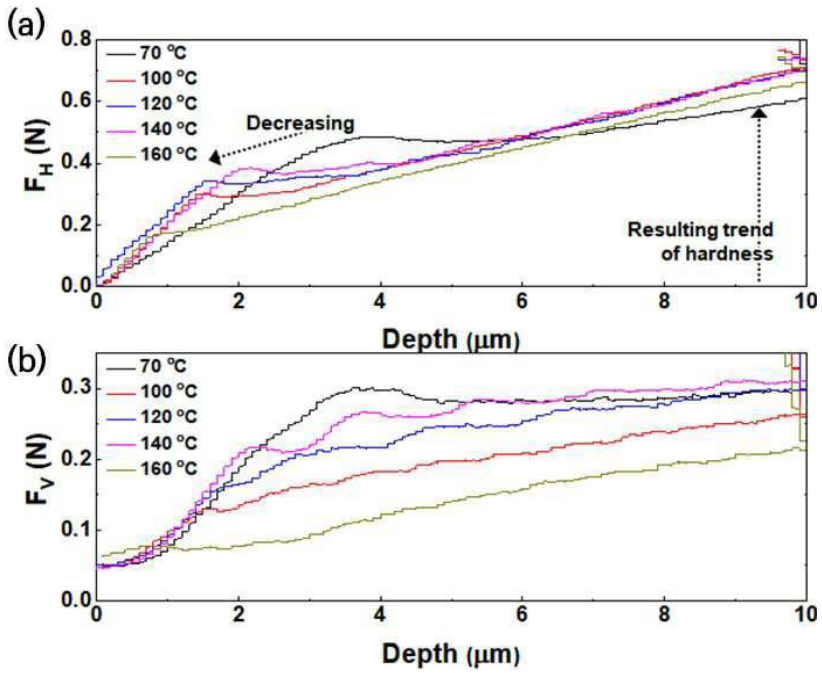

도면2b



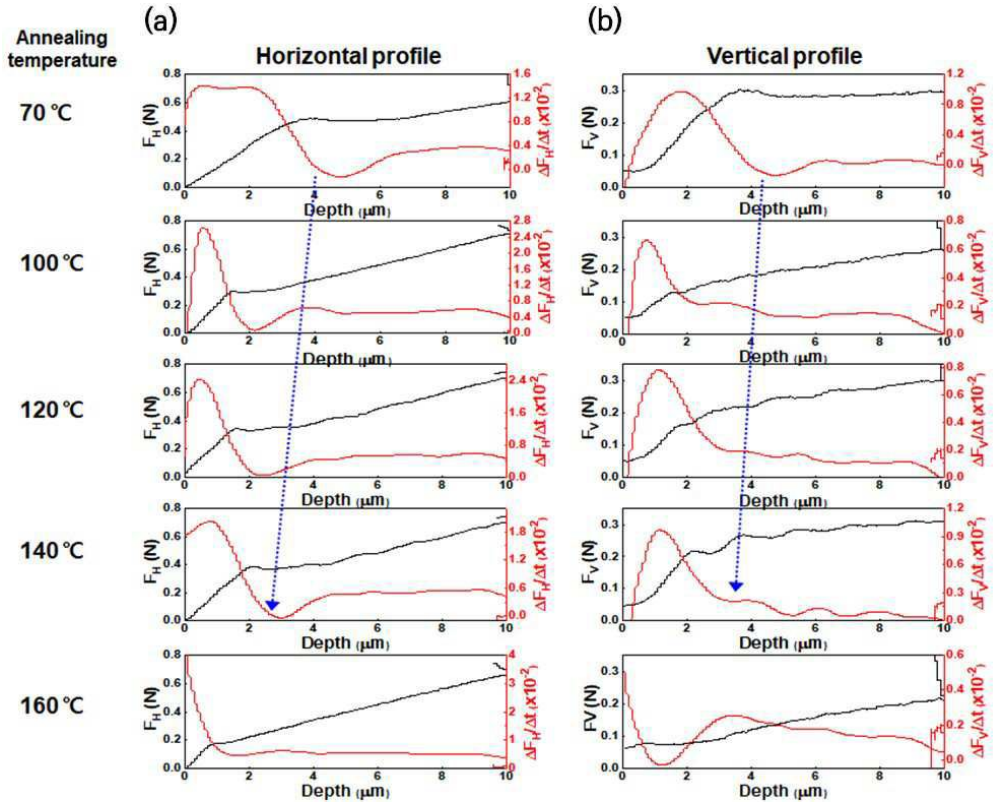

도면2c



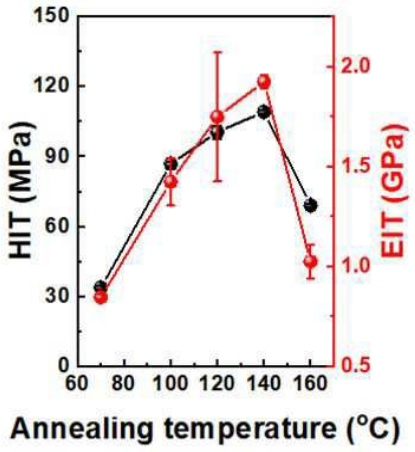
도면3


(a)
70 ℃
100 ℃
120 ℃
140 ℃
160 ℃
Decreasing
Resulting trend of hardness
$F_H$ (N)
Depth (μm)
(b)
$F_V$ (N)
Depth (μm)

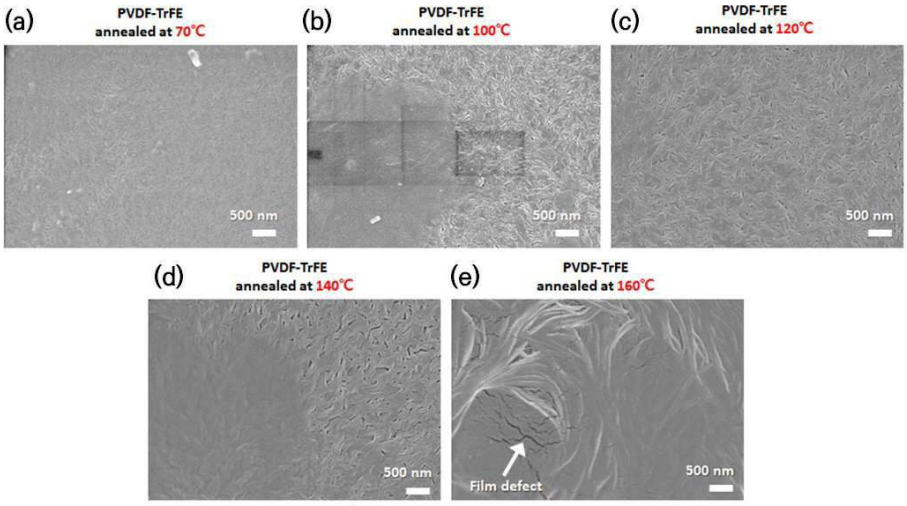
도면4


Annealing temperature
70 ℃
100 ℃
120 ℃
140 ℃
160 ℃
(a)
Horizontal profile
(b)
Vertical profile
$F_H$ (N)
$F_V$ (N)
FV (N)
$\Delta F_H/\Delta t$ ($\times 10^{-2}$)
$\Delta F_V/\Delta t$ ($\times 10^{-2}$)
Depth (μm)

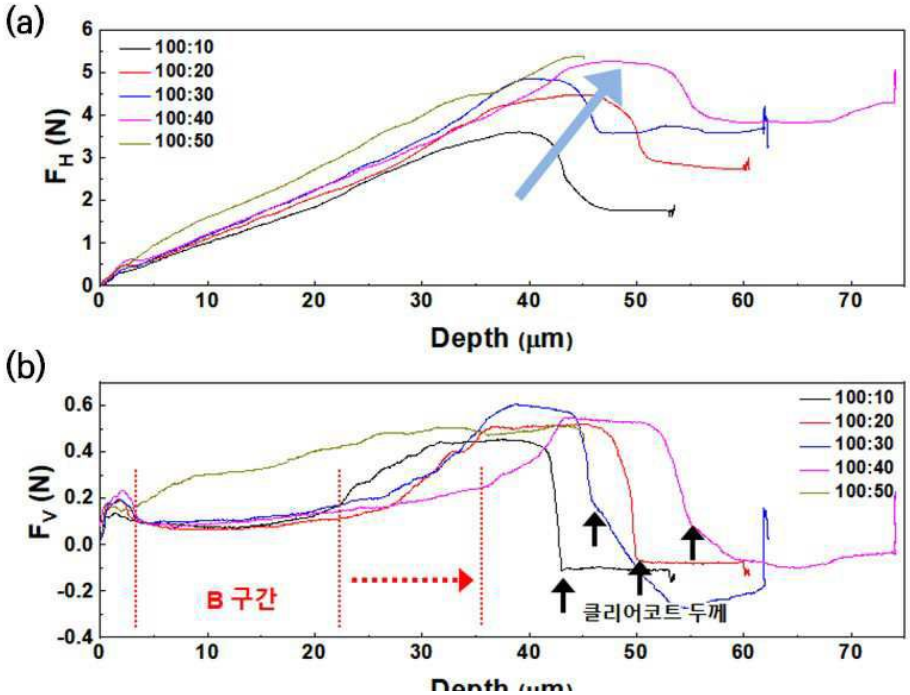
도면5


HIT (MPa)
EIT (GPa)
Annealing temperature (°C)
150
120
90
60
30
0
2.0
1.5
1.0
0.5
60 80 100 120 140 160

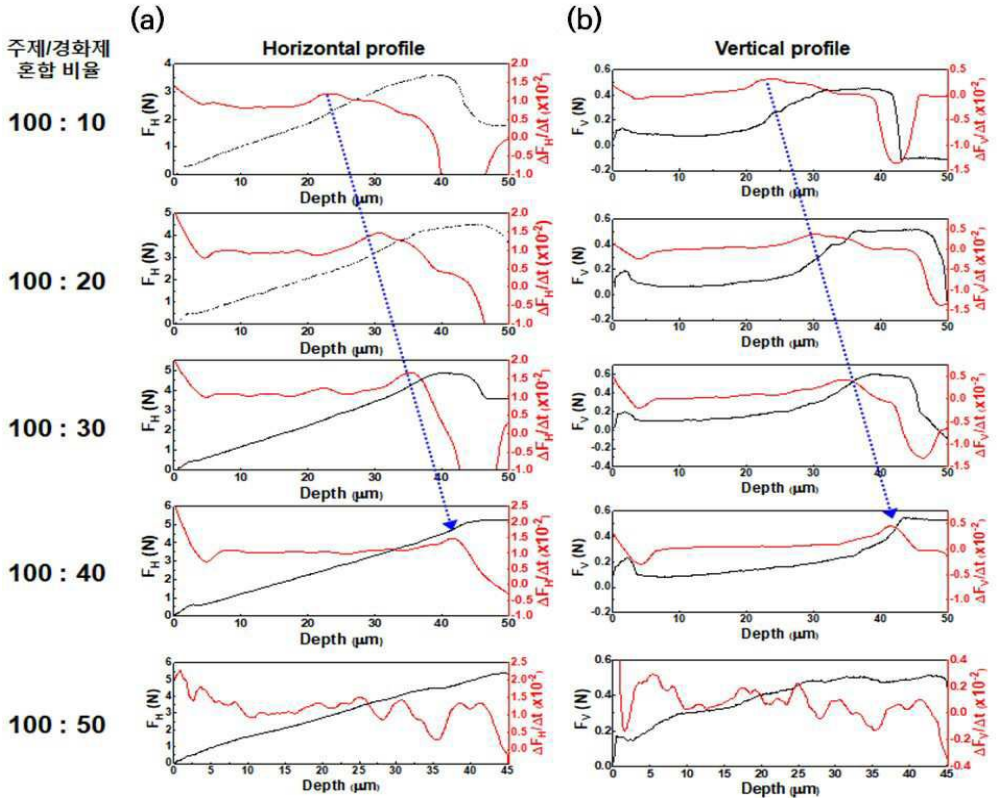
도면6


(a) PVDF-TrFE annealed at 70°C
(b) PVDF-TrFE annealed at 100°C
(c) PVDF-TrFE annealed at 120°C
(d) PVDF-TrFE annealed at 140°C
(e) PVDF-TrFE annealed at 160°C
500 nm
Film defect

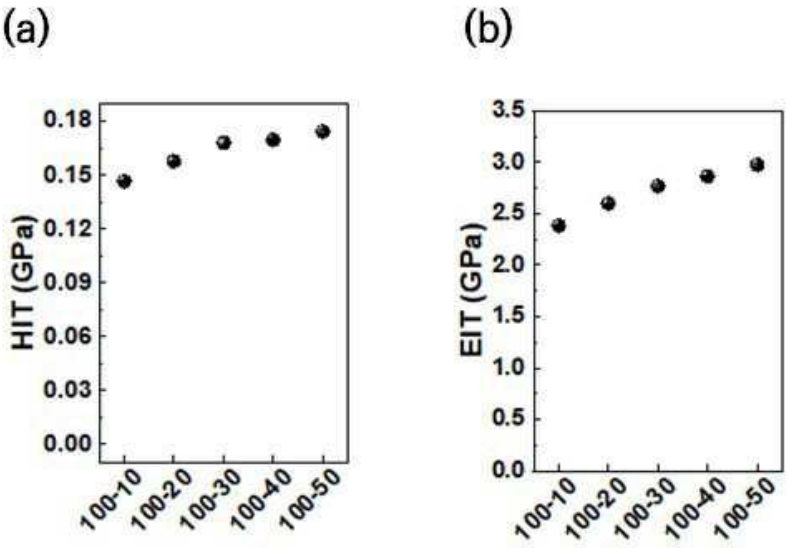
도면7


(a)
100:10
100:20
100:30
100:40
100:50
F_H (N)
Depth (μm)
(b)
F_V (N)
B 구간
클리어코트 두께
Depth (μm)

도면8


주제/경화제 혼합 비율
100 : 10
100 : 20
100 : 30
100 : 40
100 : 50
(a)
Horizontal profile
(b)
Vertical profile
F_H (N)
F_V (N)
ΔF_H/Δt (x10^-2)
ΔF_V/Δt (x10^-2)
Depth (μm)

도면9


(a)
HIT (GPa)
0.18
0.15
0.12
0.09
0.06
0.03
0.00
100-10
100-20
100-30
100-40
100-50
(b)
EIT (GPa)
3.5
3.0
2.5
2.0
1.5
1.0
0.5
0.0
100-10
100-20
100-30
100-40
100-50