



- (51) 국제특허분류:
C09D 11/52 (2014.01) H01B 5/14 (2006.01)
H01B 1/14 (2006.01)
- (21) 국제출원번호: PCT/KR2015/001550
- (22) 국제출원일: 2015 년 2 월 16 일 (16.02.2015)
- (25) 출원언어: 한국어
- (26) 공개언어: 한국어
- (30) 우선권정보:
10-2014-0086192 2014 년 7 월 9 일 (09.07.2014) KR
- (71) 출원인: 한양대학교 산학협력단 (IUCF-HYU (INDUSTRY-UNIVERSITY COOPERATION FOUNDATION HANYANG UNIVERSITY)) [KR/KR]; 133-791 서울시 성동구 왕십리로 222, Seoul (KR).
- (72) 발명자: 김학성 (KIM, Hak-Sung); 133-779 서울시 성동구 행당로 79, 120-1202, Seoul (KR). 황현준 (HWANG, Hyun-Jun); 134-858 서울시 강동구 구천면로 55길 40, 201 호, Seoul (KR).
- (74) 대리인: 정은열 (JUNG, Eun Youl); 135-893 서울시 강남구 논현로 154길 16 삼릉빌딩 5층 (정앤김 특허법률사무소), Seoul (KR).
- (81) 지정국 (별도의 표시가 없는 한, 가능한 모든 종류의 국내 권리의 보호를 위하여): AE, AG, AL, AM, AO,

AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

- (84) 지정국 (별도의 표시가 없는 한, 가능한 모든 종류의 역내 권리의 보호를 위하여): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), 유라시아 (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), 유럽 (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

규칙 4.17 에 의한 선언서:

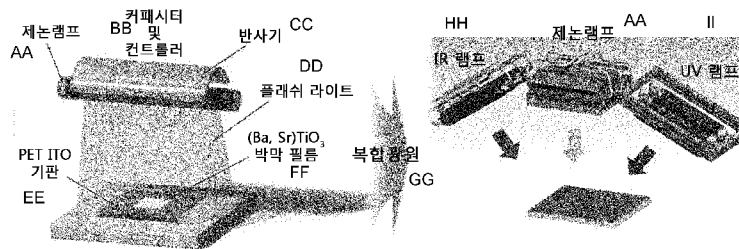
— 신규성을 해치지 아니하는 개시 또는 신규성 상실의 예외에 관한 선언 (규칙 4.17(v))

공개:

— 국제조사보고서와 함께 (조약 제 21 조(3))

(54) Title: COMPLEX LIGHT ANNEALING AND SINTERING METHOD FOR SEMICONDUCTOR OXIDE, USING INTENSE PULSED LIGHT, NEAR INFRARED RAY AND FAR ULTRAVIOLET RAY

(54) 발명의 명칭 : 극단파 백색광, 근적외선 및 원자외선을 이용한 반도체 산화물의 복합 광 어닐링 및 소결 방법



AA ... Xenon lamp
BB ... Capacitor and controller
CC ... Reflector
DD ... Flash light
EE ... PET ITO substrate
FF ... (Ba, Sr)TiO₃ thin film
GG ... Complex light source
HH ... IR lamp
II ... UV lamp

(57) Abstract: The present invention relates to a method for light sintering a semiconductor oxide ink by a complex light source using intense pulsed light, a near infrared ray and a far ultraviolet ray, the method being capable of annealing and sintering a semiconductor oxide ink for complex light sintering, selectively or for a large area, at room temperature and under atmospheric conditions for a short time of 1 to 100 ms, the semiconductor oxide ink for complex light sintering comprising: a semiconductor oxide selected from strontium titanium oxide (SrTiO₃), barium titanium oxide (BaTiO₃) or a mixture thereof; and a dispersion stabilizer.

(57) 요약서:

[다음 쪽 계속]



본 발명은 반도체 산화물 잉크를 극단파 백색광, 근적외선 및 원자외선을 이용한 복합 광원으로 광소결하는 방법에 관한 것으로 스트론튬 티타늄 옥사이드(SrTiO_3), 바륨 티타늄 옥사이드(BaTiO_3) 또는 이들의 혼합물 중에서 선택되는 반도체 산화물 및 분산안정제를 포함하는 복합 광 소결용 반도체 산화물 잉크를 상온 및 대기 조건과 1 내지 100 ms 이내의 짧은 시간에 선택적 또는 대면적으로 어닐링 및 소결할 수 있다.

명세서

발명의 명칭: 극단파 백색광, 근적외선 및 원자외선을 이용한 반도체 산화물의 복합 광 어닐링 및 소결 방법

기술분야

- [1] 본 발명은 극단파 백색광, 근적외선 및 원자외선을 이용한 복합 광원으로 광조사하여 소결할 수 있는 복합 광 소결용 반도체 산화물 잉크 및 이를 이용한 광소결 방법에 관한 것이다.

배경기술

- [2] 현대 출시되고 있는 휴대폰, 네비게이션, DID(Digital Information Display), 태블릿(Tablet) 등 다양한 형태의 디지털 단말기들은 터치 인터페이스(Touch interface)를 기본적으로 제공하고 있다. 터치 인터페이스와 연동하여 사용자 경험을 증강시키기 위한 방법으로 최근에 부각되는 기술이 촉감을 제공하는 햅틱(Haptic) 기술이다. 햅틱 기술을 이용하면 사용자가 디지털 객체와 상호작용할 때 다양한 형태의 촉감을 발생시켜 사용자에게 시각과 촉각이 융합된 형태의 피드백을 제공함으로써 보다 실감 있는 사용자 인터페이스를 제공할 수 있다.
- [3] 촉감을 제공하기 위한 종래 방식으로는 모터 방식이 가장 일반적이다. 모터 방식은 빠른 반응속도, 저전력 및 촉감 출력 제어의 용이성으로 인해 모바일 장치에서 다양하게 활용되어 왔다. 그러나 모터 방식으로 촉감을 제공할 경우, 촉각 모듈의 크기로 인해 모듈 배치의 어려움이 있고, 기구 자체의 두께가 두꺼워지는 단점이 있다. 특히 모터 방식을 사용하는 종래 기술은 기구 전체로 진동이 전파되는 구조이기 때문에, 국부적으로 사용자 손이 닿는 곳에서만 촉감(Localized Haptic Sense)을 제공하기 어려워 휴대용 전자기기가 아닌 네비게이션, DID, 모니터 등에 적용하기는 어렵다.
- [4] 이러한 단점을 극복하기 위해 최근에는 디스플레이 패널 위에 장착할 수 있는 필름형 촉각 모듈 기술이 등장하였다. 필름형 촉각 모듈은 터치패널의 구현방식에 따라 저항막(Resistive) 방식, 정전용량(Capacitive) 방식, SAW(Surface Accoustic Wave; 초음파) 방식, IR(Infrared; 적외선) 방식 등으로 구분되며 저항막 방식과 정전용량 방식이 주로 사용된다. 저항막 방식은 투명전극이 코팅되어 있는 두 장의 기판을 합착시킨 구조로써 손가락이나 펜으로 압력을 가해 상부와 하부의 전극층이 접촉되면 전기적 신호가 발생되어 위치를 인지하는 방식이다. 저항막 방식의 경우 가격이 싸고 정확도가 높으며 소형화에 유리하나 물리적으로 두 장의 기판이 접촉되어야 터치를 인식하기 때문에 견고하게 제작되는데 어려움이 있다.
- [5] 한편, 정전용량 방식은 사람의 몸에서 발생하는 정전기를 감지해 구동하는 방식으로서 내구성이 강하고 반응시간이 짧으며 투과성이 좋은 반면, 가격이

높고 펜을 이용하거나 장갑을 낀 손 등에는 동작하지 않는 단점을 가지고 있다. 일부 산업용이나 카지노 게임기 중에 사용되었으며, 최근 휴대폰에 채택되기 시작하고 있다. 그 밖의 SAW 방식은 방출된 초음파가 장애물로 만나 파동의 크기(Amplitude)가 줄어든 것을 감지하는 방식으로 빛 투과율이 좋은 반면 센서의 오염과 액체에 약한 단점이 있다. 터치스크린 패널이 대형화 됨에 따라 박막의 저 저항이 요구되며, 우수한 Etching 특성과 저저항 특성을 가지는 ITO 조성 개발이 활발히 이루어지고 있다.

- [6] 상술한 종래 기술들의 경우 터치에 의한 위치 인식과 촉감 피드백을 동시에 제공하기 위해서는 기존 터치 패널의 위나 아래에 추가로 여러 개의 기판, 전극층, 절연층 등을 삽입해야 한다. 그러나 터치 스크린에 이러한 구조를 삽입할 경우 제품의 수율 하락, 단가 상승, 그리고 광 투과율이 저하되는 문제점이 있어 실제 제품에 적용되기는 매우 어렵다.
- [7] 주요 요구기술로는 분말 입자 제어기술 (100 nm 이하) 확보가 우선이며, 초박형 Sheet 성형기술, 바인더 조성기술, 전극 프린팅 기술, 분위기 소성기술 및 고도의 특성 분석 기술개발이 있으며 성형기술은 테이프 캐스팅법이 사용되는데 현재 약 0.8 수준에 있으나 더 박층의 성형을 위한 연구가 진행되고 있다. 소재기술로는 높은 정전용량과 절연특성을 가지고 있어 정전용량 형 터치패널의 주재료로 사용되고 있는 (Sr, Ba)TiO₃ 제조기술과 (Sr, Ba)TiO₃에 여러 가지의 성분을 첨가하여 원하고자 하는 유전특성을 나타내는 조성기술이 핵심기술이다.
- [8] 반도체 산화물의 유전특성을 위해서는 박막을 결정화를 위한 어닐링 및 소결 공정이 필요하다. 현재까지는 졸겔 공정을 통해 결정화를 이루기 위해 어닐링을 하거나, 나노 입자 기반의 잉크를 소결하기 위하여 600 °C 이상의 고온 열 소결 공정이 요구되어 왔다. 또한, 강한 빛으로 작은 면적을 소결하는 레이저 소결법, 마이크로파를 이용한 마이크로웨이브 소결법, 분체 재료에 압력과 저전압 및 대류를 걸어서 소결하는 플라즈마 소결법이 발명되어 사용되고 있다.
- [9] 그러나, 종래의 열 소결 공정은 폴리머 기판 사용에 제한이 있기 때문에 플렉서블 터치패널 구현이 불가능하다. 이를 위해 폴리머 기판이 손상을 입지 않는 저온 소결 공정의 필요성이 대두되어 왔다. 하지만, 대안으로 제시되고 있는 레이저 소결법은 조사면적이 매우 좁아 국부적인 소결만이 가능하여 대량생산에 한계가 있고, 플라즈마 소결법은 비활성 기체의 상태 유지를 위한 고가의 챔버와 같이 정교하고 복잡한 장비를 요구하기 때문에 산업화에 적합하지 않다.
- [10] <선행기술문헌>
- [11] 특허문헌 1. 대한민국 등록특허 제1,305,119호
- [12] 특허문헌 2. 대한민국 등록특허 제1,359,663호
- [13] 특허문헌 3. 대만민국 등록특허 제1,025,701호
- [14] 특허문헌 4. 대한민국 공개특허 제10-2013-0062478호

발명의 상세한 설명

기술적 과제

- [15] 본 발명의 목적은 유전특성을 향상시킬 수 있도록 복합 광원을 이용하여 상온/대기 조건과 매우 짧은 시간에 어닐링 및 소결을 할 수 있는 복합 광 소결용 반도체 산화물 잉크를 제공하는데 있다.
- [16] 본 발명의 다른 목적은 상기 복합 광 소결용 반도체 산화물 잉크를 이용한 복합 광 소결 방법을 제공하는데 있다.

과제 해결 수단

- [17] 상기한 목적을 달성하기 위한 본 발명의 복합 광 소결용 반도체 산화물 잉크는 스트론튬 티타늄 옥사이드(SrTiO_3), 바륨 티타늄 옥사이드(BaTiO_3) 또는 이들의 혼합물 중에서 선택되는 반도체 산화물 및 분산안정제를 포함할 수 있다.
- [18] 상기 복합 광 소결용 반도체 산화물 잉크는 광소결 조건이 제논 플래쉬 램프의 펄스 수가 1 내지 100일 때, 강도가 0.1 내지 50 J/cm^2 이고, 펄스 폭이 0.1 내지 100 ms이며, 펄스 갭이 0.1 내지 20 ms의 조사 조건으로 조사되는 극단파 백색광; 0 내지 1000 W/cm^2 의 세기로 0 내지 300초간 조사되는 근적외선 및 0 내지 500 mW/cm^2 의 세기로 0 내지 300초간 조사되는 원자외선이 함께 조사되는 것일 수 있다.
- [19] 또한, 광소결 조건이 제논 플래쉬 램프의 펄스 수가 1 일 때, 강도가 5 내지 15 J/cm^2 이고, 펄스 폭이 5 내지 30 ms의 조사 조건으로 조사되는 극단파 백색광; 400 내지 600 W/cm^2 의 세기로 150 내지 200 초간 조사되는 근적외선 및 20 내지 90 mW/cm^2 의 세기로 조사되는 원자외선이 함께 조사되는 것일 수 있다.
- [20] 본 발명에 의하면, 상기 광소결은 극단파 백색광, 근적외선 및 원자외선이 동시에 조사될 수도 있으나, 순차적으로 조사될 수도 있다.
- [21] 또한, 조사 순서의 제한은 없으며, 예를 들어 근적외선 선조사 후 극단파 백색광과 원자외선을 동시에 조사할 수도 있고, 근적외선-극단파 백색광-원자외선 순으로 조사할 수도 있다.
- [22] 상기 반도체 산화물은 반도체 산화물 전구체를 포함하는 것일 수 있는데, 상기 반도체 산화물 전구체는 스트론튬 전구체 및 바륨 전구체 중에서 선택되는 어느 하나 또는 이들의 혼합물, 아세트산 및 티타늄 전구체를 포함하는 것일 수 있다.
- [23] 본 발명에 의하면, 상기 스트론튬 전구체는 스트론튬 아세테이트, 질산 스트론튬, 스트론튬 클로라이드 헥사 하이드레이트 중에서 선택되는 어느 하나 또는 둘 이상일 수 있으며, 바륨 전구체는 바륨 아세테이트, 질산 바륨, 바륨 클로라이드 헥사 하이드레이트 중에서 선택되는 어느 하나 또는 둘 이상일 수 있고, 상기 티타늄 전구체는 티타늄 테트라클로라이드, 티타늄 테트라에톡사이드, 티타늄 테트라이소프로포사이드, 티타늄(이소프로포사이드)₂(2,2,6,6,-테트라메틸헥산디오네이트)₂, 티타늄(디메틸아미노에톡사이드)₄ 및 티타늄(메틸펜탄디올)(2,2,6,6,-테트라메틸헥산디오네이트)₂ 중에서 선택되는

어느 하나 또는 둘 이상의 혼합물일 수 있다.

- [24] 본 발명에 의하면 상기 분산안정제는 에틸렌 글리콜, 에탄올아민, 에틸디에탄올아민, 헥사놀아민, n-메틸피페리딘, 폴리비닐피롤리돈, 폴리비닐알콜, 폴리비닐부티랄, 폴리메틸메타크릴레이트, 텍스트란, 아조비스 및 도데실벤젠황산나트륨으로 이루어진 군 중에서 선택되는 어느 하나 또는 둘 이상일 수 있으며, 반도체 산화물 1 몰에 대하여 분산안정제 0.1 내지 0.4 몰의 비율로 포함될 수 있다.
- [25] 본 발명에 의하면, 상기 반도체 산화물은 입자의 크기가 직경이 1 내지 999 nm인 나노입자 및 직경이 1 내지 10 μm 인 마이크로입자 중에서 선택되는 어느 하나 또는 이들의 혼합물로 이루어진 것일 수 있다.
- [26] 또한, 상기한 다른 목적을 달성하기 위한 본 발명의 복합 광 소결용 반도체 산화물 잉크는 하기의 단계를 포함하는 방법을 통해 복합 광 소결될 수 있다.
- [27] 1) 스트론튬 티타늄 옥사이드(SrTiO_3), 바륨 티타늄 옥사이드(BaTiO_3) 또는 이들의 혼합물 중에서 선택되는 반도체 산화물 및 분산안정제를 포함하는 광소결용 반도체 산화물 잉크를 제조하는 단계,
- [28] 2) 상기 광소결용 반도체 산화물 잉크를 기판상에 코팅하는 단계,
- [29] 3) 상기 광소결용 반도체 산화물 잉크가 코팅된 기판을 상온 조건에서 극단파 백색광을 조사하여 광소결 하는 단계.
- [30] 본 발명에 의하면, 상기 3) 단계는 근적외선 및 원자외선 중에서 선택되는 어느 하나 또는 둘이 함께 조사되는 것일 수 있다.
- [31] 상기 극단파 백색광은 제논 플래쉬 램프로부터 조사되는 것으로, 조사 조건이 펄스 폭이 0.1 내지 100 ms이며, 펄스 수가 1 내지 100이고, 강도가 0.1 내지 50 J/cm^2 이며, 펄스 갭이 0.1 내지 20 ms으로 조사되는 것일 수 있으며,
- [32] 상기 근적외선은 0 내지 1000 W/cm^2 의 세기로 0 내지 300 초간 조사되는 것 일 수 있고, 상기 원자외선은 0 내지 500 mW/cm^2 의 세기로 0 내지 300 초간 조사되는 것 일 수 있다.
- [33] 상기 기판은 전도성 물질이 코팅된 것으로 폴리에틸렌 나프탈레이트(PEN), 폴리에틸렌(PT), 폴리이미드(PI), 폴리에스터(PET), BT 에폭시/유리 섬유 및 포토페이퍼로 이루어진 군에서 선택될 수 있으며, 상기 광소결 단계는 일 단계(single-step) 또는 다 단계(multi-step)으로 수행될 수 있다.

발명의 효과

- [34] 본 발명에 따른 극단파 백색광 또는 극단파 백색광과 근적외선 및 원적외선 중에서 선택되는 1 종 이상의 광원을 조사하는 복합 광 소결방법을 이용한 반도체 산화물의 소결 방법은 순간적으로 넓은 영역에 강한 빛을 조사하여 상온 및 대기 상태에서 소결이 가능하므로 대면적 및 선택적 소결이 가능하고, 폴리머 기판의 손상을 야기하지 않는다. 또한 별도의 진공 장비나 대형 챔버가 필요하지 않아 정전용량 형 터치패널 제작에 있어 공정비용을 크게 줄일 수 있어

경제적이다. 이러한 복합 광 소결 방법을 이용하면 햅틱 기능을 갖춘 플렉서블 터치 스크린의 구현이 가능하여 디스플레이 산업에 유용하게 적용할 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [35] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따라 복합 광원을 이용하여 반도체 산화물 잉크를 소결하는 과정을 나타내는 공정순서도이다.
- [36] 도 2는 본 발명에 따른 복합광 소결 장치 및 소결하는 과정을 보여주는 모식도이다.
- [37] 도 3은 본 발명에 따른 제논 램프의 단펄스 백색광에 대한 그래프이다.
- [38] 도 4는 본 발명에 따른 제논 램프에서 조사되는 극단파 백색광 조사 에너지의 변화에 따른 반도체 산화물(SrTiO_3)의 유전상수 변화 그래프이다.
- [39] 도 5는 본 발명에 따른 근적외선과 극단파 백색광을 이용한 복합 광 소결 시 근적외선 조사시간 및 극단파 백색광의 조사에너지에 따른 반도체 산화물(SrTiO_3)의 유전상수 변화 그래프이다.
- [40] 도 6은 본 발명에 따른 근적외선과 극단파 백색광을 이용한 복합 광 소결 시 근적외선 조사시간 및 극단파 백색광의 조사에너지에 따른 반도체 산화물(SrTiO_3) 표면의 전자주사현미경 이미지이다.
- [41] 도 7은 본 발명에 따른 근적외선, 극단파 백색광 및 원자외선을 이용한 복합 광 소결 시 원자외선 조사에너지에 따른 반도체 산화물(SrTiO_3)의 유전상수 변화 그래프이다.
- [42] 도 8은 본 발명에 따른 근적외선, 극단파 백색광 및 원자외선을 이용한 복합 광 소결 시 원자외선 조사에너지에 따른 반도체 산화물(SrTiO_3) 표면의 전자주사현미경 이미지이다.
- [43] 도 9는 본 발명에 따른 극단파 백색광의 조사 조건에 따른 반도체 산화물(SrTiO_3) 표면의 전자주사현미경 이미지이다.
- [44] 도 10은 본 발명에 따른 극단파 백색광의 펄스 폭 변화에 따른 반도체 산화물(SrTiO_3) 표면의 전자주사현미경 이미지이다.
- [45] 도 11은 본 발명에 따른 80 °C로 처리한 반도체 산화물 박막의 단파 백색광의 펄스 폭 변화에 따른 반도체 산화물(SrTiO_3) 표면의 전자주사현미경 이미지이다.
- [46] 도 12는 본 발명에 따른 150 °C로 처리한 반도체 산화물 박막의 단파 백색광의 펄스 폭 변화에 따른 반도체 산화물(SrTiO_3) 표면의 전자주사현미경 이미지이다.
- [47] 도 13은 본 발명에 따른 80 °C로 처리한 반도체 산화물 박막에 극단파 백색광 및 원자외선을 이용한 복합 광 소결 시 원자외선 조사에너지 변화에 따른 반도체 산화물(SrTiO_3) 표면의 전자주사현미경 이미지이다.
- [48] 도 14는 본 발명에 따른 150 °C로 처리한 반도체 산화물 박막에 극단파 백색광 및 원자외선을 이용한 복합 광 소결 시 원자외선 조사에너지 변화에 따른 반도체 산화물(SrTiO_3) 표면의 전자주사현미경 이미지이다.
- [49] 도 15는 본 발명에 따른 열처리 하지 않은 반도체 산화물 박막에 극단파 백색광

및 원자외선을 이용한 복합 광 소결 시 원자외선 조사에너지 변화에 따른 반도체 산화물(SrTiO_3) 표면의 전자주사현미경 이미지이다.

발명의 실시를 위한 최선의 형태

- [50] 이하, 본 발명을 보다 상세하게 설명한다.
- [51] 본 발명의 복합 광 소결용 반도체 산화물 잉크는 스트론튬 티타늄 옥사이드(SrTiO_3), 바륨 티타늄 옥사이드(BaTiO_3) 또는 이들의 혼합물 중에서 선택되는 반도체 산화물 및 분산안정제를 포함할 수 있다.
- [52] 본 발명에 따른 복합 광 소결용 반도체 산화물 잉크는 광소결 조건이 제논 플래쉬 램프의 펄스 수가 1 내지 100일 때, 강도가 0.1 내지 50 J/cm^2 이고, 펄스 폭이 0.1 내지 100 ms이며, 펄스 갭이 0.1 내지 20 ms의 조사 조건으로 조사되는 극단파 백색광; 0 내지 1000 W/cm^2 의 세기로 0 내지 300초간 조사되는 근적외선 및 0 내지 500 mW/cm^2 의 세기로 0 내지 300초간 조사되는 원자외선이 함께 조사되는 것일 수 있다.
- [53] 본 발명에 있어서, 상기 근적외선 또는 원자외선이 0 초간 조사되는 조건은 상기 광원을 조사하지 않는다는 의미이다. 즉, 본 발명에 따른 광 조사는 극단파 백색광을 단독 조사, 극단파 백색광 및 근적외선을 복합조사, 극단파 백색광 및 원자외선을 복합조사 및 극단파 백색광, 근적외선 및 원자외선을 복합조사하는 것 일 수 있다.
- [54] 또한, 상기 광소결 조건의 최적 조건은 극단파 백색광, 근적외선 및 원자외선의 설정 조건에 따라 달라질 수 있다. 예를 들어, 본 발명에 따른 복합 광 조사용 반도체 산화물 잉크의 최적 광소결 조건은 제논 플래쉬 램프의 펄스 수가 1 일 때, 강도가 5 내지 15 J/cm^2 이고, 펄스 폭이 5 내지 30 ms의 조사 조건으로 조사되는 극단파 백색광과 400 내지 600 W/cm^2 의 세기로 150 내지 200 초간 조사되는 근적외선 및 20 내지 90 mW/cm^2 의 세기로 조사되는 원자외선이 함께 조사되는 것일 수 있으나 이에 제한되는 것은 아니다.
- [55] 상기 극단파 백색광, 근적외선 및 원자외선은 동시에 조사될 수도 있으나, 순차적으로 조사될 수도 있으며, 이 경우 조사순서의 제한은 없으나 바람직하게는 근적외선이 먼저 조사된 후, 극단파 백색광과 원자외선이 조사될 수 있으며, 가장 바람직하게는 근적외선이 먼저 조사된 후, 극단파 백색광과 원자외선이 동시 조사되는 것일 수 있다.
- [56] 본 발명에 의하면, 본 발명에 사용되는 반도체 산화물은 반도체 산화물 전구체를 포함할 수 있다.
- [57] 상기 반도체 산화물 전구체는 스트론튬 전구체 및 바륨 전구체 중에서 선택되는 어느 하나 또는 이들의 혼합물; 아세트산; 및 티타늄 전구체;를 포함하는 것일 수 있다.
- [58] 본 발명에 의하면, 상기 스트론튬 전구체는 스트론튬 아세테이트, 질산 스트론튬, 스트론튬 클로라이드 헥사 하이드레이트 중에서 선택되는 어느 하나

또는 둘 이상일 수 있으며, 바륨 전구체는 바륨 아세테이트, 질산 바륨, 바륨 클로라이드, 헥사 하이드레이트 중에서 선택되는 어느 하나 또는 둘 이상일 수 있고, 상기 티타늄 전구체는 티타늄 테트라클로라이드, 티타늄 테트라에톡사이드, 티타늄 테트라이소프로포사이드, 티타늄(이소프로포사이드)₂(2,2,6,6,-테트라메틸헥산디오네이트)₂, 티타늄(디메틸아미노에톡사이드)₄ 및 티타늄(메틸펜탄디올)(2,2,6,6,-테트라메틸헥산디오네이트)₂ 중에서 선택되는 어느 하나 또는 둘 이상일 수 있다.

[59] 본 발명에 있어서 상기 분산안정제는 에틸렌 글리콜, 에탄올아민, 에틸디에탄올아민, 헥사놀아민, n-메틸피페리딘, 폴리비닐피롤리돈, 폴리비닐알콜, 폴리비닐부티랄, 폴리메틸메타크릴레이트, 텍스트란, 아조비스 및 도데실벤젠황산나트륨으로 이루어진 군 중에서 선택되는 어느 하나 또는 둘 이상일 수 있으며, 반도체 산화물 1 몰에 대하여 분산안정제 0.1 내지 0.4의 비율로 포함될 수 있다. 상기 분산안정제의 함량이 상기 하한치 미만이면 반도체 산화물의 분산이 용이하지 않아 인쇄 후 건조가 이루어지는 동안 패턴을 유지할 수 없으며, 상기 상한치를 초과하는 경우에는 반도체 산화물 잉크의 인쇄력이 저하될 수 있다.

[60] 본 발명에 사용되는 상기 반도체 산화물은 입자의 크기가 직경이 1 내지 999 nm인 나노입자 또는 직경이 1 내지 10 μm 인 마이크로입자를 사용할 수도 있으나 이를 혼합하여 사용할 수도 있다. 서로 다른 크기의 입자를 혼합하여 사용하면 나노입자와 마이크로 입자 간에 네킹이 형성되고 공극이 줄어들어 유전상수를 증가시킬 수 있어 바람직하다.

[61] 본 발명에 따른 복합 광 조사용 반도체 산화물은 연료감응형 태양전지 전극 또는 다른 에너지 소자, 전자 소자, 센서 및 정전용량 형 터치패널 등에 광범위하게 사용될 수 있다.

[62]

[63] 또한, 본 발명은 정전용량 형 터치패널 제작을 위해 상기 복합 광 조사용 반도체 산화물 잉크를 소결하여 유전 특성을 높이는 소결방법에 관한 것이다.

[64] 도 1에 도시된 바와 같이, 본 발명의 복합 광 소결용 반도체 산화물 잉크를 이용하여 반도체 산화물을 복합 광 소결하는 과정은 하기 단계를 포함한다.

[65] 1) 스트론튬 티타늄 옥사이드(SrTiO_3), 바륨 티타늄 옥사이드(BaTiO_3) 또는 이들의 혼합물 중에서 선택되는 반도체 산화물 및 분산안정제를 포함하는 광소결용 반도체 산화물 잉크를 제조하는 단계(S1),

[66] 2) 상기 광소결용 반도체 산화물 잉크를 기판상에 코팅하는 단계(S2),

[67] 3) 상기 광소결용 반도체 산화물 잉크가 코팅된 기판을 상온 조건에서 극단파 백색광을 조사하여 광소결 하는 단계(S3).

[68] 먼저, 상기 (S1)에서는 상기 기재에 된 바에 따라 스트론튬 티타늄 옥사이드(SrTiO_3), 바륨 티타늄 옥사이드(BaTiO_3) 또는 이들의 혼합물 중에서 선택되는 반도체 산화물 및 분산안정제를 포함하는 광소결용 반도체 산화물

잉크를 제조한다.

- [69] 본 발명에 있어서, 상기 반도체 산화물은 반도체 산화물 전구체를 포함할 수 있다. 상기 반도체 산화물 전구체는 스트론튬 전구체 및 바륨 전구체 중에서 선택되는 어느 하나 또는 이들의 혼합물; 아세트산; 및 티타늄 전구체;를 포함할 수 있다.
- [70] 상기 스트론튬 전구체, 바륨전구체, 티타늄 전구체 및 분산안정제는 앞에서 정의한 바와 같다.
- [71] 상기 반도체 산화물 잉크 제조시 용이한 분산을 위하여 초음파 분산기, 교반기, 볼밀 및 3볼밀 중에서 선택되는 1종 또는 2종 이상으로 분산하는 단계 및 탈포하는 단계를 더 포함하여 수행할 수 있으며, 분산방법이 이에 제한되는 것은 아니다.
- [72] 다음으로 (S2)에서는 제조된 복합 광 소결용 반도체 산화물 잉크를 기판에 코팅한다.
- [73] 상기 기판은 전도성 물질이 코팅된 것으로 폴리에틸렌 나프탈레이트(PEN), 폴리에틸렌(PT), 폴리이미드(PI), 폴리에스터(PET), BT 에폭시/유리 섬유 및 포토페이퍼로 이루어진 군 중에서 선택될 수 있으며, 스크린 프린팅(screen printing), 잉크젯 프린팅(inkjet printing), 그라뷰어링(Gravuring) 및 스핀코팅(Spin coating) 등의 방법에 의해 기판에 도포될 수 있다.
- [74] 상기 전도성 물질은 ITO(Indium tin Oxide)일 수 있으나 이에 제한되는 것은 아니며, 플렉서블 투명기판에 이용할 수 있는 전도성 물질이면 가능하다.
- [75] 다음으로 (S3)에서는 기판에 코팅된 반도체 산화물 잉크를 제논 플래쉬 램프로부터 조사된 백색광을 이용하여 광소결한다.
- [76] 또한, 상기 (S3) 단계는 극단파 백색광 이외에 근적외선 및 원자외선 중에서 선택되는 어느 하나 또는 이들 모두를 함께 이용할 수도 있다.
- [77] 상기 광원들을 함께 이용하는 경우에는 동시에 조사할 수도 있으나 광원을 하나씩 조사할 수도 있고, 하나의 광원을 조사한 후 나머지 두 개를 동시에 조사하는 것도 무방하다. 이러한 경우 복합 광 조사 조건은 2단계 혹은 3단계로 나누어 수행될 수 있다.
- [78] 또한, 상기 소결단계 전에 도포된 잉크의 용매를 건조하는 것이 바람직하다. 이때 건조가 제대로 이루어지지 않으면 복합 광 조사시 잉크가 액상에서 고상으로 상변화하는데 에너지를 많이 소모하므로 소결이 제대로 이루어지지 않을 수 있다. 상기 건조 방법으로, 70 내지 120 °C 온도의 열풍기, 핫플레이트 등을 이용하여 건조시킬 수도 있지만, 한편으로 도포된 잉크의 건조를 본 발명에 의한 복합 광 조사 조건을 조절하여 달성할 수도 있을 것이며, 조직의 치밀화를 이루기 위해 복합 광 조사 조건을 조절하여 예열할 수도 있다.
- [79] 본 발명에 의하면, 상기 반도체 산화물 잉크는 상온 대기압의 조건에서 약 0.1 내지 100 ms 정도의 매우 짧은 시간 동안 완전한 건조 및 소결이 가능하다. 본 발명에 다른 복합 광 소결 장치의 일반적인 구조를 도 2에 나타내었다.

- [80] 왼쪽은 제논 램프를 이용한 극단파 백색광을 이용한 광 소결 장치이며, 오른쪽은 근적외선, 극단파 백색광 및 원자외선을 이용한 복합 광 소결 장치이다.
- [81] 본 발명에 따른 복합 광 소결장치를 이용하면 폴리머 기판에 손상을 입히지 않는 선택적 소결 및 대면적 소결이 가능하다.
- [82] 극단파 백색광을 이용한 소결은 조사 조건이 펄스 폭이 0.1 내지 100 ms이며, 펄스 수가 1 내지 100이고, 강도가 0.1 내지 50 J/cm²이며, 펄스 갭이 0.1 내지 20 ms으로 조사되는 것일 수 있다. 상기 펄스 폭이 100 ms보다 클 경우에는 단위 시간당 입사 에너지가 줄어들어 소결의 효율이 저하될 수 있으므로 비경제적이다. 펄스 갭이 20 ms보다 크거나 펄스 수가 100번보다 큰 경우, 강도가 0.1 J/cm²보다 작은 경우에도 너무 낮은 에너지로 인해 반도체 산화물 잉크가 소결될 수 없으며, 펄스 갭이 0.01 ms 보다 작거나 강도가 50 J/cm²보다 큰 경우에는 장비와 램프에 무리가 가해지기 때문에 장비와 램프의 수명이 급속하게 줄어드는 문제점이 있다.
- [83] 본 발명에서 펄스 폭(0.1 내지 100 ms), 펄스 갭(0.1 내지 20 ms), 펄스 수(1 내지 100번), 강도(0.1 J/cm² 내지 50 J/cm²)의 변화에 따라 광소결 조건이 달라지며 그에 따라 총 광에너지가 최대 50 J/cm²까지 방출하게 된다. 이때 충분한 빛 에너지가 조사되어야만 소결이 가능하며, 소결을 위한 에너지 범위는 기판에 따라 상이할 수 있는데, 예를 들어 PI(5 ~ 50J), 포토페이퍼(3 ~ 15J), BT(10 ~ 25J) 일 수 있다.
- [84] 이해를 돕기 위해 제논 램프의 단 펄스 백색광에 대한 그래프가 도 3에 도시되어 있으며, 극단파 광 소결시 극단파 백색광 조사 에너지의 변화에 따른 반도체 산화물(SrTiO₃)의 유전상수 변화를 도 4에 나타내었다. 극단파 백색광 조사 에너지가 10 J/cm²보다 작으면 조사에너지가 충분하지 않아 유전상수가 거의 측정되지 않았으며, 조사에너지가 15 J/cm²까지 증가함에 따라 유전상수가 증가하는 것을 확인할 수 있다. 그러나 20 J/cm²이상의 백색광을 조사하면 과도한 에너지 조사로 인해 필름의 손상이 생겨 유전상수가 다시 감소하는 것을 확인할 수 있다. 이러한 효과는 필름의 두께, 입자의 크기, 분산안정제의 종류 및 기판의 종류와 두께에 따라서 달라질 수 있다.
- [85] 반도체 산화물 전구체 잉크 필름은 600 °C 이상의 높은 온도에서 결정화(Crystallization)가 이루어지고, 온도가 높아질수록 결정화가 잘 이루어진다. 본 발명에서는 광 조사시 필름의 온도를 향상시킬 수 있으면서 반도체 산화물의 유전상수를 향상시키기 위하여 본 발명에서는 근적외선과 극단파 백색광 이용하여 복합 광 조사함으로써 반도체 산화물의 결정화 및 유전상수를 향상시킬 수 있다.
- [86] 상기 근적외선과 극단파 백색광은 동시에 조사될 수도 있으나, 상기 근적외선을 조사한 후 극단파 백색광을 조사하면 필름의 온도가 높아진 상태에서 소결을 수행할 수 있으므로 결정화가 우수하며, 반도체 산화물의 유전상수를 더욱 향상시킬 수 있어 바람직하다. 하지만, 백색광 조사에너지 및

근적외선 에너지가 커질 수록 무조건적으로 소결이 효과적으로 일어나는 것은 아니다.

[87] 본 발명에 의하면, 상기 근적외선은 0 내지 1000 W/cm^2 의 세기로 0 내지 300초간 조사될 수 있는데, 상기 근적외선이 0 W/cm^2 의 세기 또는 0 초간 조사된다는 것은 근적외선을 조사하지 않는다는 의미이고, 바람직하게는 400 내지 700 W/cm^2 의 세기로 조사되는 것이 바람직하다. 상기 400 W/cm^2 미만으로 조사되는 경우에는 반도체 산화물이 코팅된 필름의 온도를 높이는데 오랜 시간이 소요되며, 상기 700 W/cm^2 를 초과하여 조사하는 경우에는 단시간에 필름의 온도가 너무 높아질 수 있어 주의를 필요로 한다.

[88] 또한, 상기 근적외선은 0.75 내지 $1.5 \mu\text{m}$ 의 파장의 광원일 수 있다.

[89] 도 5 및 도 6에는 각각 근적외선과 극단파 백색광을 이용한 복합 광 소결 시 근적외선 조사시간 및 극단파 백색광의 조사에너지에 따른 반도체 산화물(SrTiO_3)의 유전상수 변화 그래프와 전자 주사 현미경으로 촬영한 필름의 상태를 나타내었다.

[90] 또한, 본 발명에서는 반도체 산화물의 유전상수를 향상시키기 위하여 백색광과 함께 원자외선을 조사할 수 있다. 상기 백색광과 원자외선은 각각 순차적으로 조사할 수도 있으나, 동시에 조사할 수도 있다.

[91] 본 발명에 따른 반도체 산화물인 스트론튬 티타늄 옥사이드 및 바륨 티타늄 옥사이드는 원자외선 파장대인 100 내지 380 nm의 빛을 잘 흡수하는 특성을 가지고 있어 반도체 산화물의 광소결 시 백색광과 함께 본 발명에 따른 100 내지 280 nm 파장의 원자외선으로 광조사하면 반도체 산화물의 결정화가 잘 이루어지며, 필름의 표면 계질이 향상되고 반도체 산화물의 유전특성을 더욱 향상시킬 수 있어 바람직하다.

[92] 상기 원자외선은 0 내지 500 mW/cm^2 의 세기로 0 내지 300초간 조사될 수 있으며, 바람직하게는 20 내지 100 mW/cm^2 의 세기로 조사되는 것일 수 있다.

[93] 도 7에는 근적외선, 극단파 백색광 및 원자외선을 이용한 복합 광 소결 시 원자외선의 조사 에너지에 따른 반도체 산화물(SrTiO_3)의 유전상수 변화 그래프를 나타내었으며, 도 8에는 원자외선의 조사 에너지에 따른 반도체 산화물(SrTiO_3)의 필름 표면 상태를 전자주사 현미경으로 촬영하여 나타내었다.

[94] 본 발명에 의하면 상기 광소결 단계는 일 단계(single-step) 또는 다 단계(multi-step)로 수행될 수도 있다.

발명의 실시를 위한 형태

[95] 이하, 본 발명의 이해를 돕기 위하여 바람직한 실시예를 제시하나, 하기 실시예는 본 발명을 예시하는 것일 뿐 본 발명의 범주 및 기술사상 범위 내에서 다양한 변경 및 수정이 가능함은 당업자에게 있어서 명백한 것이며, 이러한 변형 및 수정이 첨부된 특허청구범위에 속하는 것도 당연한 것이다.

[96]

- [97] 실시예
- [98] 실시예 1.
- [99] 1 단계: 스트론튬 아세테이트와 아세트산 각각 0.75 M 용액에 티타늄(IV) 이소프로포사이드 용액을 첨가하여 30분 동안 교반하여 혼합하였다. 에틸렌 글리콜을 0.25 M 첨가하여 안정화시켰다. 이후, 1 시간 동안 90 °C로 가열하여 스트론튬 티타늄 옥사이드 반도체 산화물의 전구체 용액을 준비하였다.
- [100] 2 단계: 상기 준비된 용액을 ITO가 코팅된 PEN 필름 위에 스핀 코팅(500 rpm, 30 sec) 방법으로 도포한 후, 80 °C의 핫플레이트에서 20 분 동안 건조시켰다.
- [101] 3단계: 준비된 스트론튬 티타늄 옥사이드 반도체 산화물 박막에 제논 램프를 이용하여 강도 15 J/cm², 펄스 폭 20 ms, 펄스 수 1번 조사조건으로 극단파 백색광을 조사하여 소결하였다.
- [102]
- [103] 실시예 2.
- [104] 스트론튬 아세테이트 대신에 바륨 아세테이트를 이용한 것을 제외하고는 실시예 1의 방법으로 극단파 백색광을 조사하여 소결하였다.
- [105]
- [106] 실시예 3.
- [107] 스트론튬 아세테이트 대신에 스트론튬 아세테이트와 스트론튬 아세테이트를 혼합하여 이용한 것을 제외하고는 실시예 1의 방법으로 극단파 백색광을 조사하여 소결하였다.
- [108]
- [109] 실시예 4.
- [110] 실시예 1의 3 단계에서 극단파 백색광을 조사하기 전에 반도체 산화물 박막에 500 W의 근적외선을 180초간 조사하는 단계를 더 추가하는 것을 제외하고는 실시예 1의 방법으로 복합 광 조사하여 소결하였다.
- [111]
- [112] 실시예 5.
- [113] 스트론튬 아세테이트 대신에 바륨 아세테이트를 이용하여 제조된 반도체 산화물 박막에, 실시예 1의 3 단계에서 극단파 백색광을 조사하기 전에 반도체 산화물 박막에 500 W의 근적외선을 180초간 조사하는 단계를 더 추가하는 것을 제외하고는 실시예 1의 방법으로 복합 광 조사하여 소결하였다.
- [114]
- [115] 실시예 6.
- [116] 스트론튬 아세테이트 대신에 스트론튬 아세테이트와 바륨 아세테이트를 혼합하여 제조된 반도체 산화물 박막에, 실시예 1의 3 단계에서 극단파 백색광을 조사하기 전에 반도체 산화물 박막에 500 W의 근적외선을 180초간 조사하는 단계를 더 추가하는 것을 제외하고는 실시예 1의 방법으로 복합 광 조사하여 소결하였다.

[117]

[118] 실시예 7.

[119] 실시예 1의 3 단계에서 반도체 산화물 박막에 500 W의 근적외선을 180 초간 먼저 조사한 후, 제논 램프를 이용하여 강도 15 J/cm², 펄스 폭 20 ms, 펄스 수 1번 조사조건으로 극단파 백색광과 90 mW/cm²의 원자외선을 함께 조사한 것을 제외하고는 실시예 1의 방법으로 복합 광 조사하여 소결하였다.

[120]

[121] 실시예 8.

[122] 스트론튬 아세테이트 대신에 바륨 아세테이트를 이용하여 제조된 반도체 산화물 박막에 500 W의 근적외선을 180 초간 먼저 조사한 후, 제논 램프를 이용하여 강도 15 J/cm², 펄스 폭 20 ms, 펄스 수 1번 조사조건으로 극단파 백색광과 90 mW/cm²의 원자외선을 함께 조사한 것을 제외하고는 실시예 1의 방법으로 복합 광 조사하여 소결하였다.

[123]

[124] 실시예 9.

[125] 스트론튬 아세테이트 대신에 스트론튬 아세테이트와 바륨 아세테이트를 혼합하여 제조된 반도체 산화물 박막에 500 W의 근적외선을 180 초간 먼저 조사한 후, 제논 램프를 이용하여 강도 15 J/cm², 펄스 폭 20 ms, 펄스 수 1번 조사조건으로 극단파 백색광과 90 mW/cm²의 원자외선을 함께 조사한 것을 제외하고는 실시예 1의 방법으로 복합 광 조사하여 소결하였다.

[126]

[127] 시험예 1: 광소결 조건 설정

[128] 극단파 백색광 조사 조건을 최적화하기 위하여 실시예 1의 2 단계에서 제조한 반도체 산화물 박막에 조사 에너지에 따른 유전상수 변화를 측정하였으며, 이를 표 1 및 도 9에 나타내었다.

[129] 표 1

[표1]

샘플번호	제논 램프			유전상수
	강도 (J/cm^2)	펄스 수	펄스 폭(ms)	
1	0	1	20	0.002482
2	5	1	20	0.000513
3	10	1	20	3.940786
4	15	1	20	5.278080
5	20	1	20	3.686807
6	25	1	20	3.288701
7	15	2	20	4.299983
8	15	3	20	4.075613
9	15	1	15	3.685717
10	15	1	10	3.410707

[130]

[131] 상기 표 1에 나타낸 바와 같이, 극단파 백색광은 제논 램프의 펄스 수가 1이고, 펄스 폭이 20 ms이며, 조사강도가 $15 \text{ J}/\text{cm}^2$ 인 경우에서 유전상수가 가장 우수한 것을 확인하였다. 또한, 이러한 결과는 실시예 2 및 3에서 제조한 반도체 산화물 박막을 이용한 경우에서도 동일하게 나타났다.

[132] 도 9를 참고로 하면, 조사 강도가 $10 \text{ J}/\text{cm}^2$ 이하에서는 반도체 산화물의 소결이 잘 이루어지지 않았으며, 조사 강도가 $20 \text{ J}/\text{cm}^2$ 이상의 경우에는 과도한 에너지 조사로 인해 필름이 손상되었다. 또한, 도 10에 나타낸 바와 같이 펄스 폭이 좁아지는 경우에도 과도한 에너지의 조사로 인해 필름이 손상되었다.

[133] 유전상수의 하락이 이러한 필름 손상에 기인하는 것이라 할 수 있다. 한편, 이러한 효과는 필름의 두께, 입자의 크기, 분산안정제의 종류 및 기판의 종류와 두께에 따라서 달라질 수 있다.

[134]

[135] 시험예 2. 근적외선 조사에 따른 광소결 조건

[136] 근적외선 조사에 따른 최적 광소결 조건을 설정하기 위하여 실시예 1의 2단계에서 제조한 반도체 산화물 박막에 근적외선 조사시간을 달리하여 조사한 뒤 극단파 백색광을 조사하여 유전상수 변화를 확인하였다.

[137] 도 5에 나타낸 바와 같이 극단파 백색광의 조사 에너지량이 동일할 때, 근적외선 조사시간이 증가함에 따라 반도체 산화물의 유전상수가 증가하는 것을 확인할 수 있다. 또한, 근적외선 조사시간이 180초일 때, 백색광 조사에너지가 $15 \text{ J}/\text{cm}^2$ 일 때는 유전상수가 최대치였으나, 조사에너지가 $20 \text{ J}/\text{cm}^2$ 로

증가하였을 때는 유전상수가 감소하였는데, 필름의 손상에 기인한 결과이다.

[138] 이러한 결과는 실시예 5 및 6에서 제조한 반도체 산화물 박막을 이용한 경우에서도 동일하게 나타났다.

[139] 비교예로서 극단파 백색광을 조사하기 전에 반도체 산화물 박막의 온도를 상승시켜 극단파 백색광을 조사하고 유전상수를 측정하였으며, 이를 하기 표 2에 나타내었다.

[140] 표 2

[표2]

샘플번호	제논 램프			기판온도(°C)	유전상수
	강도 (J/cm ²)	펄스 수	펄스 폭(ms)		
11	5	1	20	80	3.083039
12	10	1	20		1.987760
13	15	1	20		1.567716
14	20	1	20		-
15	5	1	20	150	5.351904
16	10	1	20		4.663406
17	15	1	20		4.819317

[141]

[142] 상기 표 2에 나타낸 바와 같이, 기판의 온도가 80 °C인 경우 유전상수는 낮아지는 결과를 나타내었으며, 기판의 온도가 150 °C로 증가시킨 경우에는 80 °C인 경우 보다 유전상수가 증가하였으나 제논 램프의 강도가 증가에 따라 유전상수는 하락하였다. 또한, 기판을 가열하는 경우에는 도 11(기판의 온도가 80 °C인 경우) 및 도 12(기판의 온도가 150 °C인 경우)에 나타낸 바와 같이, 근적외선을 조사하는 경우에 비하여 결정화가 잘 이루어지지 않았으며, 필름의 표면상태가 좋지 않은 결과를 나타내었다.

[143]

[144] 시험예 3. 원자외선 조사에 따른 광소결 조건

[145] 원자외선 조사에 따른 최적 광소결 조건을 설정하기 위하여 실시예 1의 2단계에서 제조한 반도체 산화물 박막에 시험예 2에서 설정한 최적 근적외선 조사 조건인 500 W로 180 초간 조사한 후, 시험예 1에서 설정한 최적 극단파 백색광 조사조건인 15 J/cm²과 원자외선을 조사하되 원자외선 조사세기를 변화시켜가며 조사하였으며 유전상수를 측정하여 이를 도 7에 나타내었고, 필름 표면상태를 촬영하여 도 8에 나타내었다.

[146] 도 7을 참조로 하면, 원자외선의 세기가 30 및 90 mW/cm²에서 유전상수가 증가되었으며, 60 mW/cm²에서는 낮은 유전상수를 나타내었다. 한편 도 8을

참조로 하면 원자외선의 세기가 90 mW/cm^2 인 경우가 반도체 산화물의 결정화가 우수하게 이루어지는 것으로 나타났다.

- [147] 한편, 근적외선 대신에 열을 가하여 기판의 온도를 높인 도 13(기판의 온도가 80°C 인 경우) 및 도 14(기판의 온도가 150°C 인 경우)과 열처리 및 근적외선 처리를 하지 않은 도 15는 근적외선을 조사하는 경우에 비하여 결정화가 잘 이루어지지 않았으며, 필름의 표면상태가 좋지 않은 결과를 나타내었다.

청구범위

- [청구항 1] 스트론튬 티타늄 옥사이드(SrTiO_3), 바륨 티타늄 옥사이드(BaTiO_3) 및 이들의 혼합물 중에서 선택되는 반도체 산화물; 및 분산안정제;를 포함하는 복합 광 소결용 반도체 산화물 잉크.
- [청구항 2] 제1항에 있어서,
광소결 조건은 제논 플래쉬 램프의 펄스 수가 1 내지 100일 때, 강도가 0.1 내지 50 J/cm^2 이고, 펄스 폭이 0.1 내지 100 ms이며, 펄스 갭이 0.1 내지 20 ms의 조사 조건으로 조사되는 극단파 백색광; 0.1 내지 1000 W/cm^2 의 세기로 0.1 내지 300초간 조사되는 근적외선; 및 0.1 내지 500 mW/cm^2 의 세기로 0.1 내지 300초간 조사되는 원자외선;이 함께 조사되는 것임을 특징으로 하는 복합 광 소결용 반도체 산화물 잉크.
- [청구항 3] 제1항에 있어서,
상기 반도체 산화물은 반도체 산화물 전구체를 포함하는 것을 특징으로 하는 복합 광 소결용 반도체 산화물 잉크.
- [청구항 4] 제3항에 있어서,
상기 반도체 산화물 전구체는 스트론튬 전구체, 바륨 전구체 및 이들의 혼합물 중에서 선택되는 어느 하나; 아세트산; 및 티타늄 전구체;를 포함하는 것을 특징으로 하는 복합 광 소결용 반도체 산화물 잉크.
- [청구항 5] 제4항에 있어서,
상기 티타늄 전구체는 티타늄 테트라클로라이드, 티타늄 테트라에톡사이드, 티타늄 테트라이소프로포사이드, 티타늄(이소프로포사이드) $_2$ (2,2,6,6,-테트라메틸헵탄디오네이트) $_2$, 티타늄(디메틸아미노에톡사이드) $_4$ 및 티타늄(메틸헵탄디올)(2,2,6,6,-테트라메틸헵탄디오네이트) $_2$ 중에서 선택되는 어느 하나 또는 둘 이상의 혼합물인 것을 특징으로 하는 복합 광 소결용 반도체 산화물 잉크.
- [청구항 6] 제1항에 있어서,
상기 분산안정제는 에틸렌 글리콜, 에탄올아민, 에틸디에탄올아민, 헥사놀아민, n-메틸피페리딘, 폴리비닐피롤리돈, 폴리비닐알콜, 폴리비닐부티랄, 폴리메틸메타크릴레이트, 텍스트란, 아조비스 및 도데실벤젠황산나트륨으로 이루어진 군 중에서 선택되는 1종 이상일 수 있으며,
반도체 산화물 1 몰에 대하여 분산안정제 0.1 내지 0.4 몰의 비율로

- [청구항 7] 포함되는 것을 특징으로 하는 복합 광 소결용 반도체 산화물 잉크.
제1항에 있어서,
상기 반도체 산화물은 입자의 크기가 직경이 1 내지 999 nm인 나노입자 및 직경이 1 내지 10 μm 인 마이크로입자 중에서 선택되는 어느 하나 또는 이들의 혼합물인 것을 특징으로 하는 복합 광 소결용 반도체 산화물 잉크.
- [청구항 8] 1) 스트론튬 티타늄 옥사이드(SrTiO_3), 바륨 티타늄 옥사이드(BaTiO_3) 및 이들의 혼합물 중에서 선택되는 반도체 산화물 및 분산안정제를 포함하는 광소결용 반도체 산화물 잉크를 제조하는 단계;
2) 상기 광소결용 반도체 산화물 잉크를 기판상에 코팅하는 단계; 및
3) 상기 광소결용 반도체 산화물 잉크가 코팅된 기판을 상온 조건에서 극단파 백색광을 조사하여 광소결 하는 단계;를 포함하는 반도체 산화물 잉크의 복합 광 소결 방법.
- [청구항 9] 제8항에 있어서,
상기 3) 단계는 근적외선 및 원자외선 중에서 선택되는 어느 하나 또는 둘이 함께 조사되는 것을 특징으로 하는 반도체 산화물 잉크의 복합 광 소결 방법.
- [청구항 10] 제8항에 있어서,
상기 극단파 백색광은 제논 플래쉬 램프로부터 조사되는 것으로, 펄스 폭이 0.1 내지 100 ms이며, 펄스 수가 1 내지 100이고, 강도가 0.1 내지 50 J/cm^2 이며, 펄스 갭이 0.1 내지 20 ms인 것을 특징으로 하는 반도체 산화물 잉크의 복합 광 소결방법.
- [청구항 11] 제9항에 있어서,
상기 근적외선은 0 내지 1000 W/cm^2 의 세기로 0 내지 300초간 조사되며, 상기 원자외선은 0 내지 500 mW/cm^2 의 세기로 0 내지 300초간 조사되는 것을 특징으로 하는 반도체 산화물 잉크의 복합 광 소결방법.
- [청구항 12] 제8항에 있어서,
상기 반도체 산화물은 입자의 크기가 직경이 1 내지 999 nm인 나노입자 및 직경이 1 내지 10 μm 인 마이크로입자 중에서 선택되는 어느 하나 또는 이들의 혼합물로 이루어진 것을 특징으로 하는 반도체 산화물 잉크의 복합 광 소결방법
- [청구항 13] 제8항에 있어서,
상기 반도체 산화물은 반도체 산화물 전구체를 포함하는 것으로, 상기 반도체 산화물 전구체는 스트론튬 아세테이트 및 바륨아세테이트 중에서 선택되는 어느 하나 또는 이들의 혼합물;

아세트산; 및 티타늄 전구체;를 포함하는 것을 특징으로 하는 반도체 산화물 잉크의 복합 광 소결방법.

[청구항 14]

제13항에 있어서,

상기 티타늄 전구체는 티타늄 테트라이소프로포사이드,

티타늄(이소프로포사이드)₂(2,2,6,6,-테트라메틸헥산디오네이트)₂

, 티타늄(디메틸아미노에톡사이드)₄ 및

티타늄(메틸펜탄디올)(2,2,6,6,-테트라메틸헥산디오네이트)₂

중에서 선택되는 어느 하나 또는 둘 이상의 혼합물 중에서

선택되는 것을 특징으로 하는 반도체 산화물 잉크의 복합 광 소결방법.

[청구항 15]

제8항에 있어서,

상기 기판은 전도성 물질이 코팅된 것으로 폴리에틸렌

나프탈레이트(PEN), 폴리에틸렌(PT), 폴리이미드(PI),

폴리에스터(PET), BT 에폭시/유리 섬유 및 포토페이퍼로 이루어진

군에서 선택되는 것을 특징으로 하는 반도체 산화물 잉크의 복합

광 소결방법.

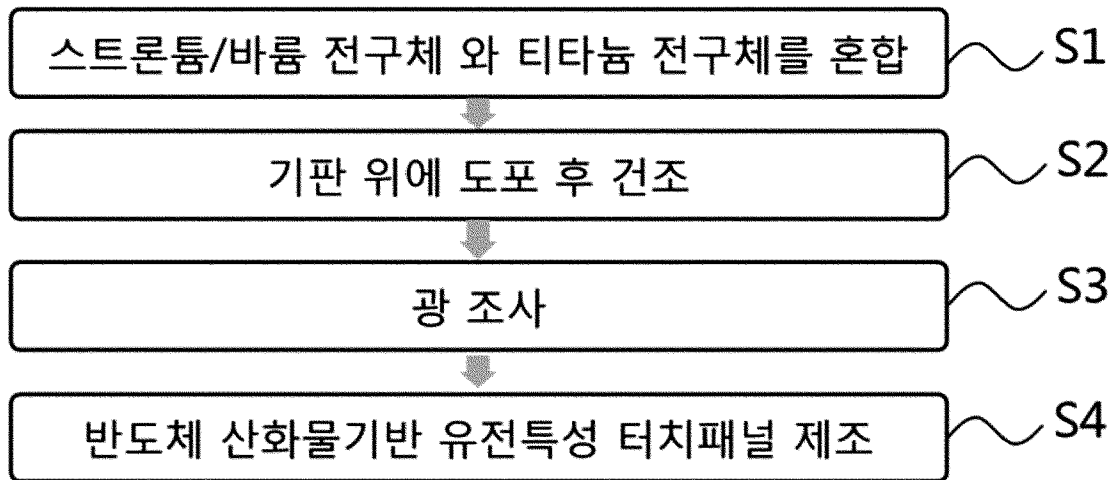
[청구항 16]

제8항에 있어서,

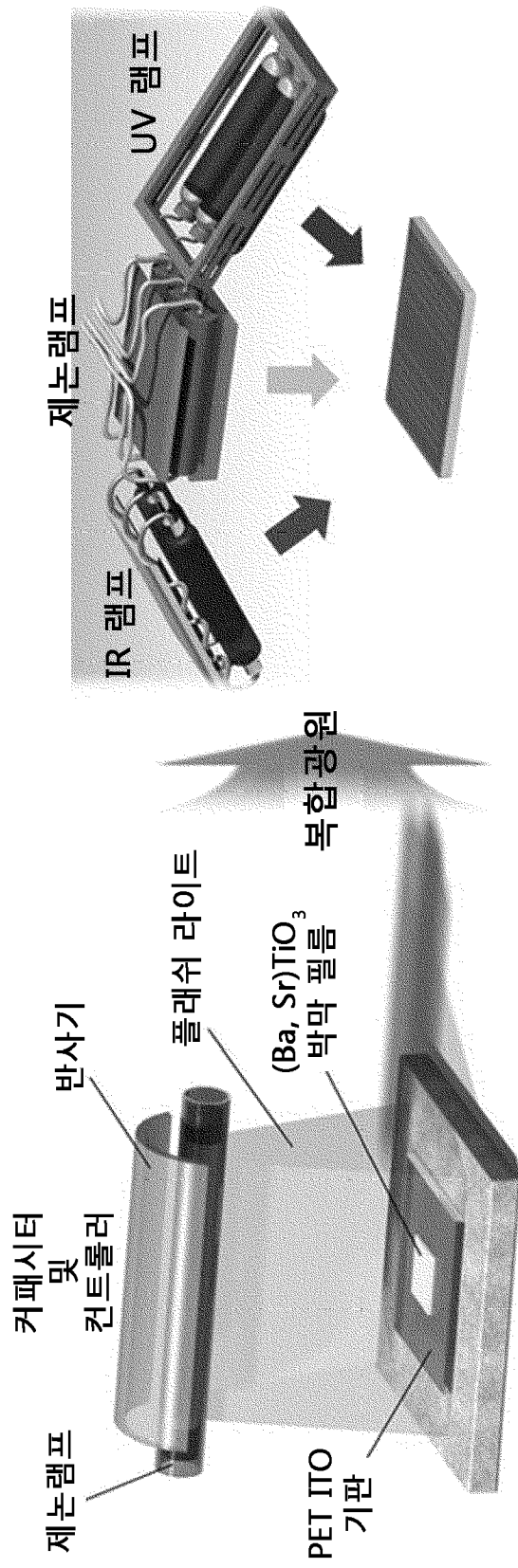
상기 광소결 단계는 일 단계(single-step) 또는 다

단계(multi-step)으로 수행되는 것을 특징으로 하는 반도체 산화물 잉크의 복합 광 소결방법.

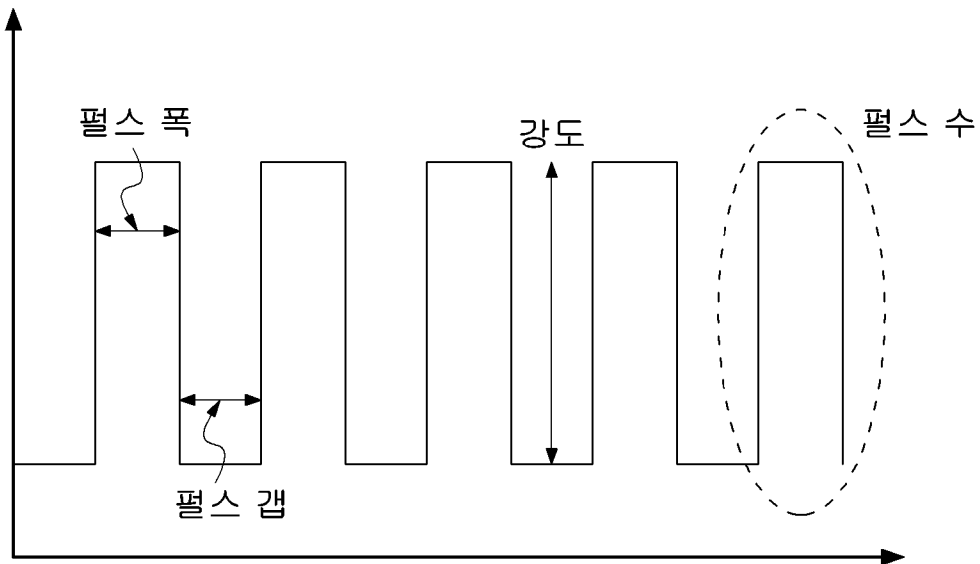
[도1]



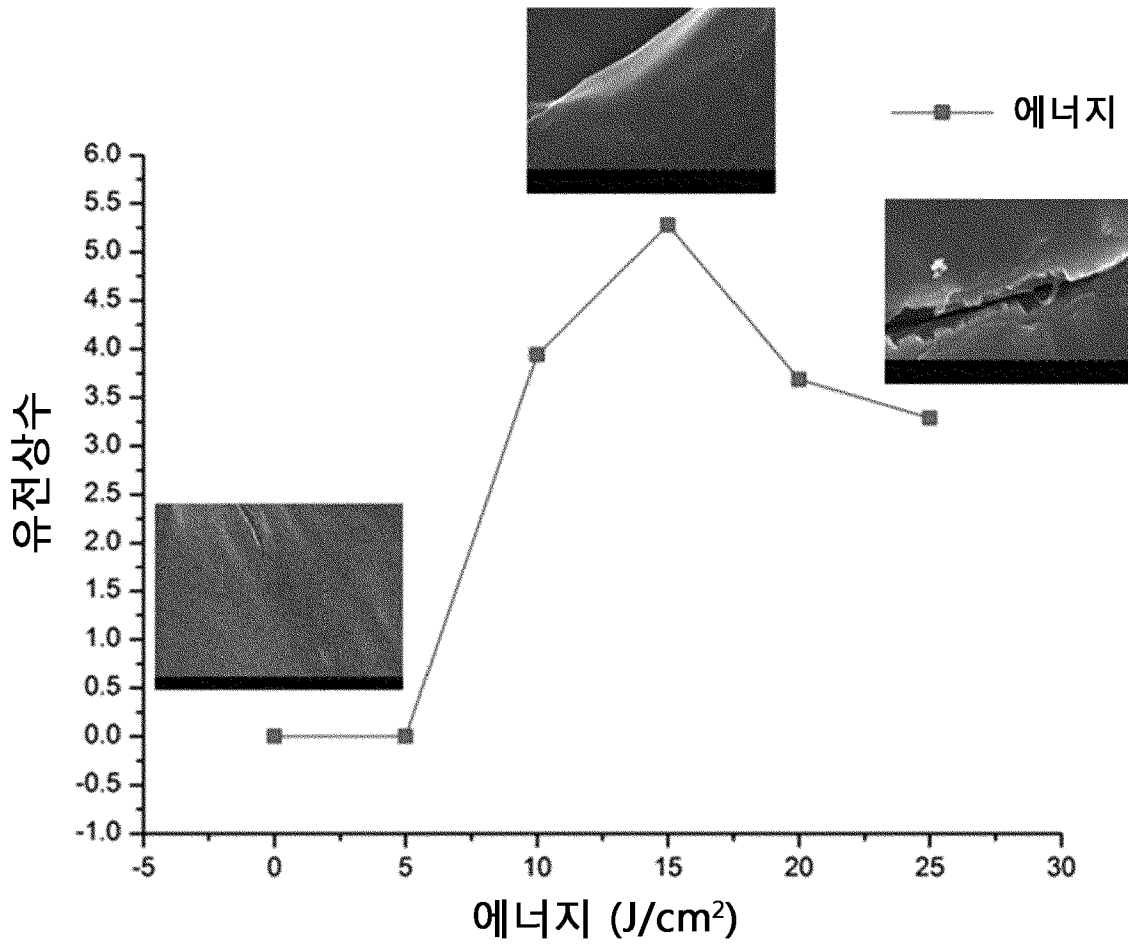
[도2]



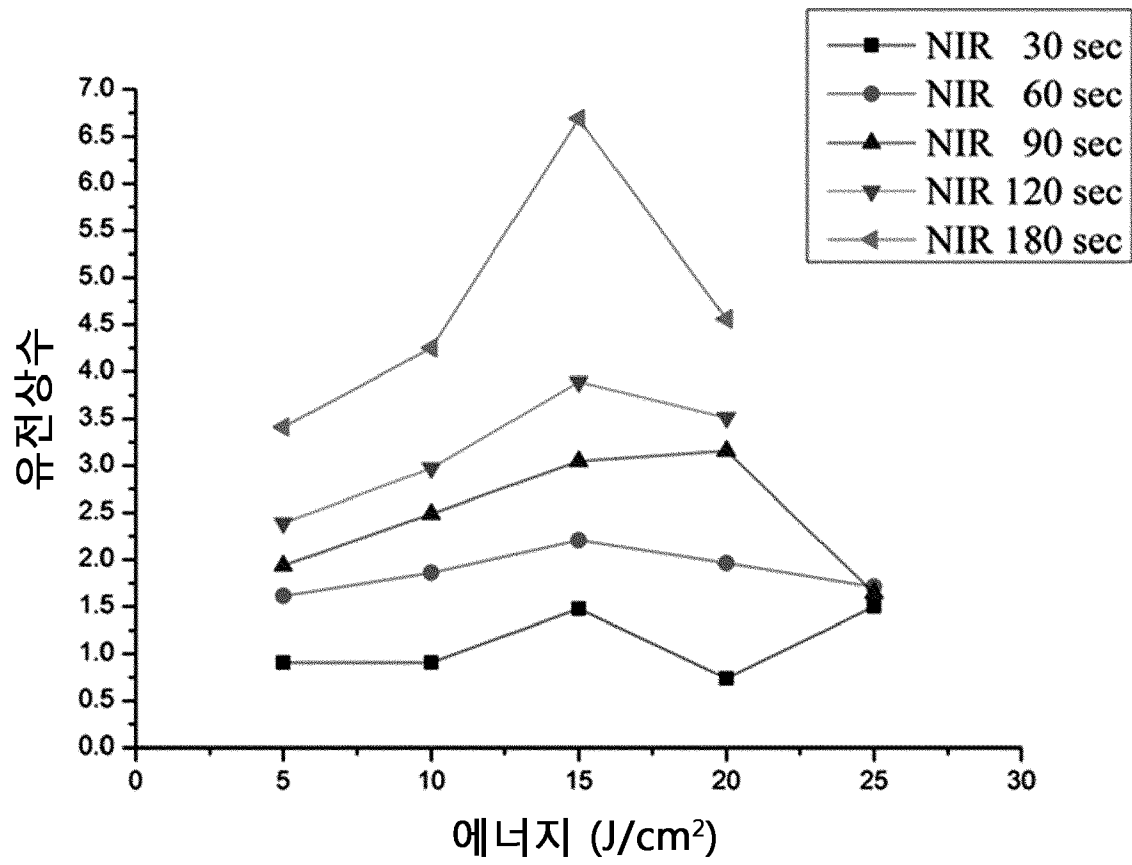
[도3]



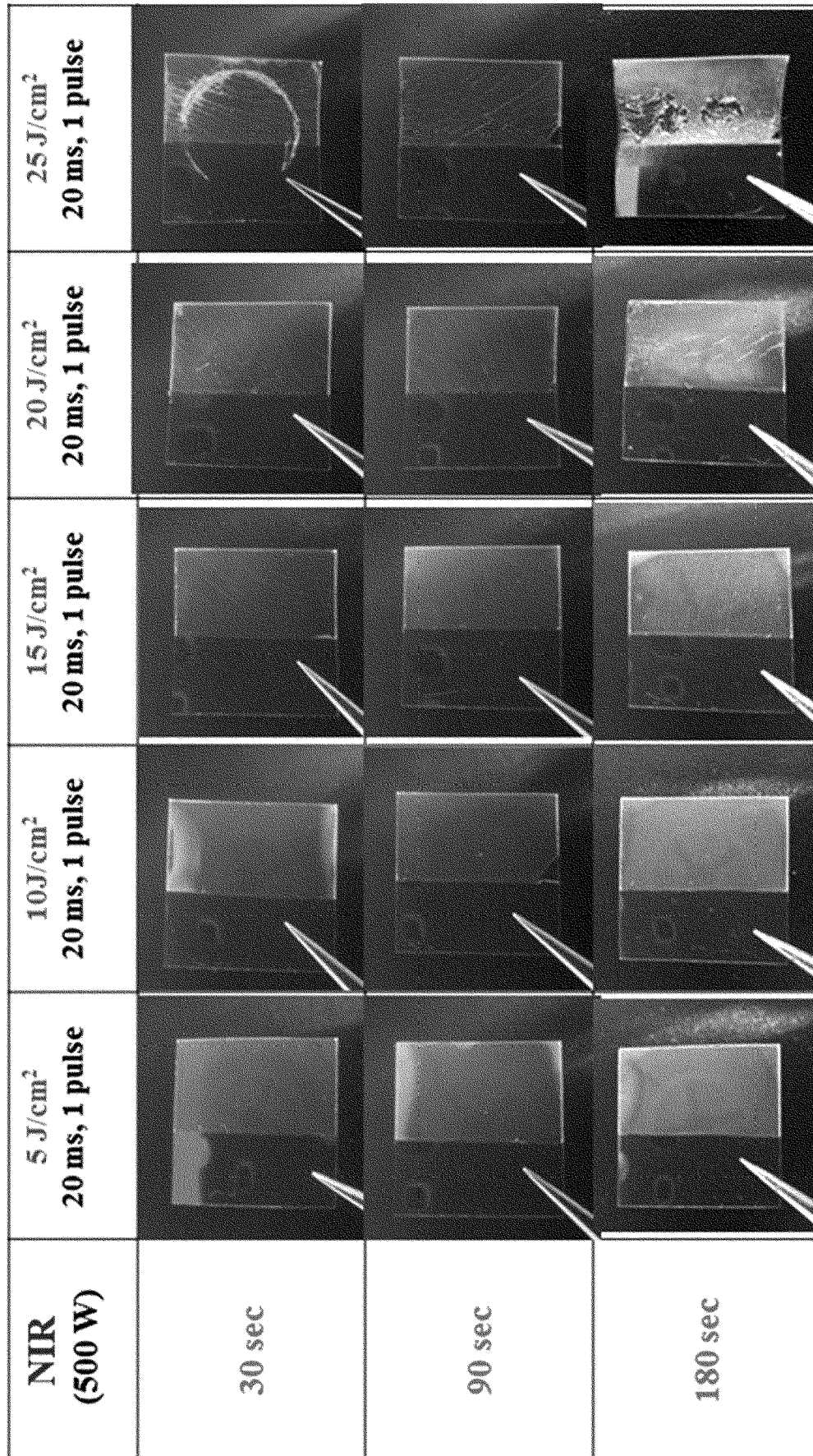
[도4]



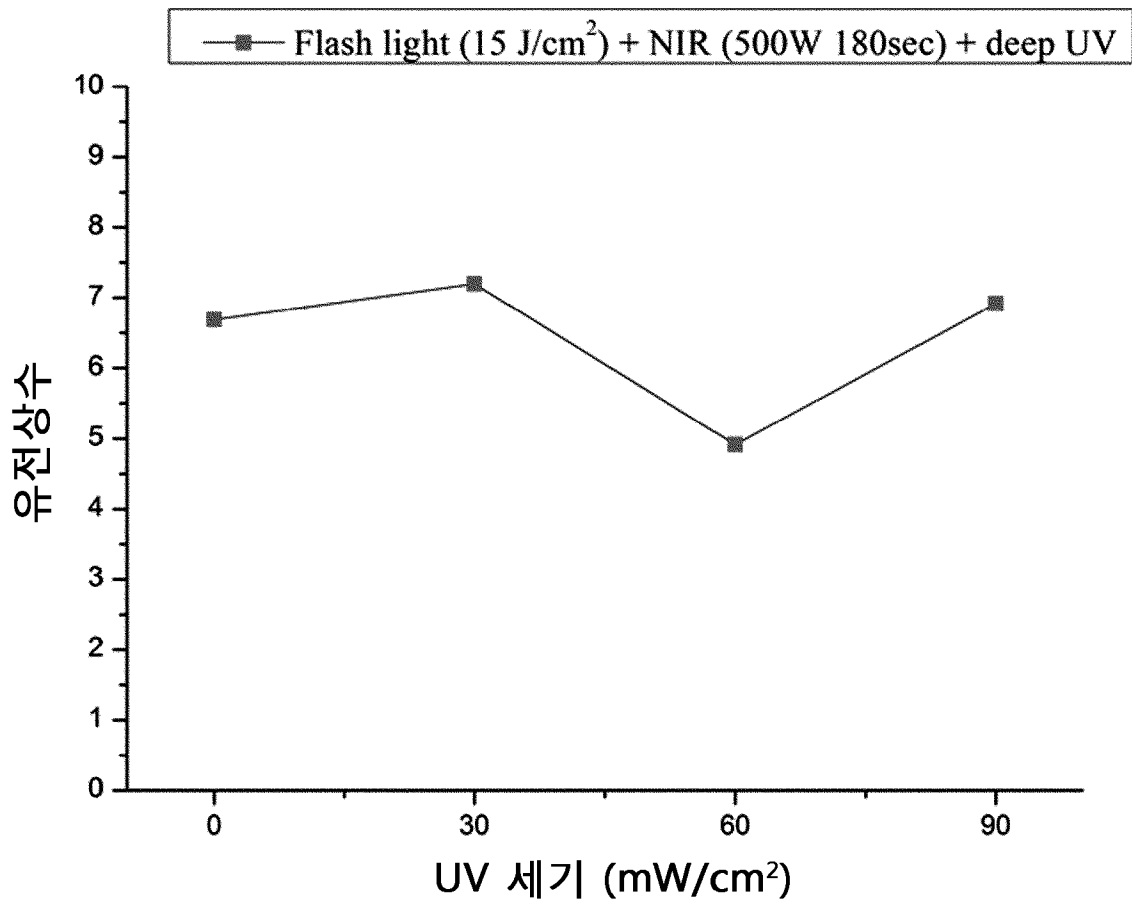
[도5]



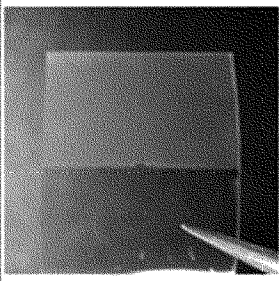
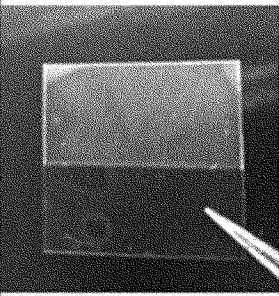
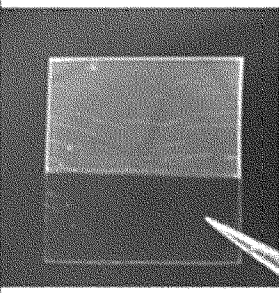
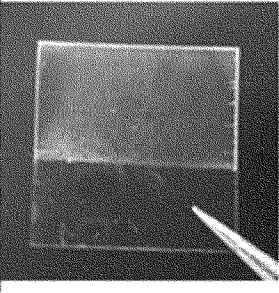
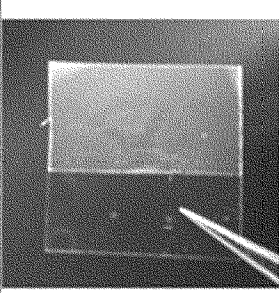
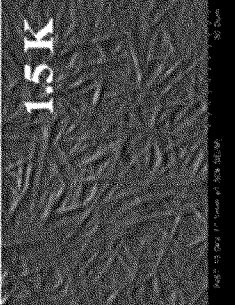
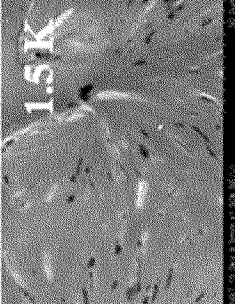
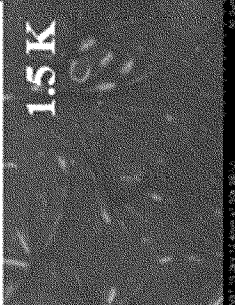
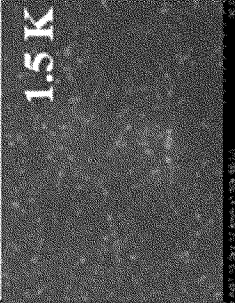
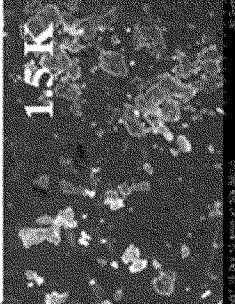
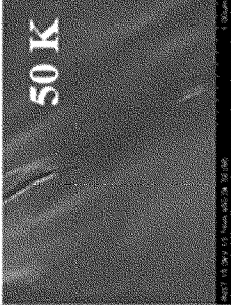
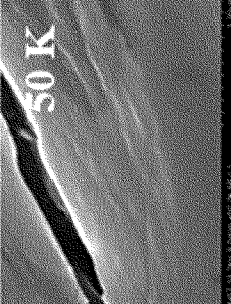
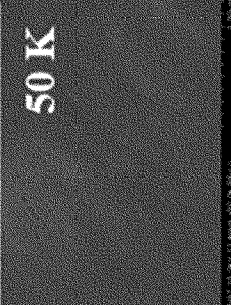
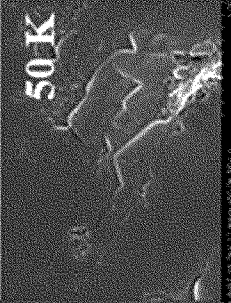
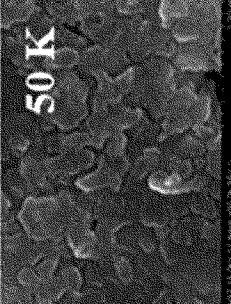
[도6]



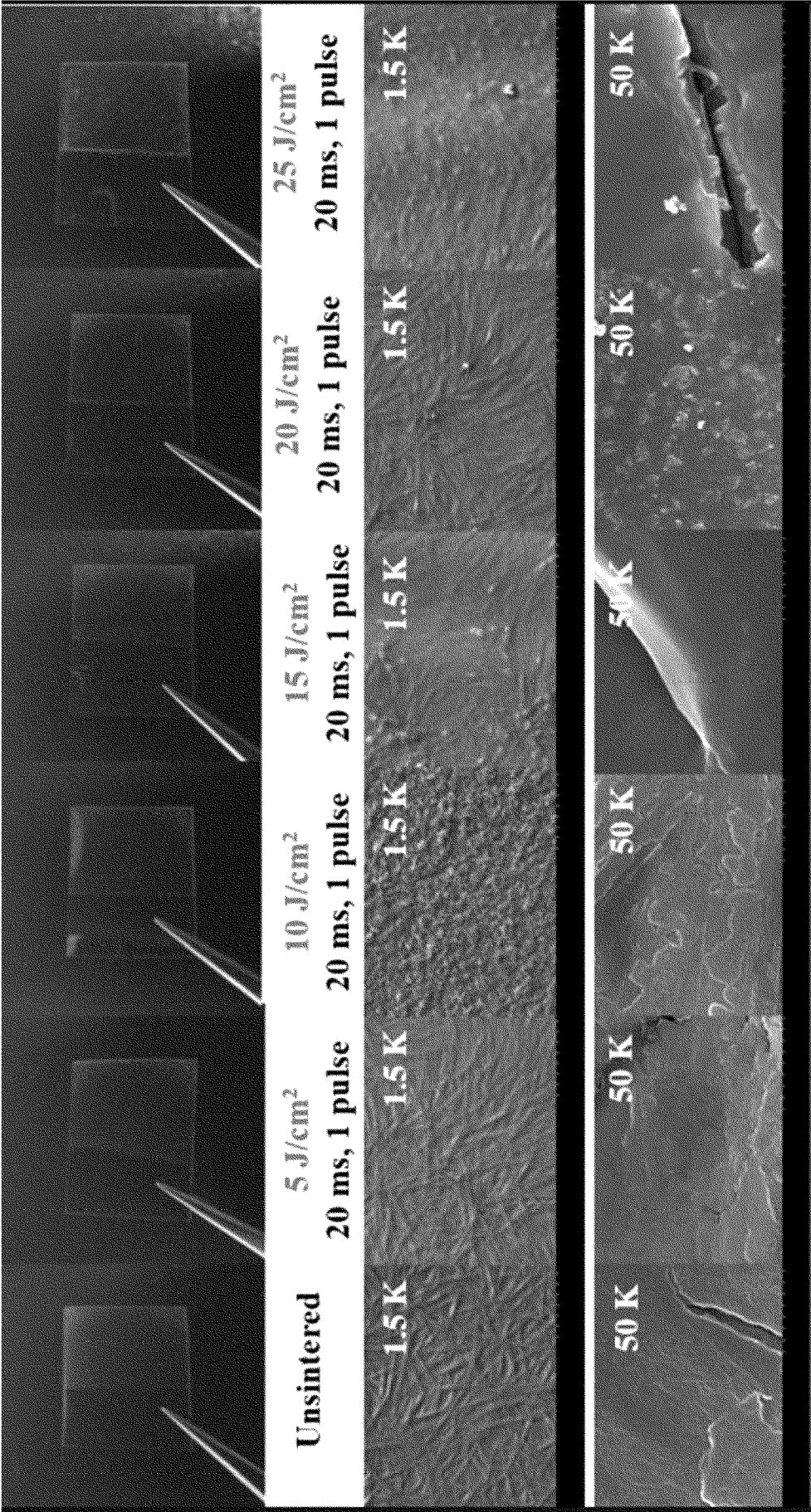
[도7]



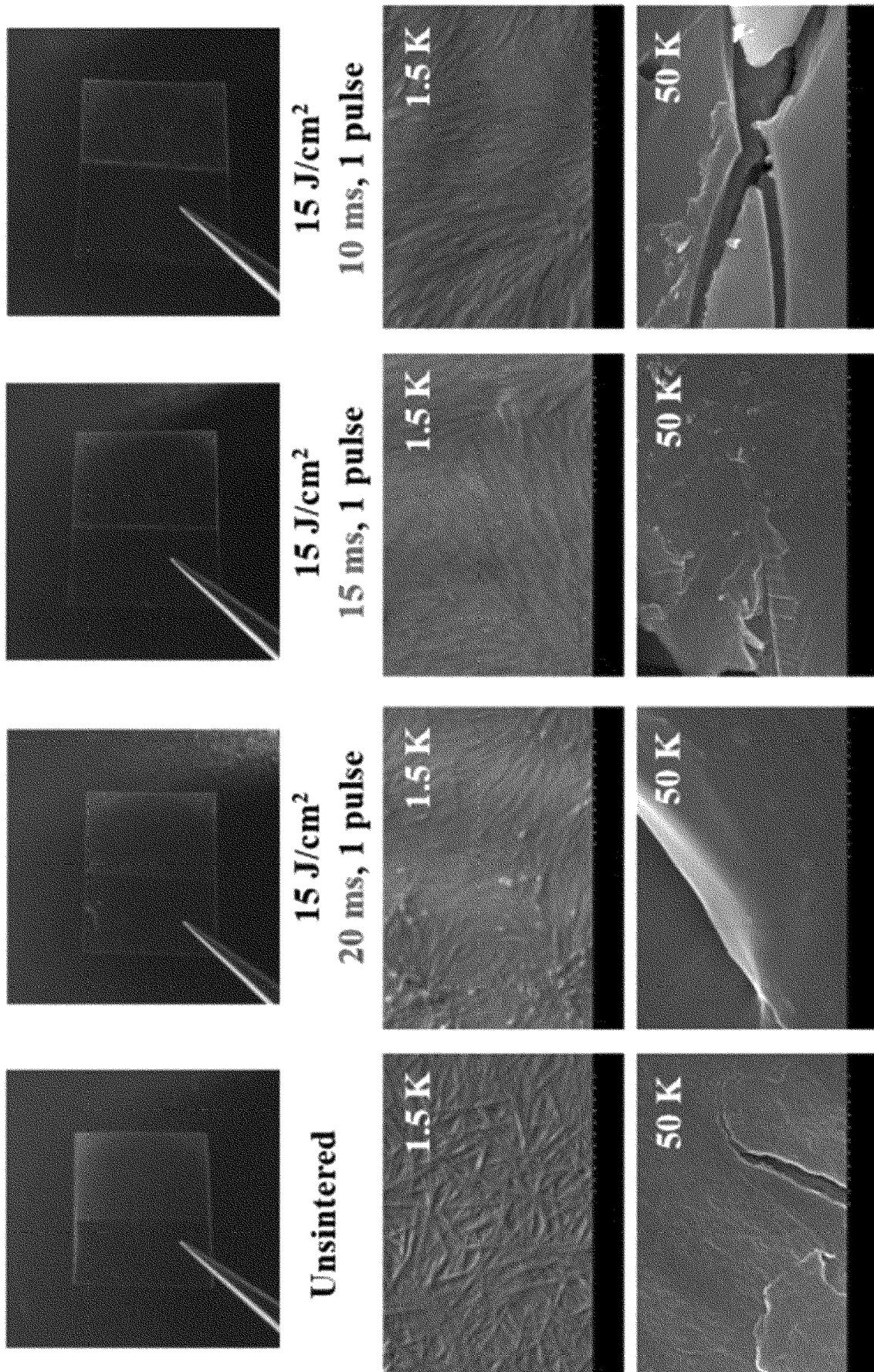
[도8]

	0 J/cm² NIR 0 sec deep UV 0 mW/cm²	15 J/cm² NIR 180 sec deep UV 0 mW/cm²	15 J/cm² NIR 180 sec deep UV 30 mW/cm²	15 J/cm² NIR 180 sec deep UV 60 mW/cm²	15 J/cm² NIR 180 sec deep UV 90 mW/cm²
Optical image					
SEM (1.5K)	 1.5 K	 1.5 K	 1.5 K	 1.5 K	 1.5 K
SEM (50K)	 50 K	 50 K	 50 K	 50 K	 50 K

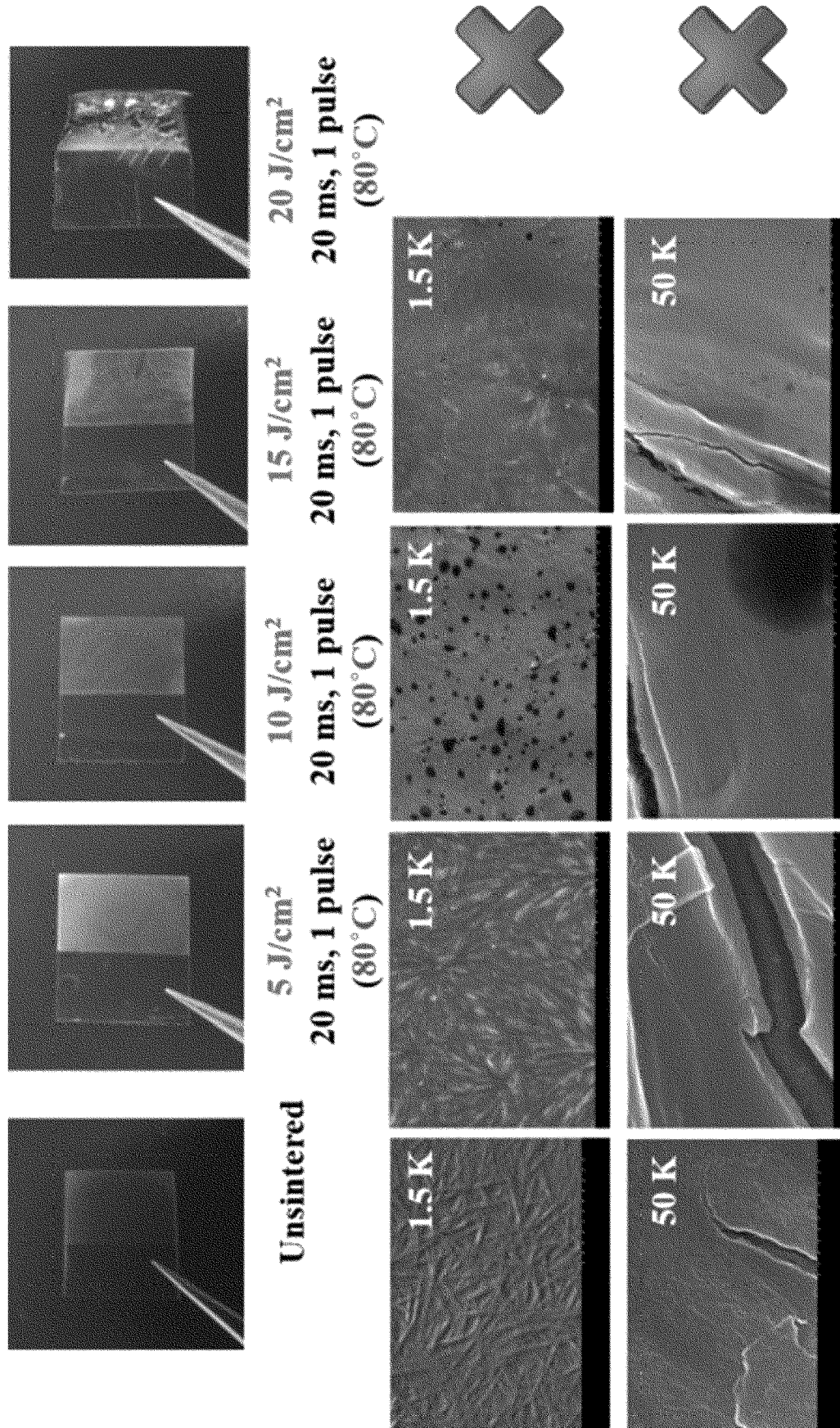
[도9]



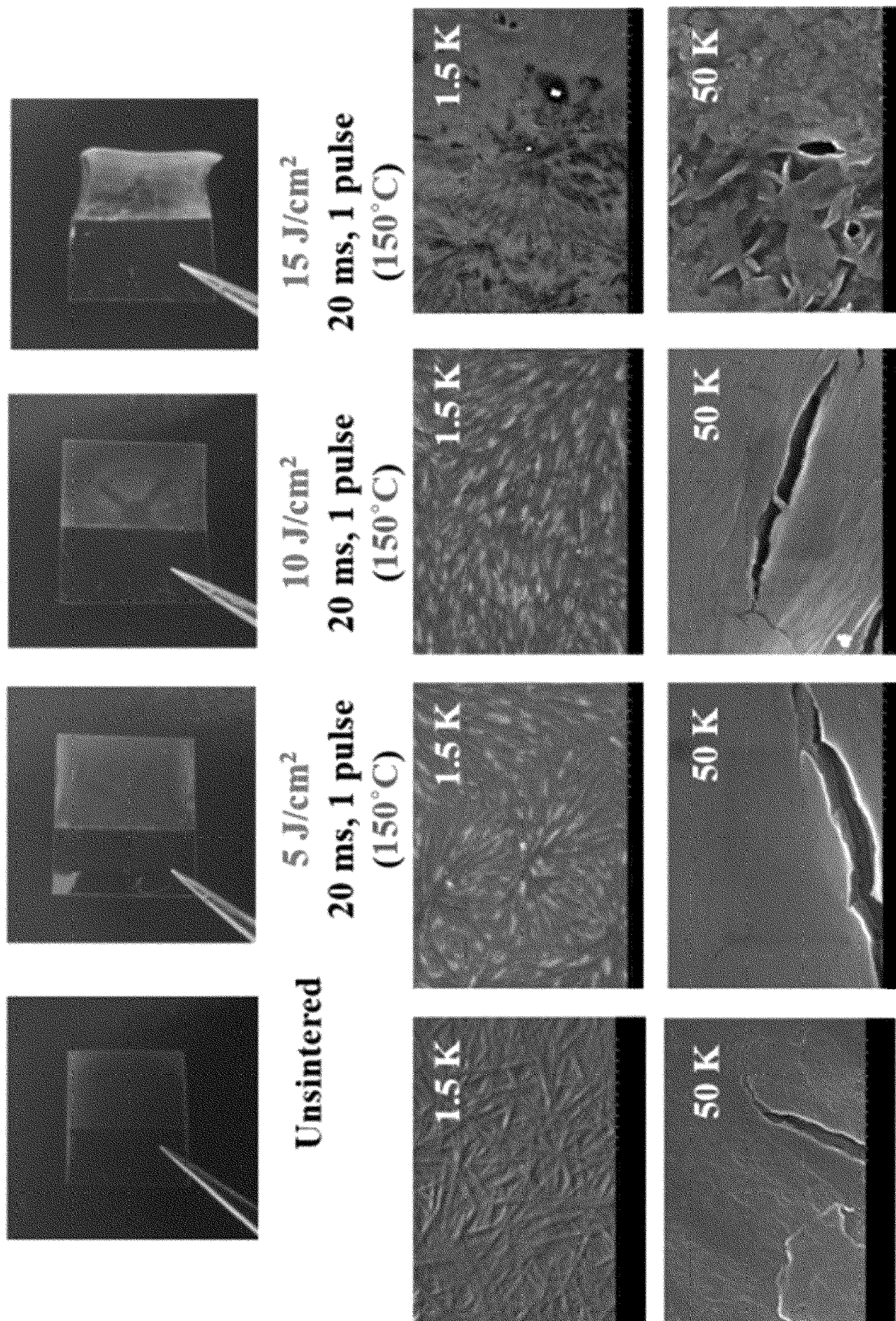
[도10]



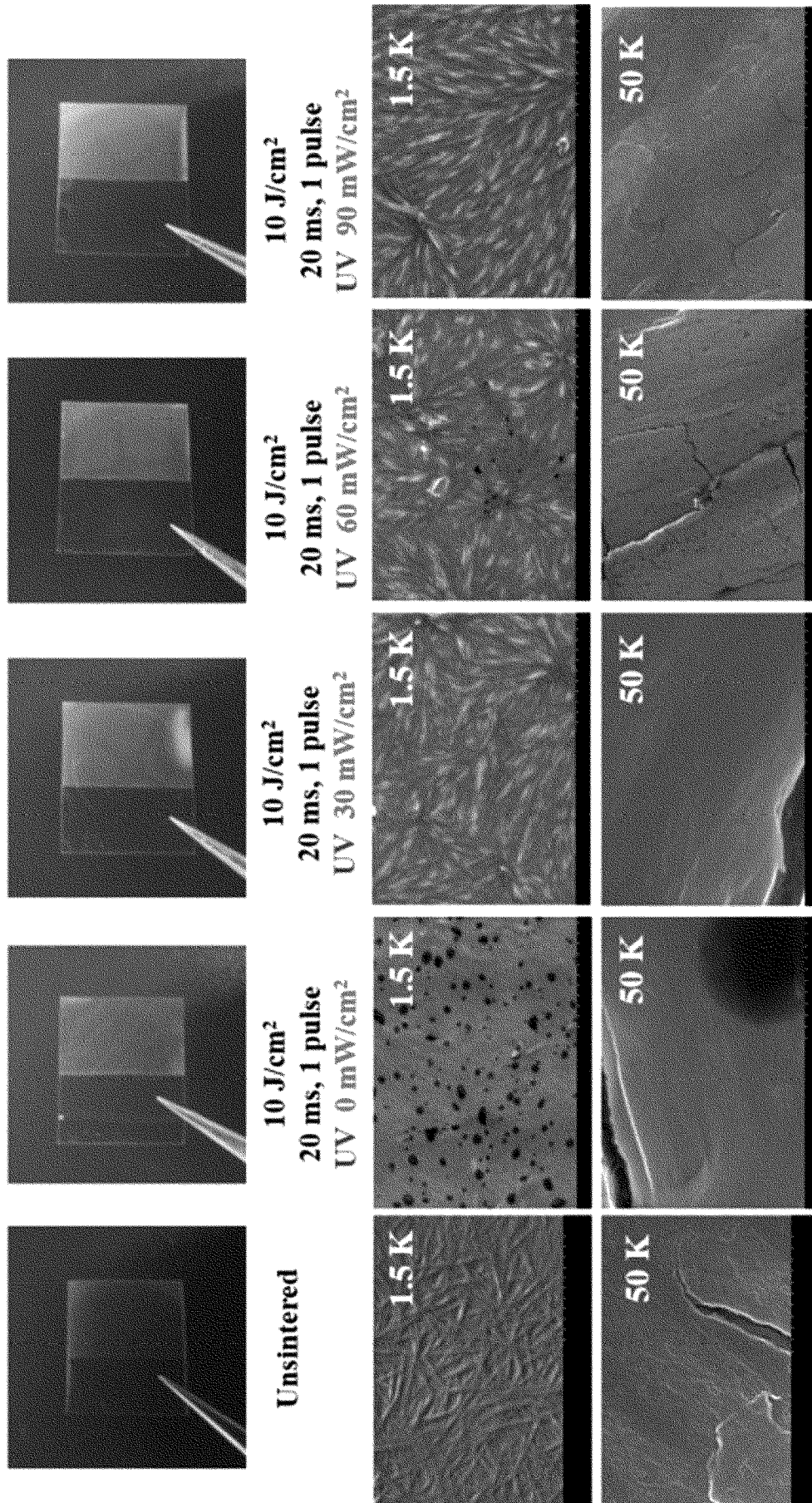
[도11]



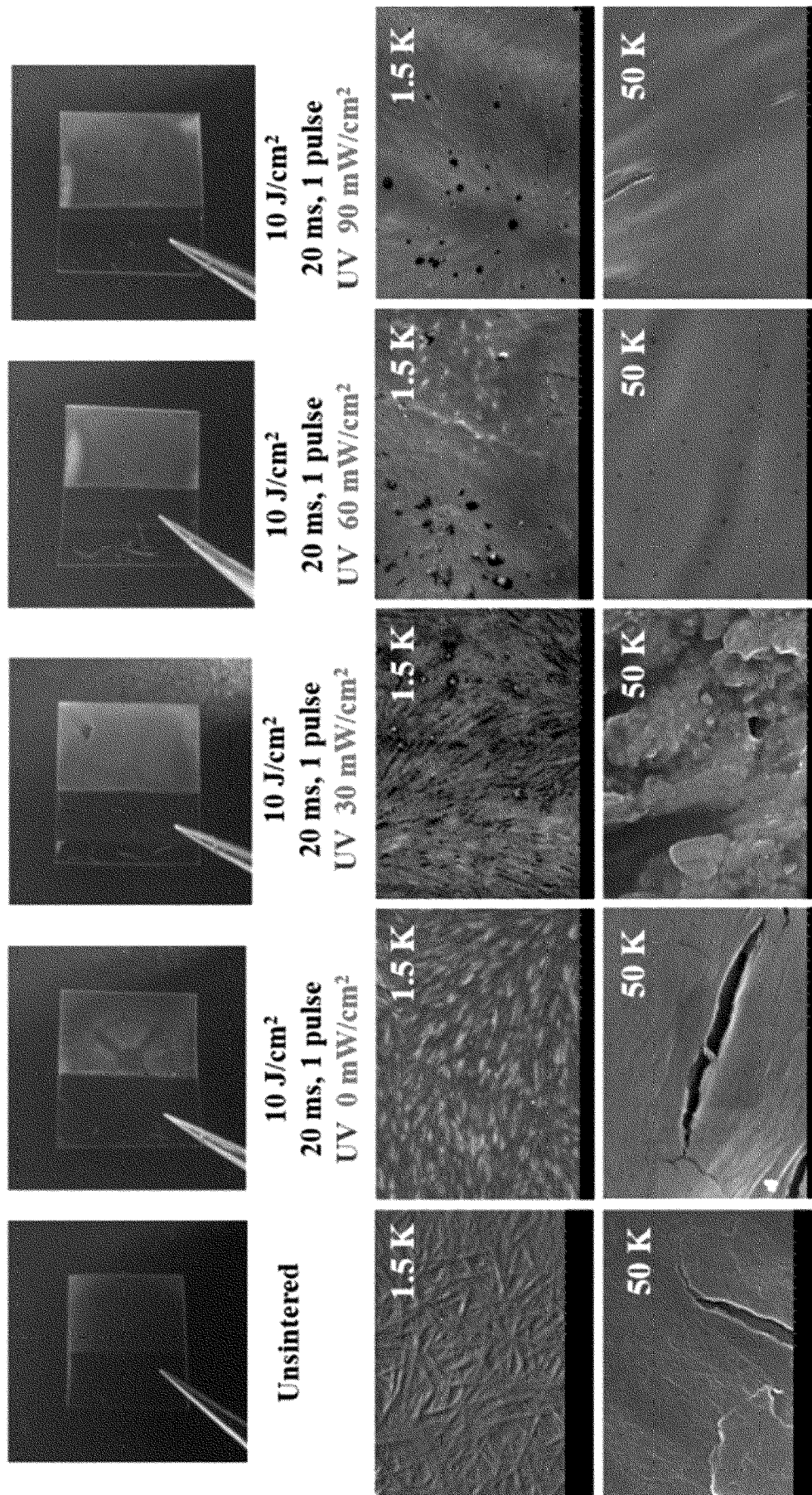
[도12]



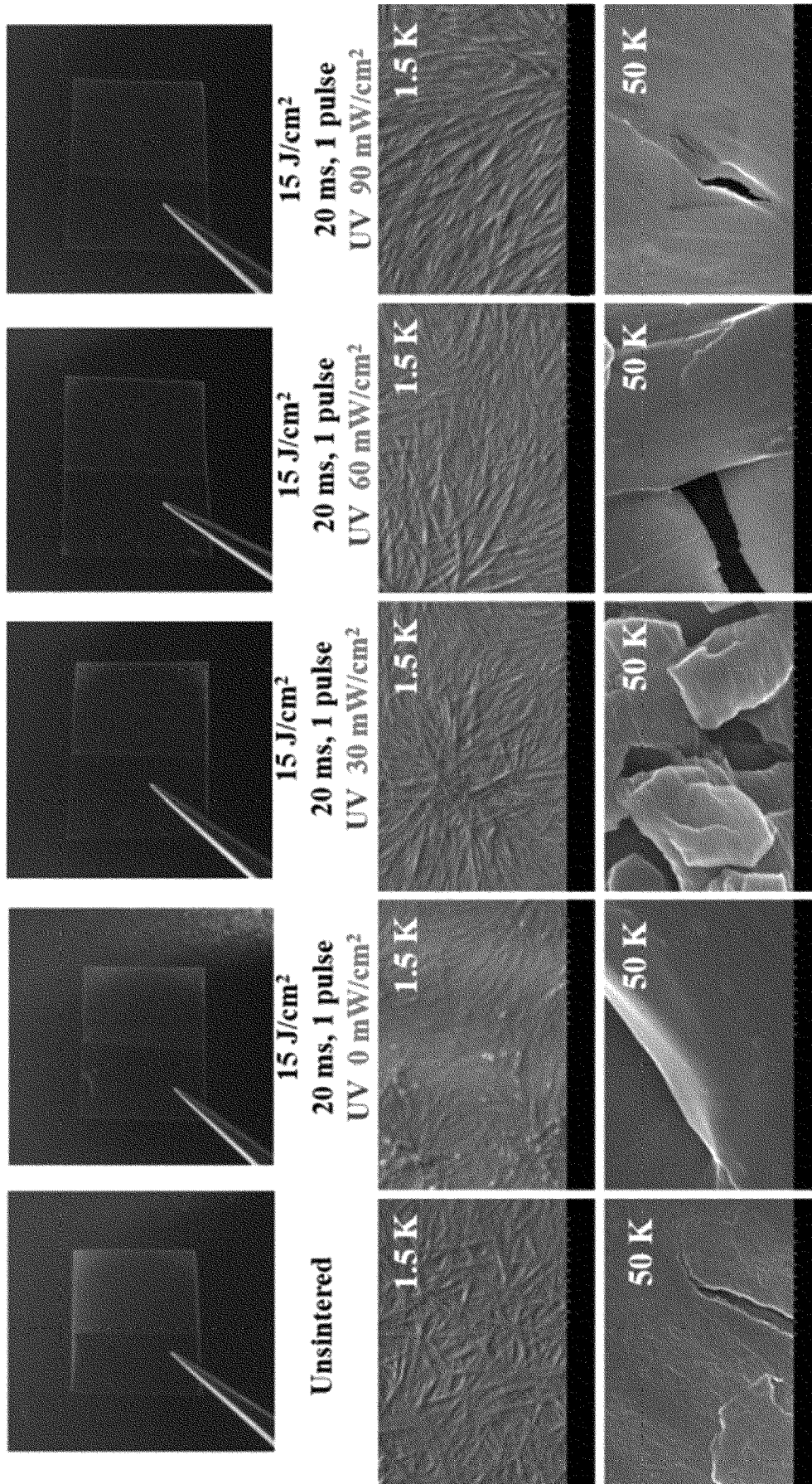
[도13]



[도14]



[도15]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/KR2015/001550**A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER*****C09D 11/52(2014.01)i, H01B 1/14(2006.01)i, H01B 5/14(2006.01)i***

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C09D 11/52; C04B 35/47; H01B 3/10; H01L 21/20; H01L 29/786; C04B 35/64; H01L 31/04; C04B 35/468; H01B 3/12; H01L 31/0224; H01L 31/04; H01B 1/14; H01B 5/14

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Korean Utility models and applications for Utility models: IPC as above
Japanese Utility models and applications for Utility models: IPC as above

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

eKOMPASS (KIPO internal) & Keywords: strontium, barium, titanium, titanate, stabilizer, stabilizer, metal oxide, dispersing element, sintering, intense pulsed, white light, near infrared ray, far ultraviolet ray

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	KR 10-2012-0023571 A (MITSUBISHI MATERIALS CORP.) 13 March 2012 See claim 1; paragraphs [0024], [0034], [0052]-[0054].	1-16
Y	KR 10-2012-0140485 A (KOREA INSTITUTE OF SCIENCE AND TECHNOLOGY) 31 December 2012 See claims 1, 5, 12, 13; paragraphs [0035], [0043], [0059], [0064].	1-16
A	KR 10-2012-0129247 A (IUCF-HYU (INDUSTRY-UNIVERSITY COOPERATION FOUNDATION HANYANG UNIVERSITY)) 28 November 2012 See abstract; claim 1; paragraphs [0018], [0035].	1-16
A	KR 10-2006-0063361 A (SAMSUNG ELECTRO-MECHANICS CO., LTD.) 12 June 2006 See abstract; claim 1; page 7, example 1.	1-16
A	KR 10-2012-0020938 A (INJE UNIVERSITY INDUSTRY-ACADEMIC COOPERATION FOUNDATION) 08 March 2012 See claims 1, 2, 4; paragraph [0022].	1-16



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"I" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

22 MAY 2015 (22.05.2015)

Date of mailing of the international search report

26 MAY 2015 (26.05.2015)

Name and mailing address of the ISA/KR

Korean Intellectual Property Office
Government Complex-Daejeon, 189 Seonsa-ro, Daejeon 302-701,
Republic of Korea

Facsimile No. 82-42-472-7140

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/KR2015/001550

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member	Publication date
KR 10-2012-0023571 A	13/03/2012	CN 102436866 A	02/05/2012
		EP 2426684 A1	07/03/2012
		EP 2431986 A1	21/03/2012
		JP 2012-054538 A	15/03/2012
		US 2012-0055372 A1	08/03/2012
KR 10-2012-0140485 A	31/12/2012	KR 10-1275856 B1	18/06/2013
		US 2012-0329209 A1	27/12/2012
		US 8664037 B2	04/03/2014
KR 10-2012-0129247 A	28/11/2012	KR 10-1359663 B1	07/02/2014
KR 10-2006-0063361 A	12/06/2006	CN 100490021 C	20/05/2009
		CN 1787119 A	14/06/2006
		CN 1787119 C	14/06/2006
		JP 04255448 B2	15/04/2009
		JP 2006-160594 A	22/06/2006
		KR 10-0631894 B1	09/10/2006
KR 10-2012-0020938 A	08/03/2012	US 2006-0121258 A1	08/06/2006
		KR 10-1172361 B1	08/08/2012

A. 발명이 속하는 기술분류(국제특허분류(IPC))

C09D 11/52(2014.01)i, H01B 1/14(2006.01)i, H01B 5/14(2006.01)i

B. 조사된 분야

조사된 최소문헌(국제특허분류를 기재)

C09D 11/52; C04B 35/47; H01B 3/10; H01L 21/20; H01L 29/786; C04B 35/64; H01L 31/04; C04B 35/468; H01B 3/12; H01L 31/0224; H01L 31/04; H01B 1/14; H01B 5/14

조사된 기술분야에 속하는 최소문헌 이외의 문헌

한국등록실용신안공보 및 한국공개실용신안공보: 조사된 최소문헌란에 기재된 IPC

일본등록실용신안공보 및 일본공개실용신안공보: 조사된 최소문헌란에 기재된 IPC

국제조사에 이용된 전산 데이터베이스(데이터베이스의 명칭 및 검색어(해당하는 경우))

eKOMPASS(특허청 내부 검색시스템) & 키워드: 스트론튬, 바륨, 티타늄, 티타네이트, 안정제, 안정화제, 금속산화물, 분산제, 소결, 극단파, 백색광, 근적외선, 원자외선

C. 관련 문헌

카테고리*	인용문헌명 및 관련 구절(해당하는 경우)의 기재	관련 청구항
Y	KR 10-2012-0023571 A (미쓰비시 마테리알 가부시키가이샤) 2012.03.13 청구항 1; 단락 [24],[34],[52]-[54] 참조.	1-16
Y	KR 10-2012-0140485 A (한국과학기술연구원) 2012.12.31 청구항 1,5,12,13; 단락 [35],[43],[59],[64] 참조.	1-16
A	KR 10-2012-0129247 A (한양대학교 산학협력단) 2012.11.28 요약; 청구항 1; 단락 [18],[35] 참조.	1-16
A	KR 10-2006-0063361 A (삼성전기주식회사) 2006.06.12 요약; 청구항 1; 페이지 7, 실시예 1 참조.	1-16
A	KR 10-2012-0020938 A (인제대학교 산학협력단) 2012.03.08 청구항 1,2,4; 단락 [22] 참조.	1-16

☐ 추가 문헌이 C(계속)에 기재되어 있습니다.☒ 대응특허에 관한 별지를 참조하십시오.

* 인용된 문헌의 특별 카테고리:

“A” 특별히 관련이 없는 것으로 보이는 일반적인 기술수준을 정의한 문헌

“T” 국제출원일 또는 우선일 후에 공개된 문헌으로, 출원과 상충하지 않으며 발명의 기초가 되는 원리나 이론을 이해하기 위해 인용된 문헌

“E” 국제출원일보다 빠른 출원일 또는 우선일을 가지나 국제출원일 이후에 공개된 선출원 또는 특허 문헌

“X” 특별한 관련이 있는 문헌. 해당 문헌 하나만으로 청구된 발명의 신규성 또는 진보성이 없는 것으로 본다.

“L” 우선권 주장에 의문을 제기하는 문헌 또는 다른 인용문헌의 공개일 또는 다른 특별한 이유(이유를 명시)를 밝히기 위하여 인용된 문헌

“Y” 특별한 관련이 있는 문헌. 해당 문헌이 하나 이상의 다른 문헌과 조합하는 경우로 그 조합이 당업자에게 자명한 경우 청구된 발명은 진보성이 없는 것으로 본다.

“O” 구두 개시, 사용, 전시 또는 기타 수단을 언급하고 있는 문헌

“&” 동일한 대응특허문헌에 속하는 문헌

“P” 우선일 이후에 공개되었으나 국제출원일 이전에 공개된 문헌

국제조사의 실제 완료일

2015년 05월 22일 (22.05.2015)

국제조사보고서 발송일

2015년 05월 26일 (26.05.2015)

ISA/KR의 명칭 및 우편주소



대한민국 특허청

(302-701) 대전광역시 서구 청사로 189,

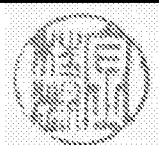
4동 (둔산동, 정부대전청사)

팩스 번호 +82-42-472-7140

심사관

김계숙

전화번호 +82-42-481-3370



국제조사보고서에서 인용된 특허문헌	공개일	대응특허문헌	공개일
KR 10-2012-0023571 A	2012/03/13	CN 102436866 A EP 2426684 A1 EP 2431986 A1 JP 2012-054538 A US 2012-0055372 A1	2012/05/02 2012/03/07 2012/03/21 2012/03/15 2012/03/08
KR 10-2012-0140485 A	2012/12/31	KR 10-1275856 B1 US 2012-0329209 A1 US 8664037 B2	2013/06/18 2012/12/27 2014/03/04
KR 10-2012-0129247 A	2012/11/28	KR 10-1359663 B1	2014/02/07
KR 10-2006-0063361 A	2006/06/12	CN 100490021 C CN 1787119 A CN 1787119 C JP 04255448 B2 JP 2006-160594 A KR 10-0631894 B1 US 2006-0121258 A1	2009/05/20 2006/06/14 2006/06/14 2009/04/15 2006/06/22 2006/10/09 2006/06/08
KR 10-2012-0020938 A	2012/03/08	KR 10-1172361 B1	2012/08/08