



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2023-0053122
(43) 공개일자 2023년04월21일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
G02F 1/1516 (2019.01) C08K 5/01 (2006.01)
C08L 101/00 (2006.01)
(52) CPC특허분류
G02F 1/15165 (2019.01)
C08K 5/01 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2021-0136308
(22) 출원일자 2021년10월14일
심사청구일자 2021년10월14일

(71) 출원인
한국기술교육대학교 산학협력단
충청남도 천안시 동남구 병천면 충절로 1600 (한
국기술교육대학교내)
(72) 발명자
배진우
경기도 양평군 지평면 대평로 343-2
오승주
충청남도 천안시 서북구 월봉4로 140-14
(74) 대리인
조해연

전체 청구항 수 : 총 10 항

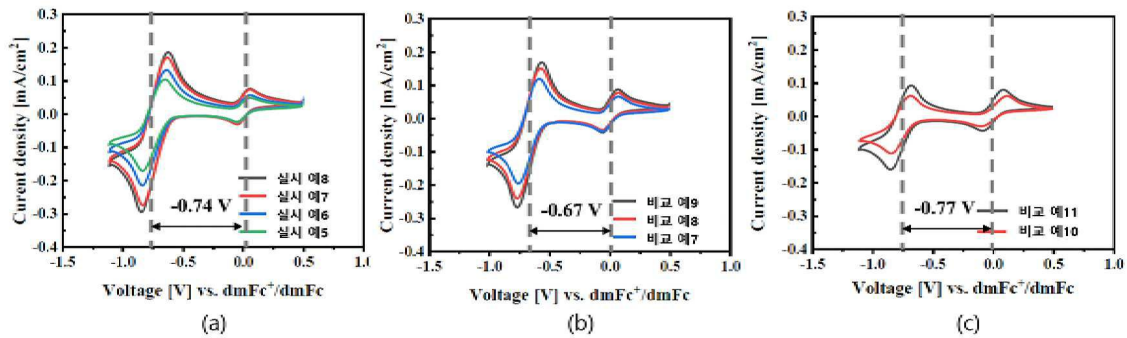
(54) 발명의 명칭 광투과성 및 신축성이 개선된 전기변색소자용 조성물 및 전기변색부재의 제조방법

(57) 요약

본 발명은 광투과성 및 신축성이 개선된 전기변색소자용 조성물 및 전기변색부재의 제조방법에 관한 것이다.

본 발명의 실시 예를 따르는 전기변색소자용 조성물은, 광투과성 고분자 수지; 가소제; 및 전기변색물질;을 포함한다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

C08L 101/00 (2013.01)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	201189811
과제번호	2021R1A2C201189811
부처명	과학기술정보통신부
과제관리(전문)기관명	한국연구재단
연구사업명	이공분야기초연구사업(중견연구자지원사업(유형1-2)중견연구)
연구과제명	비수계기반 고성능 다기능의 이온전도성 고분자겔을 이용한 차세대 고투명신축성 센서와 전기화학 디스플레이 소자로의 응용
기 여 율	1/1
과제수행기관명	한국기술교육대학교산학협력단
연구기간	2021.03.01 ~ 2024.02.29

명세서

청구범위

청구항 1

광투과성 고분자 수지;
가소제; 및
전기변색물질;을 포함하는,
전기변색소자용 조성물.

청구항 2

제1항에 있어서,
상기 전기변색물질은 Diheptyl viologen dihexafluorophosphate이고, 상기 전기변색물질의 함량은 상기 고분자 수지 100 중량부에 대하여 5 내지 20 중량부인,
전기변색소자용 조성물.

청구항 3

제1항에 있어서,
상기 전기변색물질은 아래의 화학식1으로 표현되는 것인,
[화학식1]



전기변색소자용 조성물.

청구항 4

제1항에 있어서,
상기 고분자 수지 100 중량부에 대하여 100 내지 200 중량부의 함량을 갖는 이온성 액체를 더 포함하는,
전기변색소자용 조성물.

청구항 5

제1항에 있어서,
상기 고분자 수지 100 중량부에 대하여 1 내지 7 중량부의 함량을 갖는 애노드 레독스 화합물을 더 포함하는,
전기변색소자용 조성물.

청구항 6

제1전극;

제2전극; 및

상기 제1전극 및 제2전극에 의한 전압에 의해 변색이 되는 전기변색소자층;을 포함하고,

상기 전기변색소자층은 제1항의 전기변색소자용 조성물을 포함하는,

전기변색소자.

청구항 7

고분자 수지, 가소제, 이온성 액체 및 전기변색물질용 용매에 용해하여 혼합용액을 제조하는 단계; 및

상기 혼합용액의 용매를 제거하는 단계;를 포함하는,

전기변색부재의 제조방법.

청구항 8

제7항에 있어서,

상기 전기변색물질은 Diheptyl viologen dihexafluorophosphate이고, 상기 변색물질은 아래의 제조 방법으로 제조된 것인 전기변색부재의 제조방법.

1,1'-Diheptyl-4,4'-bipyridinium Dibromide를 용매에 용해한 용액을 제조하는 단계; 및

상기 용액에 NH_4PF_6 을 첨가하는 단계.

청구항 9

제7항에 있어서,

상기 혼합용액을 제조하는 단계에서,

상기 가소제의 함량은 상기 고분자 수지 100 중량부에 대하여 700 내지 1200 중량부이고,

상기 이온성 액체의 함량은 100 내지 200 중량부이고,

상기 전기변색물질의 함량은 상기 고분자 수지 100 중량부에 대하여 5 내지 20 중량부인,

전기변색부재의 제조방법.

청구항 10

제7항에 있어서,

상기 혼합용액을 제조하는 단계에서,

상기 고분자 수지 100 중량부에 대하여 1 내지 7 중량부의 함량을 갖는 애노드 레독스 화합물을 더 첨가하는,

전기변색부재의 제조방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 광투과성 및 신축성이 개선된 전기변색소자용 조성물 및 전기변색부재의 제조방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0003] 전기변색소자는 전기변색물질(electrochromic material)을 포함하고 있으며, 외부에서 인가되는 전압에 의해 색상이 변하는 소자이다. 상기 전기변색물질에는 고분자화합물, 금속산화물 등 다양한 물질이 적용되고 있으며, 상기 전극에 인가되는 전압에 의해 색상이 가역적으로 변하게 된다.

[0004] 최근에는 이러한 변색소자를 외부의 시선 및 태양광을 차단하는 스마트 윈도우 시스템이나 지도, 글자 등의 정보를 표시하는 자동차용 유리에 사용되는 등 적용분야가 확대되고 있다.

[0005] 종래의 전기변색소자는 액체 상의 전기변색물질을 이용하기 때문에 전해액의 누액이 발생하는 문제가 있고, 유연성을 갖는 디스플레이로 사용되기에 제한이 있다. 최근 고체화한 물기반의 전해액이 개발되었지만, 물이 쉽게 기화를 방지하기 위한 보호층을 추가로 설치하는 문제가 있다.

선행기술문헌

특허문헌

[0007] (특허문헌 0001) 한국 등록특허 제10-2078481호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0008] 본 발명은 광투과성 및 신축성이 개선된 전기변색소자용 조성물 및 전기변색부재의 제조방법을 제공함을 목적으로 한다.

[0009] 또한, 수명이 길고 내구성이 우수하다.

[0010] 또한, 유연성 및 신축성을 가짐으로써 다양한 분야의 적용이 가능하다.

[0011] 또한, 제조방법이 간단하여 생산 효율 증대 및 제조 비용 감소가 가능하다.

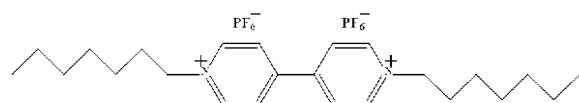
과제의 해결 수단

[0013] 본 발명의 실시 예를 따르는 전기변색소자용 조성물은, 광투과성 고분자 수지; 가소제; 및 전기변색물질;을 포함한다.

[0014] 상기 전기변색물질은 Diheptyl viologen dihexafluorophosphate이고, 상기 전기변색물질의 함량은 상기 고분자 수지 100 중량부에 대하여 5 내지 20 중량부일 수 있다.

[0015] 상기 전기변색물질은 아래의 화학식1으로 표현할 수 있다.

[0016] [화학식1]



[0017]

[0018] 상기 고분자 수지 100 중량부에 대하여 100 내지 200 중량부의 함량을 갖는 이온성 액체를 더 포함할 수 있다.

- [0019] 상기 고분자 수지 100 중량부에 대하여 1 내지 7 중량부의 함량을 갖는 애노드 레독스 화합물을 더 포함할 수 있다.
- [0021] 본 발명의 실시 예를 따르는 전기변색소자는 제1전극; 제2전극; 및 상기 제1전극 및 제2전극에 의한 전압에 의해 변색이 되는 전기변색소자층;을 포함하고, 상기 전기변색소자층은 앞서 설명한 전기변색소자용 조성물을 포함한다.
- [0023] 본 발명의 실시 예를 따르는 전기변색부재의 제조방법은, 고분자 수지, 가소제, 이온성 액체 및 전기변색물질을 용매에 용해하여 혼합용액을 제조하는 단계; 및 상기 혼합용액의 용매를 제거하는 단계;를 포함한다.
- [0024] 상기 전기변색물질은 Diheptyl viologen dihexafluorophosphate이고, 상기 변색물질의 제조방법은, 1,1' - Diheptyl-4,4' -bipyridinium Dibromide를 용매에 용해한 용액을 제조하는 단계; 및 상기 용액에 NH_4PF_6 을 첨가하는 단계를 포함할 수 있다.
- [0025] 상기 혼합용액을 제조하는 단계에서, 상기 가소제의 함량은 상기 고분자 수지 100 중량부에 대하여 700 내지 1200 중량부이고, 상기 이온성 액체의 함량은 100 내지 200 중량부이고, 상기 전기변색물질의 함량은 상기 고분자 수지 100 중량부에 대하여 5 내지 20 중량부일 수 있다.
- [0026] 상기 혼합용액을 제조하는 단계에서, 상기 고분자 수지 100 중량부에 대하여 1 내지 7 중량부의 함량을 갖는 애노드 레독스 화합물을 더 첨가할 수 있다.

발명의 효과

- [0028] 본 발명의 실시 예를 따르는 전기변색소자용 조성물 및 전기변색부재의 제조방법에 따르면 개선된 광투과성 및 신축성을 가질 수 있다.
- [0029] 또한, 수명이 길고 내구성이 우수하다.
- [0030] 또한, 유연성 및 신축성을 가짐으로써 다양한 분야의 적용이 가능하다.
- [0031] 또한, 제조방법이 간단하여 생산 효율 증대 및 제조 비용 감소가 가능하다.

도면의 간단한 설명

- [0033] 도 1은 순환전류법에 따른 측정 결과를 도시한 것이다.
- 도 2는 광흡수율 측정 결과를 도시한 것이다.
- 도 3은 전위에 따른 색발현 정도를 촬영한 사진이다.
- 도 4는 광투과율 실험 결과를 도시한 것이다.
- 도 5는 광학밀도 대 전하밀도 분석 결과를 도시한 것이다.
- 도 6은 착색/탈색 반복 사이클 실험 결과를 도시한 것이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0034] 이하, 첨부된 도면을 참조하여 본 발명의 바람직한 실시 형태들을 다음과 같이 설명한다. 그러나, 본 발명의 실시 형태는 여러 가지 다른 형태로 변형될 수 있으며, 본 발명의 범위가 이하 설명하는 실시 형태로 한정되는 것은 아니다. 또한, 본 발명의 실시 형태는 당해 기술분야에서 평균적인 지식을 가진 자에게 본 발명을 더욱 완전하게 설명하기 위해서 제공되는 것이다. 따라서, 도면에서의 요소들의 형상 및 크기 등은 보다 명확한 설명을 위해 과장될 수 있으며, 도면 상의 동일한 부호로 표시되는 요소는 동일한 요소이다. 또한, 유사한 기능 및 작용을 하는 부분에 대해서는 도면 전체에 걸쳐 동일한 부호를 사용한다. 덧붙여, 명세서 전체에서 어떤 구성요소를 "포함"한다는 것은 특별히 반대되는 기재가 없는 한 다른 구성요소를 제외하는 것이 아니라 다른 구성요소

를 더 포함할 수 있다는 것을 의미한다.

[0036] 전기변색소자용 조성물

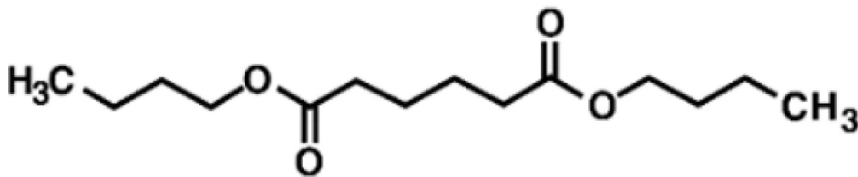
[0037] 본 발명의 실시 예를 따르는 전기변색소자용 조성물은, 광투과성 고분자 수지; 가소제; 및 전기변색물질;을 포함한다.

[0039] 상기 고분자 수지는 전기변색소자용 조성물에서 기본 몸체를 형성한다. 상기 고분자 수지는 가소제에 의해 경화 시 광투과성, 유연성 및 신축성을 가지는 것일 수 있다. 이를 위해 상기 고분자 수지는 폴리비닐클로라이드(PVC), 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE), 폴리우레탄(PU), 폴리메틸메타크릴레이트(PMMA), 폴리디메틸실록산(PDMS), 폴리비닐알코올(PVA), 폴리비닐피롤리돈(PVP), 폴리에틸렌옥사이드(PEO), 폴리아미드(PI) 및 폴리에틸렌테레프탈레이트(PET) 중 적어도 어느 하나일 수 있다. 특히, 폴리비닐클로라이드(PVC)를 사용함으로써 높은 광투과성, 유연성 및 신축성을 가질 수 있다.

[0041] 가소제는 상기 고분자 수지를 가소화하는 물질이다. 상기 가소제는 특별히 제한하지 않지만 DBA(Dibutyl Adipate)일 수 있다.

[0042] 상기 DBA는 아래의 분자식으로 표현될 수 있다.

[0043] [분자식]

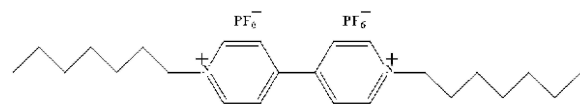


[0044]

[0045] 상기 가소제의 함량은 상기 고분자 수지 100 중량부에 대하여 700 내지 1200 중량부, 바람직하게는 800 내지 1000 중량부일 수 있다. 가소제의 함량이 너무 낮은 경우에는 제조된 변색소자부재에 결정이 쉽게 생성되고, 가소제의 함량이 너무 높은 경우에는 기계적 물성이 감소할 수 있다.

[0047] 전기변색물질은 외부에서 인가되는 전압에 의해 흡수하는 파장이 변화하여 색상이 달라지는 물질이다. 본 발명의 실시 예에서는 상기 전기변색물질은 바람직하게 Diheptyl viologen dihexafluorophosphate일 수 있다. 상기 Diheptyl viologen dihexafluorophosphate는 $DHV[PF_6]_2$ 로 표현할 수 있으며, 아래의 화학식1으로 표현할 수 있다. 상기 Diheptyl viologen dihexafluorophosphate는 전압이 인가되는 경우 파란색 또는 시안(Cyan) 계열의 색상을 구현할 수 있다. 이와 같이 전기변색물질을 한정함으로써 전기변색소자층의 광투과율을 높게 유지하면서도 전압에 따라 광투과율을 제어하고 색상을 정확하게 구현할 수 있다.

[0048] [화학식1]



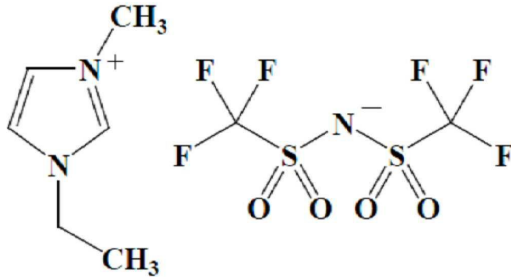
[0049]

[0050] 상기 전기변색물질의 함량은 상기 고분자 수지 100 중량부에 대하여 5 내지 20 중량부, 바람직하게는 14 내지 17 중량부일 수 있다. 상기 전기변색물질의 함량이 너무 낮은 경우에는 광투과율 제어가 어렵고 색상이 정확하게 구현되지 않을 수 있고, 함량이 너무 높은 경우에는 전기변색층 내에 결정이 생성되어 변색이 불균일하게 되는 문제가 있다.

[0052] 일 실시 예에서, 전기변색소자용 조성물은 이온성 액체(ionic liquid)를 더 포함할 수 있다. 이온성 액체는 일

반적으로 100 ℃비휘발성 액체 상태로 유지되면서 이온 및 전자의 이동을 향상할 수 있는 물질이다. 상기 이온성 액체는 다양한 것이 사용될 수 있으나, 바람직하게는 1-Ethyl-3-methylimidazolium bis(trifluoromethanesulfonyl)imide(EMIM-TFSI)를 사용할 수 있다. 이와 같이 이온성 액체를 한정함으로써 전기변색소자층의 광투과성을 높게 유지할 수 있다. 상기 EMIM-TFSI는 아래의 화학식2로 표현될 수 있다.

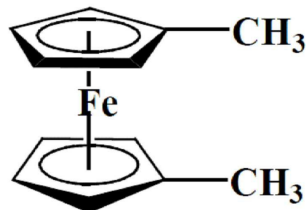
[0053] [화학식2]



상기 이온성 액체의 함량은 상기 고분자 수지 100 중량부에 대하여 100 내지 200 중량부, 바람직하게는 150 내지 170 중량부일 수 있다. 상기 이온성 액체의 함량이 너무 높으면 광투과율이 감소할 수 있다.

일 실시 예에서, 전기변색소자용 조성물은 애노드 레독스 화합물을 더 포함할 수 있다. 상기 애노드 레독스 화합물은 ferrocene 및 Dimethyl ferrocene 중 어느 하나일 수 있으며, 바람직하게는 Dimethyl Ferrocene일 수 있다. 상기 Dimethyl Ferrocene는 아래의 화학식3으로 표현할 수 있다.

[0058] [화학식3]



상기 애노드 레독스 화합물의 함량은 고분자 수지 100 중량부에 대하여 1 내지 5 중량부일 수 있다.

[0062] 전기변색소자

본 발명의 실시 예를 따르는 전기변색소자는 제1전극; 제2전극; 및 상기 제1전극 및 제2전극에 의한 전압에 의해 변색이 되는 전기변색소자층;을 포함하고, 상기 전기변색소자층은 앞서 설명한 전기변색소자용 조성물을 포함한다.

상기 제1전극 및 제2전극은 전기장치에서 일반적으로 사용하는 것으로 특별히 제한하지 않는다. 다만, 광투과성, 유연성 및 신축성을 갖기 위해 ITO glass 또는 ITO-PEN 등으로 이루어진 것일 수 있다.

상기 전기변색소자층은 앞서 설명한 전기변색소자용 조성물을 포함하는 것으로, 상기 전기변색소자용 조성물을 다음에 설명하는 제조방법에 따라 적당한 크기 및 두께로 제조한 것일 수 있다.

[0067] 전기변색부재의 제조방법

본 발명의 실시 예를 따르는 전기변색부재의 제조방법은, 고분자 수지, 가소제, 이온성 액체 및 전기변색물질을 용매에 용해하여 혼합용액을 제조하는 단계; 및 상기 혼합용액의 용매를 제거하는 단계;를 포함한다.

- [0070] 상기 혼합용액을 제조하는 단계에서 혼합되는 고분자 수지, 가소제 및 이온성 액체는 앞서 설명한 것과 같다.
- [0072] 본 단계에서 상기 전기변색물질이 Diheptyl viologen dihexafluorophosphate인 경우, 상기 변색물질의 제조방법은, 1,1'-Diheptyl-4,4'-bipyridinium Dibromide를 용매에 용해한 용액을 제조하는 단계; 및 상기 용액에 NH_4PF_6 을 첨가하는 단계를 포함할 수 있다.
- [0073] 상기 1,1'-Diheptyl-4,4'-bipyridinium Dibromide는 $\text{DHV}(\text{Br})_2$ 로 표현할 수 있다.
- [0074] 상기 용매는 1,1'-Diheptyl-4,4'-bipyridinium Dibromide를 용해할 수 있는 액체로, 바람직하게 물일 수 있다. 본 단계에서 1,1'-Diheptyl-4,4'-bipyridinium Dibromide를 물에 넣고 교반하여 완전하게 용해할 수 있다.
- [0075] 상기 용액에 NH_4PF_6 을 첨가하는 단계는, 상기 1,1'-Diheptyl-4,4'-bipyridinium Dibromide 용액 상에 NH_4PF_6 을 천천히 떨어뜨림으로써 수행할 수 있다.
- [0076] 다음으로 상온에서 반응시켜 $\text{DHV}[\text{PF}_6]_2$ 를 생성할 수 있다. 이후 용매를 제거하고 세척 및 건조하여 최종적으로 $\text{DHV}[\text{PF}_6]_2$ 를 제조할 수 있다.
- [0078] 본 단계에서 첨가되는 상기 가소제의 함량은 상기 고분자 수지 100 중량부에 대하여 700 내지 1200 중량부이고, 상기 이온성 액체의 함량은 100 내지 200 중량부이고, 상기 전기변색물질의 함량은 상기 고분자 수지 100 중량부에 대하여 5 내지 20 중량부일 수 있다. 또한, 상기 고분자 수지 100 중량부에 대하여 1 내지 5 중량부의 함량을 갖는 애노드 레독스 화합물을 더 첨가할 수 있다.
- [0080] 본 단계 이후에 용매를 제거하는 단계를 수행한다. 본 단계는 앞서 다양한 물질이 혼합된 용액을 상온에 장기간 방치하여 수행할 수 있으며, 필요에 따라 건조기 등을 사용할 수 있다. 또한, 원하는 형상 및 두께로 제조하기 위해 필름 또는 몰드 상에서 본 단계를 수행할 수 있다.
- [0082] 제조 예: 전기변색물질의 제조
- [0083] 전기변색물질인 $\text{DHV}[\text{PF}_6]_2$ 를 제조하기 위해, TCI 社의 $\text{DHV}(\text{Br})_2$ 0.2g을 물 40ml에 용해한 후, 여기에 NH_4PF_6 0.19g을 또 다른 물 40ml에 용해하였다. 이후 $\text{DHV}(\text{Br})_2$ 를 용해한 수용액에 NH_4PF_6 를 용해한 수용액을 한 방울씩 떨어뜨려 첨가하였다. 다음으로 혼합용액을 25 °C에서 24 시간동안 두어 $\text{DHV}[\text{PF}_6]_2$ 가 생성되도록 하였다. 상기 혼합용액을 감압필터링하고 증류수로 세척한 후 진공 오븐을 이용하여 80 °C에서 24 시간 동안 건조하였다.
- [0085] 전기변색물질인 $\text{DBV}[\text{PF}_6]_2$ 를 제조하기 위해, Alfa aesar 社의 $\text{DBV}(\text{Br})_2$ (Benzyl viologen dichloride) 0.2g을 물 40ml에 용해한 후, 여기에 NH_4PF_6 0.2389g을 한 방울씩 떨어뜨려 첨가하여, $\text{DBV}(\text{Br})_2$ 및 NH_4PF_6 의 몰비가 1:3 이 되도록 하였다. 다음으로 혼합용액을 25 °C에서 24 시간동안 두어 $\text{DBV}[\text{PF}_6]_2$ 가 생성되도록 하였다. 상기 혼합용액을 감압필터링하고 증류수로 세척한 후 진공 오븐을 이용하여 80 °C에서 24 시간 동안 건조하였다.
- [0087] 전기변색물질인 $\text{DEV}[\text{PF}_6]_2$ 를 제조하기 위해, $\text{DEV}(\text{Br})_2$ (1,1'-diethyl-4, 4'-bipyridinium dibromide) 0.2g을 물 40ml에 용해한 후, 여기에 NH_4PF_6 0.34g을 한 방울씩 떨어뜨려 첨가하였다. 다음으로 혼합용액을 25 °C에서 24 시간동안 두어 $\text{DEV}[\text{PF}_6]_2$ 가 생성되도록 하였다. 상기 혼합용액을 감압필터링하고 증류수로 세척한 후 진공 오븐을 이용하여 80 °C에서 24 시간 동안 건조하였다.

- [0089] 제조 예: 전기변색부재의 제조
- [0090] 실시 예1
- [0091] 고분자 수지로 PVC (Schientific Polymer Products 社 제품) 0.3424g, 가소제로 DBA (TCI 社 제품) 3.0816g, 이온성 액체로 EMIMTFSI (io-li-tec 社 제품) 0.5478g, 전기변색물질로 DHV[PF₆]₂ (앞서 제조한 것) 0.0333g, 애노드 레독스 화합물로 dimethyl ferrocene (TCI 社 제품) 0.0111g을 용매인 THF에 투입하여 혼합하였다.
- [0092] 다음으로 상기 혼합용액을 글라스 디쉬에 붓고 상온에서 3일 동안 용매를 증발시켜 건조하였다.
- [0094] 실시 예2
- [0095] DHV[PF₆]₂를 0.0416g, dimethyl ferrocene를 0.0138g 사용한 것을 제외하고 실시 예1과 동일하게 수행하여 제조하였다.
- [0097] 실시 예3
- [0098] DHV[PF₆]₂를 0.0499g, dimethyl ferrocene를 0.0166g 사용한 것을 제외하고 실시 예1과 동일하게 수행하여 제조하였다.
- [0100] 실시 예4
- [0101] DHV[PF₆]₂를 0.0583g, dimethyl ferrocene를 0.0194g 사용한 것을 제외하고 실시 예1과 동일하게 수행하여 제조하였다.
- [0103] 비교 예1
- [0104] 실시 예1에서 DHV[PF₆]₂ 대신 DBV[PF₆]₂ (앞에서 제조한 것)를 0.0325g, dimethyl ferrocene를 0.0111g 사용한 것을 제외하고 실시 예1과 동일하게 수행하여 제조하였다.
- [0106] 비교 예2
- [0107] 실시 예2에서 DHV[PF₆]₂ 대신 DBV[PF₆]₂ (앞에서 제조한 것)를 0.0406g, dimethyl ferrocene를 0.0138g 사용한 것을 제외하고 실시 예2와 동일하게 수행하여 제조하였다.
- [0109] 비교 예3
- [0110] 실시 예3에서 DHV[PF₆]₂ 대신 DBV[PF₆]₂ (앞에서 제조한 것)를 0.0487g, dimethyl ferrocene를 0.0166g 사용한 것을 제외하고 실시 예1과 동일하게 수행하여 제조하였다.
- [0112] 비교 예4
- [0113] 실시 예1에서 DHV[PF₆]₂ 대신 DEV[PF₆]₂ (앞에서 제조한 것)를 0.0130g, dimethyl ferrocene를 0.0055g 사용한 것을 제외하고 실시 예1과 동일하게 수행하여 제조하였다.
- [0115] 비교 예5
- [0116] 비교 예4에서 DEV[PF₆]₂ 를 0.0196g, dimethyl ferrocene를 0.008g 사용한 것을 제외하고 비교 예4와 동일하게

수행하여 제조하였다.

[0118] 비교 예6

[0119] 비교 예4에서 $\text{DEV}[\text{PF}_6]_2$ 를 0.0261g, dimethyl ferrocene를 0.0111g 사용한 것을 제외하고 비교 예4와 동일하게 수행하여 제조하였다.

[0121] 제조 예: 전기변색소자의 제조

[0122] 앞서 제조한 전기변색부재를 ITO glass 상에 배치하고 상기 전기변색부재의 가장자리에 100 μm 두께의 스페이서를 배치한 다음, 다른 ITO glass로 상부를 덮었다. 이와 같이 제조된 전기변색소자는 전기변색부재 실시 예1 내지 4에 대응하여 각각 실시 예5 내지 8로 정의하였고, 비교 예1 내지 6에 대응하여 각각 비교 예7 내지 12로 정의하였다.

[0124] 실험 예: 육안 검사

[0125] 실시 예 및 비교 예를 육안으로 검사하여 이상이 없는 지 확인하였다. 비교 예3 및 6의 경우 내부에 결정이 생성된 것을 확인하였다.

[0127] 실험 예: 순환전류법(cyclic voltammetry) 측정

[0128] 전위기(biologics, SP240)를 이용하여 20 mVs^{-1} 조건에서 실시 예5 내지 8 및 비교 예7 내지 11에 대한 순환전류법에 따른 전류/전위 곡선을 얻었다. 도 1은 본 실험 결과를 도시한 것이다. 도 1을 참조하면, 실시 예5 내지 8이 비교 예에 비하여 전류의 변화가 명확하게 나타나며, 특히 실시 예7 및 8이 보다 명확함을 알 수 있다.

[0130] 실험 예: 광흡수율 측정

[0131] 실시 예8, 비교 예8 및 비교 예11에 대하여 자외선가시광선분광기(UV-Vis Spectrometer, Perkin elmer, Lambda 465)를 이용하여 400 내지 800 nm 범위에서 측정하였다. 도 2(a)는 실시 예8, 도 2(b)는 비교 예8, 도 2(c)는 비교 예11의 실험 결과를 도시한 것이다. 도 2를 참조하면, 실시 예8의 경우 606 nm 파장에 대한 흡수율이 가장 높으며, 인가되는 전압에 따라 광흡수율이 조절됨을 알 수 있다. 비교 예의 경우 606 nm 부근에서 광흡수율이 다른 파장에 비하여 높지만 실시 예에 비하여 흡수량의 차이가 크지 않았다.

[0133] 실험 예: 색발현 실험

[0134] 실시 예8, 비교 예8 및 비교 예11에 전압을 0V 부터 -1.4V까지 인가하여 색상이 변하는 것을 관찰하였다. 도 3은 본 실험의 결과를 도시한 것이다. 도 3을 참조하면, 실시 예8의 경우 가해지는 전압에 따라 색상의 제어가 가장 명확하고 비교 예에 비하여 짙은 파란색을 띄었다.

[0136] 실험 예: 광투과율 실험

[0137] 실시 예5 내지 8 및 비교 예7 내지 11에 대하여 606 nm 파장의 빛이 투과되는 정도를 측정하였다. 이 때, 전압을 인가 및 차단하여 착색 및 탈색을 시키는 동안 광투과율의 변화를 관찰하였다. 도 4는 본 실험 결과를 도시한 것이다. 도 4를 참조하면, 실시 예가 비교 예에 비하여 광투과율의 변화정도가 크며, 실시 예 내에서도 실시 예7 및 8가 다른 실시 예에 비하여 광투과율의 변화정도가 컸다.

[0139] 실험 예: 광학밀도 대 전하밀도 분석

[0140] 606 nm 및 -1.0 V 조건에서 실시 예5 내지 8 및 비교 예7 내지 11에 대해 광학밀도 대 전하밀도 관계를 분석하고 coloration efficiency (η)를 구하였다. 도 8은 본 실험 결과를 도시한 것이다. 도 5을 참조하면, 실시 예가 비교 예에 비하여 coloration efficiency (η)가 크며, 특히 실시 예6 내지 8에서 coloration efficiency (η)의 상승이 크며, 실시 예 내에서도 실시 예7 및 8이 보다 큰 것을 알 수 있다.

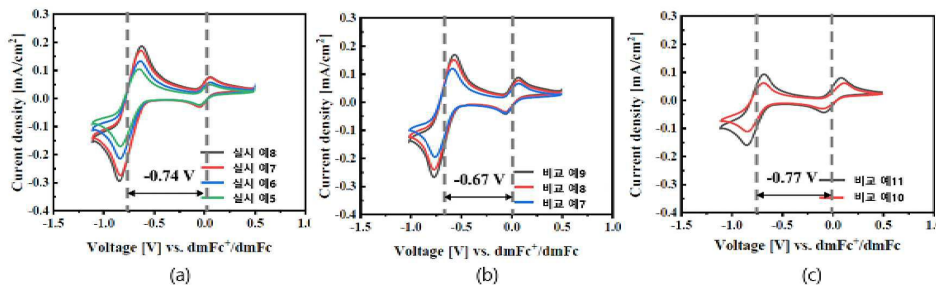
[0142] 실험 예: 착색/탈색 반복 사이클에 따른 광투과율 실험

[0143] 실시 예8, 비교 예8 및 11에 대하여 반복적으로 전압을 인가하여 착색 및 탈색을 반복하였으며, 40,000초 동안 606 nm 파장의 빛이 투과되는 정도를 측정하였다. 이 때, 전압을 인가 및 차단하여 착색 및 탈색을 시키는 동안 광투과율의 변화를 관찰하였다. 도 6은 본 실험 결과를 도시한 것으로, (a)는 실시 예8, (b)는 비교 예8, (c)는 비교 예11의 결과이다. 도 6을 참조하면, 실시 예8은 사이클 주기 동안 광투과율이 일정하게 유지되었으나, 비교 예8 및 11은 광투과율이 감소하였음을 알 수 있다.

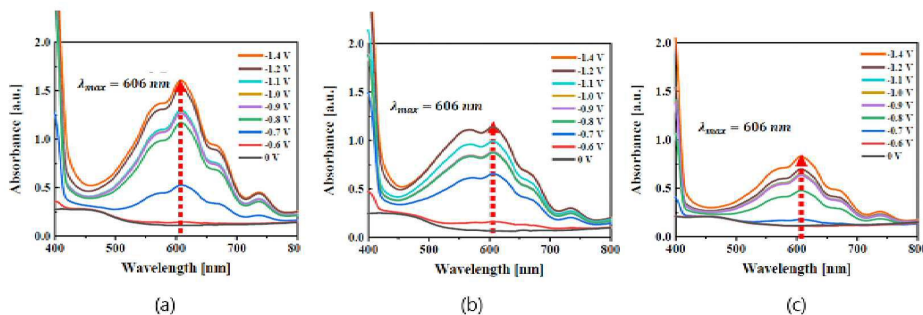
[0145] 본 발명은 상술한 실시 형태 및 첨부된 도면에 의해 한정되는 것이 아니며 첨부된 청구범위에 의해 한정하고자 한다. 따라서, 청구범위에 기재된 본 발명의 기술적 사상을 벗어나지 않는 범위 내에서 당 기술분야의 통상의 지식을 가진 자에 의해 다양한 형태의 치환, 변형 및 변경이 가능할 것이며, 이 또한 본 발명의 범위에 속한다고 할 것이다.

도면

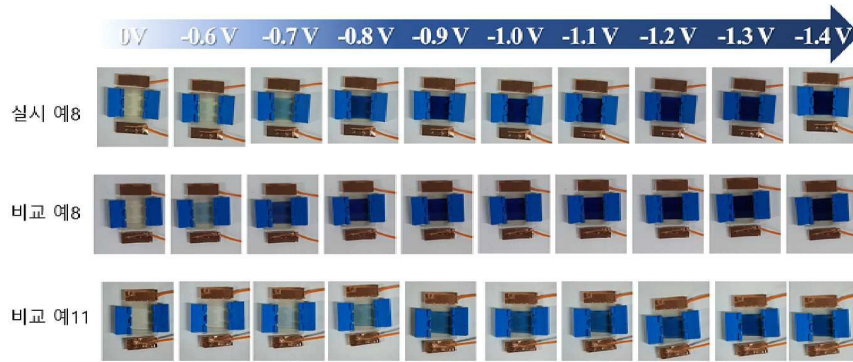
도면1



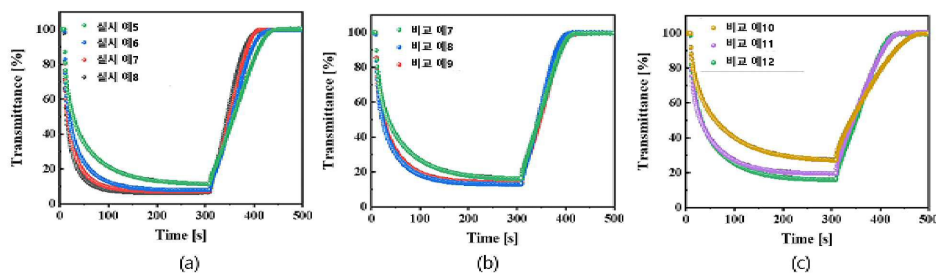
도면2



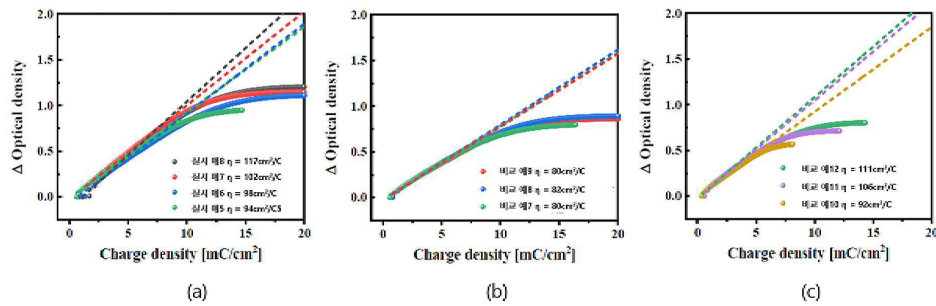
도면3



도면4



도면5



도면6

