

 (19) 대한민국특허청(KR) (12) 공개특허공보(A)	(11) 공개번호 10-2012-0095486 (43) 공개일자 2012년08월29일
(51) 국제특허분류(Int. Cl.) <i>C08L 63/00</i> (2006.01) <i>C08K 3/10</i> (2006.01) <i>C08G 59/00</i> (2006.01) <i>B82Y 20/00</i> (2011.01) (21) 출원번호 10-2011-0014825 (22) 출원일자 2011년02월19일 심사청구일자 2011년02월19일	(71) 출원인 충남대학교산학협력단 대전광역시 유성구 대학로 99 (궁동, 충남대학교) (72) 발명자 임용택 대전광역시 서구 둔산북로 160, LG한마루 106동 803호 (둔산동) (74) 대리인 이은철

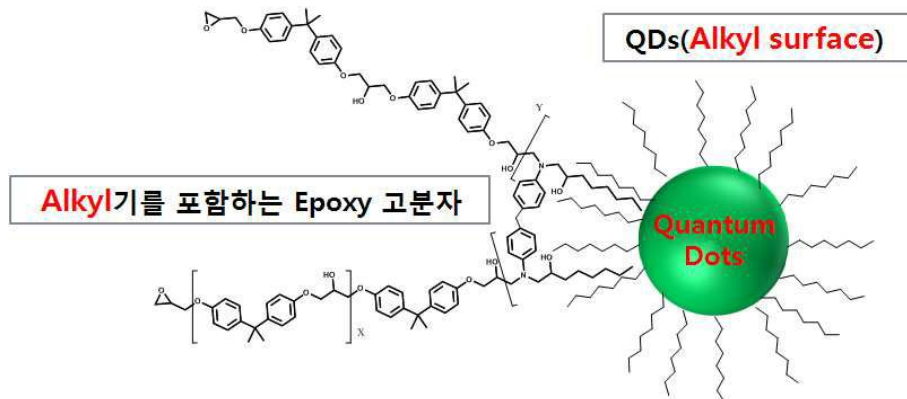
전체 청구항 수 : 총 15 항

(54) 발명의 명칭 **양자점 나노입자가 분산된 에폭시 고분자 복합체 제조방법**

(57) 요약

본 발명은 에폭시 고분자 사슬에 양자점 표면 코팅 물질과 친화성이 있는 알킬기를 도입하여, 양자점 나노입자가 에폭시 고분자 매트릭스에 분산될 때 분산안정성을 증가시키고, 최종적으로는 양자점 나노입자의 형광 특성을 증가시킨 양자점 나노입자가 분산된 에폭시 고분자 복합체를 제조하는 방법 및 상기 방법으로 제조된 양자점 나노입자가 분산된 에폭시 고분자 복합체에 관한 것으로, 디스플레이(display), 엘이디(LED) 조명 등에서 사용되는 형광물질인 반도체 크리스탈 양자점 나노소재를 고분자 매트릭스에 안정하게 분산시키는데 유용하게 이용될 수 있다.

대표도 - 도1



이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 2010-0026793

부처명 교육과학기술부

연구사업명 특정기초핵심-공동

연구과제명 면역세포기반 암치료 효능향상을 위한 생체친화 나노메디컬소재 개발

주관기관 한국연구재단

연구기간 2010.09.09 ~ 2011.08.31

특허청구의 범위

청구항 1

- (1) 에폭시 올리고머와 알킬기를 포함하는 중간 반응물질을 혼합하는 단계;
- (2) 상기 혼합된 용액에 양자점 나노입자를 혼합하는 단계; 및
- (3) 상기 혼합된 에폭시 고분자 전구체와 양자점 나노입자 혼합액을 가교제를 이용하여 중합하는 단계;를 포함하는 양자점 나노입자가 분산된 에폭시 고분자 복합체 제조방법.

청구항 2

제 1항에 있어서,

상기 에폭시 올리고머는 에폭사이드(epoxide) 혹은 반응성기를 포함하는 에폭시 고분자 전구체(prepolymer)인 것을 특징으로 하는 양자점 나노입자가 분산된 에폭시 고분자 복합체 제조방법.

청구항 3

제 2항에 있어서,

상기 에폭시 올리고머는 비스페놀 A형 에폭시 수지(Bisphenol A type epoxy resin), 노볼락형 에폭시 수지(novolac type epoxy resin), 수소화된 비스페놀 A 디글리시딜 에테르형 수지(hydrogenated Bisphenol A diglycidyl ether type resin), 비스페놀 A 측쇄형 디글리시딜 에테르 수지(Bisphenol A side chain type diglycidyl ether resin), 우레탄 변형 에폭시 수지(urethane-modified epoxy resin), 레조르신 디글리시딜 에테르 에폭시 수지(resorcin diglycidyl ether epoxy resin), 글리시딜 에테르형 에폭시 수지(glycidyl ester type epoxy resin), p-옥시벤조산 디글리시딜 에테르-에스테르 수지(p-oxybenzoic acid diglycidyl ether-ester resin), 지방족고리 에폭시 수지(alicyclic epoxy resins) 및 글리시딜아민 에폭시 수지(glycidylamine epoxy resins)로 이루어진 군에서 선택되는 어느 하나인 것을 특징으로 하는 양자점 나노입자가 분산된 에폭시 고분자 복합체 제조방법.

청구항 4

제 2항에 있어서,

상기 에폭시 올리고머는 아크릴계열의 에폭시 올리고머로서 디메틸아미노에틸 아크릴레이트(dimethylaminoethyl acrylate), 디에틸아미노에틸 아크릴레이트(diethylaminoethyl acrylate), 2-하이드록시에틸 아크릴레이트(2-hydroxyethyl acrylate), 2-하이드록시프로필 아크릴레이트(2-hydroxypropyl acrylate), 아크릴로일에틸 하이드로젠 프탈레이트(acryloyloxyethyl hydrogen phthalate), β -하이드록시에틸- β' -아크릴로일옥시에틸 프탈레이트(β -hydroxyethyl- β' -acryloyloxyethyl phthalate), 2-하이드록시에틸 아크릴로일 포스페이트(2-hydroxyethyl acryloyl phosphate), 테트라하이드로푸르푸릴 아크릴레이트(tetrahydrofurfuryl acrylate), 벤질 아크릴레이트(benzyl acrylate), 페녹시에틸 아크릴레이트(phenoxyethyl acrylate), 메톡시에틸 아크릴레이트(methoxyethyl acrylate), 에톡시에틸 아크릴레이트(ethoxyethyl acrylate), 부톡시에틸 아크릴레이트(butoxyethyl acrylate), 메톡시에톡시에틸 아크릴레이트(methoxyethoxyethyl acrylate), 스테아릴 아크릴레이트(stearyl acrylate), 라우릴 아크릴레이트(lauryl acrylate), 에틸렌 글리콜 디아크릴레이트(ethylene glycol diacrylate), 디에틸렌 글리콜 디아크릴레이트(diethylene glycol diacrylate), 트리에틸렌 글리콜 디아크릴레이트(triethylene glycol diacrylate), 1,6-헥산디올 디아크릴레이트(1,6-hexanediol diacrylate), 글리세린 트리아크릴레이트(glycerin triacrylate), 디-펜타에리트리톨 헥사아크릴레이트(di-pentaerythritol hexaacrylate), 트리메틸올프로판 트리아크릴레이트(trimethylolpropane triacrylate), 비스-(옥시에틸렌화된) 비스페놀 A 디아크릴레이트(bis-(oxyethylenated) Bisphenol A diacrylate), 페닐 글리시

딜 에테르 아크릴레이트(phenyl glycidyl ether acrylate), 에틸렌 글리콜 글리시딜 에테르 아크릴레이트(ethylene glycol glycidyl ether acrylate), 프로판-1,2-디올 글리시딜 에테르 아크릴레이트(propane-1,2-diol glycidyl ether acrylate), 트리메틸올프로판 글리시딜 에테르 아크릴레이트(trimethylolpropane glycidyl ether acrylate) 및 비스페놀 A형 에폭시 화합물의 아크릴레이트(acrylate of Bisphenol A type epoxy compound)로 이루어진 군에서 선택되는 어느 하나인 것을 특징으로 하는 양자점 나노입자가 분산된 에폭시 고분자 복합체 제조방법.

청구항 5

제 1항에 있어서,

상기 알킬기를 포함하는 중간 반응물질은 한쪽은 에폭시 올리고머와 반응할 수 있는 반응성기인 에폭사이드(epoxide) 혹은 이중결합을 포함하고, 다른 한 쪽은 C6-C18로 구성된 알킬사슬 구조를 갖는 것을 특징으로 하는 양자점 나노입자가 분산된 에폭시 고분자 복합체 제조방법.

청구항 6

제 5항에 있어서,

상기 알킬기를 포함하는 중간 반응물질은 에폭시 헥산, 에폭시 헵탄, 에폭시 옥탄, 에폭시 노난, 에폭시 데칸, 에폭시 운데칸, 및 에폭시 도데칸으로 이루어진 군에서 선택되는 어느 하나인 것을 특징으로 하는 양자점 나노입자가 분산된 에폭시 고분자 복합체 제조방법.

청구항 7

제 1항에 있어서,

상기 양자점 나노입자는 II-VI 또는 III-V 족 화합물인 것을 특징으로 하는 양자점 나노입자가 분산된 에폭시 고분자 복합체 제조방법.

청구항 8

제 7항에 있어서,

상기 양자점 나노입자는 CdSe, CdSe/ZnS, CdTe/CdS, CdTe, ZnSe/ZnS, ZnTe/ZnSe, PbSe, PbS, InAs, InP, InGaP, InGaP/ZnS 및 HgTe로 구성된 군에서 선택되는 어느 하나인 것을 특징으로 하는 양자점 나노입자가 분산된 에폭시 고분자 복합체 제조방법.

청구항 9

제 7항에 있어서,

상기 양자점 나노입자는 단일 코어(core) 또는 코어(core)/셸(shell) 형태인 것을 특징으로 하는 양자점 나노입자가 분산된 에폭시 고분자 복합체 제조방법.

청구항 10

제 1항에 있어서,

상기 가교제는 화학적 가교제(chemical crosslinker) 또는 광학적 가교제(photo-initiator)인 것을 특징으로 하는 양자점 나노입자가 분산된 에폭시 고분자 복합체 제조방법.

청구항 11

제 10항에 있어서,

상기 화학적 가교제는 이민(imine) 계열 또는 다이아민(diamine) 계열에서 선택되는 것을 특징으로 하는 양자점 나노입자가 분산된 에폭시 고분자 복합체 제조방법.

청구항 12

제 11항에 있어서,

상기 화학적 가교제는 폴리아미도-아민(polyamido-amines), 지방족 폴리아민(aliphatic polyamines), 지방족 고리 폴리아민(alicyclic polyamines), 방향족 폴리아민(aromatic polyamines), 및 3차 아민(tertiary amines) 등에서 선택될 수 있으며, 더욱 바람직하게는 디에틸렌-트리아민(diethylene-triamine), 트리에틸렌-테트라아민(triethylene-tetramine), 테트라에틸렌-펜타민(tetraethylene-pentamine), 펜타에틸렌-헥사민(pentaethylene-hexamine), 헥사메틸렌-디아민(hexamethylene-diamine), 폴리에테르-디아민(polyether-diamine), 비스-헥사메틸렌-트리아민(bis-hexamethylene-triamine), 디에틸아미노프로필아민(diethylaminopropylamine), 트리아민(triamine), 트리메틸헥사메틸렌디아민(trimethylhexamethylenediamine), 올레일아민(oleylamine), 디프로필렌-트리아민(dipropylene-triamine), 비스(헥사메틸렌)-트리아민(bis(hexamethylene)-triamine), 1,3,6-트리스-아미노메틸-헥산(1,3,6-tris-aminomethyl-hexane), 3,9-비스(3-아미노프로필)-2,4,8,10-테트라옥사스피로[5,5]운데칸(3,9-bis(3-aminopropyl)-2,4,8,10-tetraoxaspiro[5,5]undecane), 크실렌-디아민(xylene-diamine), 1,3-비스-아미노메틸-시크로헥산(1,3-bis-aminomethyl-cyclohexane), 비스(4-아미노시크로헥실)-메탄(bis(4-aminocyclohexyl)-methane), 비스(4-아미노-3-페틸시크로헥실)-메탄(bis(4-amino-3-methylcyclohexyl)-methane), 이소포론-디아민(isophorone-diamine), N-아미노에틸-피페라진(N-aminoethyl-piperazine), 멘텐-디아민(menthene-diamine), 디아미노페닐메탄(diaminophenylmethane), 저분자량 축합 아닐린-포름알데히드(aniline-formaldehyde low molecular weight condensate), m-페닐렌디아민(m-phenylenediamine), 디아미노디페닐-설향(diaminodiphenyl-sulfone), 및 디메틸아미노메틸페놀(dimethylaminomethylphenol), 트리스(디메틸)-아미노에틸페놀(tris(dimethyl)-aminoethylphenol)로 이루어진 군에서 선택되는 어느 하나인 것을 특징으로 하는 양자점 나노입자가 분산된 에폭시 고분자 복합체 제조방법.

청구항 13

제 10항에 있어서,

상기 광학적 가교제는 마이클러스(MiChler's) 케톤, 비스-4,4'-디에틸아미노벤조페논, 벤조페논, 3,5-비스(4'-디에틸아미노벤질리덴)-N-메틸-피페리돈, 3,5-비스(4'-디메틸아미노벤질리덴)-N-메틸-피페리돈, 2,6-비스(4'-디메틸아미노벤질리덴)-4-카르복시시크로헥사논, 2,6-비스(4'-디메틸아미노벤질리덴)-4-히드록시시크로헥사논, 2,6-비스(4'-디에틸아미노벤질리덴)-4-카르복시시크로헥사논, 2,6-비스(4'-디에틸아미노벤질리덴)-4-히드록시시크로헥사논, 2,6-비스(4'-디메틸아미노벤질리덴)-4-히드록시메틸시크로헥사논, 2,6-비스(4'-디에틸아미노벤질리덴)-4-히드록시메틸시크로헥사논, 3,3'-카르보닐 비스(7-디에틸아미노) 쿠마린, 7-디에틸아미노-4-메틸 쿠마린, 3-(2-벤조티아졸일)-7-디에틸아미노쿠마린, 3-(2-벤질이미다졸일)-7-디에틸아미노쿠마린, 2-(p-디메틸아미노스티릴) 퀴놀린, 4-(p-디메틸아미노스티릴)퀴놀린, 2-(p-디메틸아미노스티릴)벤조티아졸, 2-(p-디메틸아미노스티릴)벤조사졸, 2-(p-디메틸아미노스티릴)-3,3'-디메틸-3H-인돌, 리보프라빈 테트라부틸레이트, 2-메틸-1-[4-(메틸티오)페닐]-2-모르폴리노프로판-1-온, 2,4-디메틸티옥산톤, 2,4-디에틸티옥산톤, 2,4-디이소프로필티옥산톤, 3,5-디이소프로필티옥산톤, 3,5-디메틸티옥산톤, 티옥산톤-9-온, 1-페닐-5-메르캅토-1H-테트라졸, 3-아세틸인돌, 벤조일 에틸 에테르, 벤조인 이소프로필 에테르, 1,9-벤잔트론, 5-니트로아세나프텐, 2-니트로플루오렌, 아탄트론, 1,2-벤잔트라퀴논, 2,6-비스(4'-아지도벤질리덴)-시크로헥사논, 2,6-비스(4'-아지도벤질리덴)-4-메틸시크로헥사논, 2,6-비스(4'-아지도벤질리덴)-4-카르복시시크로헥사논, 2,6-비스(4'-아지도벤질리덴)-4-히드록시시크로헥사논, 3,5-비스(4'-아지도벤질리덴)-N-메틸-피페리돈, 2,6-비스(4'-아지도신나미리덴)-4-카르복시시크로헥사논, 및 2,6-비스(4'-아지도신나미리덴)-4-히드록시시크로헥사논으로

이루어진 군에서 선택되는 어느 하나인 것을 특징으로 하는 양자점 나노입자가 분산된 에폭시 고분자 복합체 제조방법.

청구항 14

제 1항 내지 제 13항 중 어느 한 항의 방법으로 제조된 양자점 나노입자가 분산된 에폭시 고분자 복합체.

청구항 15

제 14항에 있어서,

상기 양자점 나노입자는 CdSe, CdSe/ZnS, CdTe/CdS, CdTe, ZnSe/ZnS, ZnTe/ZnSe, PbSe, PbS, InAs, InP, InGaP, InGaP/ZnS 및 HgTe로 구성된 군에서 선택된 단일 코어(core) 또는 코어(core)/셸(shell) 형태인 것을 특징으로 하는 양자점 나노입자가 분산된 에폭시 고분자 복합체.

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 양자점 나노입자가 분산된 에폭시 고분자 복합체 제조방법에 관한 것으로, 더욱 상세하게는 에폭시 고분자 사슬에 양자점 표면 코팅 물질과 친화성이 있는 알킬기를 도입하여, 양자점 나노입자가 에폭시 고분자 매트릭스에 분산될 때 분산안정성을 증가시키고, 최종적으로는 양자점 나노입자의 형광 특성을 증가시킨 양자점 나노입자가 분산된 에폭시 고분자 복합체를 제조하는 방법 및 상기 방법으로 제조된 양자점 나노입자가 분산된 에폭시 고분자 복합체에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 양자점(Quantum Dot)은 나노크기의 반도체 물질로서, 양자제한(quantum confinement) 효과에 의해서, 다양한 물리적, 화학적 및 전기적 특성을 나타낸다. 이러한 특성으로 인하여 양자점은 디스플레이(Display), 엘이디(LED) 조명 등과 같은 다양한 전기적, 광학적 디바이스에 사용되고 있다.

[0003] 또한, 양자점은 화학적 방법을 이용하여 다양한 용매에서 제조되고 있으며, 각종 전기적, 광학적 디바이스에 이용되는 경우, 용매에 분산하여 사용하는 것이 일반적이다.

[0004] 그러나, 이러한 양자점은 나노입자의 특성상 입자들의 응집력이 매우 크기 때문에 응집체를 형성하는 경향이 있는데, 이렇게 되면 그 자체의 독특한 특성들이 지대로 발휘되지 못하는 문제점이 발생한다. 특히, 다양한 고분자 물질과 혼합하여 광학 및 전기 디바이스 소자를 제작할 때, 양자점과 고분자 물질과의 계면특성이 다르기 때문에, 소자 제작시에 고분자 매트릭스 내에서 양자점이 응집하는 경향을 보인다.

[0005] 따라서, 양자점이 고분자 매트릭스 내에서 서로 응집되지 않도록 나노입자의 분산 안정성을 향상시키는 기술은 매우 중요하며, 이러한 문제를 해결하기 위한 많은 시도가 있었다.

[0006] 일례로, 분산제로 코팅되어 있는 나노입자의 표면을 전하를 띠는 물질로 치환하게 되면, 수용액에서도 잘 분산되는 나노입자를 제조할 수 있다. 이와 같이 나노입자의 표면에 배워된 물질을 치환하는 기술을 개발하게 되면, 전자회로, 고분자 물질, 생체분자 등과의 호환성이 좋아져서, 양자점의 응용성을 다양한 범위로 확대할 수 있다.

[0007] 또한, 최근에는 이러한 양자점 나노입자를 에폭시나 실리카 계열의 고분자와 같이 열안정성이 매우 우수한 고분자와 혼합한 후에, 다양한 광학 및 전기 디바이스에 응용하기 위한 연구가 활발하게 진행되고 있다. 그러나, 대부분의 연구가 유기용매에서 제조된 양자점 나노입자를 고분자 모노머(monomer) 혹은 올리고머(oligomer)를 포함하는 유기용매와 혼합한 후에 경화과정을 거치기 때문에, 결국에는 양자점 나노입자가 고분자 매트릭스에 분산되는 형태의 물질을 제조하는 방법을 이용하고 있다.

[0008] 앞서서도 언급했듯이, 상기와 같이 제조할 경우, 양자점 나노입자와 고분자 매트릭스의 계면의 차이로 인해, 양자점 나노입자가 응집되는 현상이 발생하고 있다.

[0009] 이에 본 발명자들은 에폭시 고분자 사슬에 양자점 나노입자의 표면과 유사한 성질을 가지는 알킬계의 가지(branch)를 도입함으로써, 에폭시 고분자 매트릭스 내에서 양자점 나노입자의 분산 안정성을 증가시키고, 최종적으로는 광효율도 향상시키는 것을 확인하고 본 발명을 완성하였다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0010] 결국, 본 발명의 주된 목적은 에폭시 고분자 사슬에 양자점 표면 코팅 물질과 친화성이 있는 알킬기를 도입하여, 양자점 나노입자가 에폭시 고분자 매트릭스에 분산될 때 분산안정성을 증가시키고, 최종적으로는 양자점 나노입자의 형광 특성을 증가시킨 양자점 나노입자가 분산된 에폭시 고분자 복합체의 제조방법을 제공하는데 있다.

과제의 해결 수단

[0011] 상기 목적을 달성하기 위하여, 본 발명은 (1) 에폭시 올리고머와 알킬기를 포함하는 중간 반응물질을 혼합하는 단계; (2) 상기 혼합된 용액에 양자점 나노입자를 혼합하는 단계; 및 (3) 상기 혼합된 에폭시 고분자 전구체와 양자점 나노입자 혼합액을 가교제를 이용하여 중합하는 단계;를 포함하는 양자점 나노입자가 분산된 에폭시 고분자 복합체를 제조하는 방법을 제공한다.

[0012] 본 발명은 또한, 상기 방법으로 제조된 양자점 나노입자가 분산된 에폭시 고분자 복합체를 제공한다.

발명의 효과

[0013] 상기와 같은 본 발명에 따르면, 알킬계의 물질로 표면이 코팅된 양자점 나노입자와 고분자의 친화력을 증가시키기 위하여 고분자에 알킬기를 도입함으로써, 고분자 매트릭스 상에서 양자점 나노입자와 혼화성이 증가되고, 이러한 분산안정성은 양자점 나노입자의 형광 특성을 향상시키는 효과가 있다.

[0014] 또한, 본 발명은 디스플레이(display) 및 엘이디(LED) 조명 등에서 사용되는 형광물질인 반도체 크리스탈 양자점 나노소재를 고분자 매트릭스에 안정하게 분산시키는데 유용하게 이용될 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0015] 도 1은 본 발명에 따른 양자점 나노입자가 분산된 에폭시 고분자 복합체이다.

도 2는 본 발명의 일실시예에 따른 양자점 나노입자가 분산된 에폭시 고분자 복합체의 제조 과정을 나타낸 것이다.

도 3은 양자점이 일반적인 에폭시 고분자(a)와 본 발명의 알킬기가 도입된 에폭시 고분자(b)가 분산되었을 때의 나노입자의 응집도를 나타낸 것이다.

도 4는 양자점이 일반적인 에폭시 고분자(1)와 본 발명의 알킬기가 도입된 에폭시 고분자(2)가 분산되었을 때의 형광특성을 나타낸 것이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0016] 달리 정의되지 않는 한, 본 명세서에서 사용된 모든 기술적 및 과학적 용어들은 본 발명이 속하는 기술분야에서 숙련된 전문가에 의해서 통상적으로 이해되는 것과 동일한 의미를 갖는다. 일반적으로, 본 명세서에서 사용된 명명법 및 이하에 기술하는 실험방법은 본 기술분야에서 잘 알려져 있고 통상적으로 사용되는 것이다.

[0017] 본 발명은 (1) 에폭시 올리고머와 알킬기를 포함하는 중간 반응물질을 혼합하는 단계; (2) 상기 혼합된 용액에 양자점 나노입자를 혼합하는 단계; 및 (3) 상기 혼합된 에폭시 고분자 전구체와 양자점 나노입자 혼합액을 가교제를 이용하여 중합하는 단계;를 포함하는 양자점 나노입자가 분산된 에폭시 고분자 복합체를 제조하는 방법을 제공한다.

[0018] 본 발명에 있어서, 상기 에폭시 올리고머는 에폭사이드(epoxide) 혹은 이중결합과 같은 반응성기를 포함하는 에폭시 고분자 전구체(prepolymer)인 것을 특징으로 한다. 또한, 상기 에폭시 올리고머는 통상적인 방법에 따

라 제조하거나, 구입함으로써 손쉽게 입수할 수 있다.

[0019] 구체적으로, 본 발명에서 사용가능한 에폭시 올리고머는 비스페놀 A형 에폭시 수지(Bisphenol A type epoxy resin), 노볼락형 에폭시 수지(novolac type epoxy resin), 수소화된 비스페놀 A 디글리시딜 에테르형 수지(hydrogenated Bisphenol A diglycidyl ether type resin), 비스페놀 A 측쇄형 디글리시딜 에테르 수지(Bisphenol A side chain type diglycidyl ether resin), 우레탄 변형 에폭시 수지(urethane-modified epoxy resin), 레조르신 디글리시딜 에테르 에폭시 수지(resorcin diglycidyl ether epoxy resin), 글리시딜 에테르형 에폭시 수지(glycidyl ester type epoxy resin), p-옥시벤조산 디글리시딜 에테르-에스테르 수지(p-oxybenzoic acid diglycidyl ether-ester resin), 지방족고리 에폭시 수지(alicyclic epoxy resins) 및 글리시딜아민 에폭시 수지(glycidylamine epoxy resins) 등에서 선택되는 것이 바람직하나, 이에 한정되지는 않는다.

[0020] 또한, 본 발명에서 사용가능한 아크릴계열의 에폭시 올리고머는 디메틸아미노에틸 아크릴레이트(dimethylaminoethyl acrylate), 디에틸아미노에틸 아크릴레이트(diethylaminoethyl acrylate), 2-하이드록시에틸 아크릴레이트(2-hydroxyethyl acrylate), 2-하이드록시프로필 아크릴레이트(2-hydroxypropyl acrylate), 아크릴로일에틸 하이드로겐 프탈레이트(acryloyloxyethyl hydrogen phthalate), β -하이드록시에틸- β' -아크릴로일옥시에틸 프탈레이트(β -hydroxyethyl- β' -acryloyloxyethyl phthalate), 2-하이드록시에틸 아크릴로일 포스페이트(2-hydroxyethyl acryloyl phosphate), 테트라하이드로푸르푸릴 아크릴레이트(tetrahydrofurfuryl acrylate), 벤질 아크릴레이트(benzyl acrylate), 페녹시에틸 아크릴레이트(phenoxyethyl acrylate), 메톡시에틸 아크릴레이트(methoxyethyl acrylate), 에톡시에틸 아크릴레이트(ethoxyethyl acrylate), 부톡시에틸 아크릴레이트(butoxyethyl acrylate), 메톡시에톡시에틸 아크릴레이트(methoxyethoxyethyl acrylate), 스테아릴 아크릴레이트(stearyl acrylate), 라우릴 아크릴레이트(lauryl acrylate), 에틸렌 글리콜 디아크릴레이트(ethylene glycol diacrylate), 디에틸렌 글리콜 디아크릴레이트(diethylene glycol diacrylate), 트리에틸렌 글리콜 디아크릴레이트(triethylene glycol diacrylate), 1,6-헥산디올 디아크릴레이트(1,6-hexanediol diacrylate), 글리세린 트리아크릴레이트(glycerin triacrylate), 디-펜타에리트리톨 헥사아크릴레이트(di-pentaerythritol hexaacrylate), 트리메틸올프로판 트리아크릴레이트(trimethylolpropane triacrylate), 비스-(옥시에틸렌화된) 비스페놀 A 디아크릴레이트(bis-(oxyethylenated) Bisphenol A diacrylate), 페닐 글리시딜 에테르 아크릴레이트(phenyl glycidyl ether acrylate), 에틸렌 글리콜 글리시딜 에테르 아크릴레이트(ethylene glycol glycidyl ether acrylate), 프로판-1,2-디올 글리시딜 에테르 아크릴레이트(propane-1,2-diol glycidyl ether acrylate), 트리메틸올프로판 글리시딜 에테르 아크릴레이트(trimethylolpropane glycidyl ether acrylate) 및 비스페놀 A형 에폭시 화합물의 아크릴레이트(acrylate of Bisphenol A type epoxy compound)에서 선택될 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다.

[0021]

[0022] 또한, 본 발명에 있어서, 상기 알킬기를 포함하는 중간 반응물질은 한쪽은 에폭시 올리고머와 반응할 수 있는 반응성기인 에폭사이드(epoxide) 혹은 이중결합 등을 포함하고, 다른 한 쪽은 C6-C18로 구성된 알킬사슬 구조를 갖는 물질을 포함한다. 이러한 물질로는 에폭시 헥산, 에폭시 헵탄, 에폭시 옥탄, 에폭시 노난, 에폭시 데칸, 에폭시 운데칸, 에폭시 도데칸 등이 있으나, 이에 한정되지는 않는다.

[0023] 또한, 본 발명에 있어서, 상기 양자점 나노입자는 II-VI 또는 III-V 족 화합물로, CdSe, CdSe/ZnS, CdTe/CdS, CdTe, ZnSe/ZnS, ZnTe/ZnSe, PbSe, PbS, InAs, InP, InGaP, InGaP/ZnS 및 HgTe로 구성된 군에서 선택되는 것이 바람직하며, 단일 코어(core) 또는 코어(core)/셸(shell) 형태인 것을 특징으로 할 수 있다.

[0024] 또한, 본 발명에 있어서, 상기 가교제는 화학적 가교제(chemical crosslinker) 또는 광학적 가교제(photo-initiator) 등을 포함한다. 이때, 상기 화학적 가교제로는 이민(imine) 계열, 다이아민(diamine) 계열 등이 선택될 수 있으나, 본 발명이 이에 한정되는 것은 아니다.

[0025] 구체적으로, 상기 화학적 가교제로는 폴리아미도-아민(polyamido-amines), 지방족 폴리아민(aliphatic polyamines), 지방족고리 폴리아민(alicyclic polyamines), 방향족 폴리아민(aromatic polyamines), 및 3차 아민(tertiary amines) 등에서 선택될 수 있으며, 더욱 바람직하게는 디에틸렌-트리아민(diethylene-triamine), 트리에틸렌-테트라아민(triethylene-tetramine), 테트라에틸렌-펜타민(tetraethylene-pentamine),

펜타에틸렌-헥사민(pentaethylene-hexamine), 헥사메틸렌-디아민(hexamethylene-diamine), 폴리에테르-디아민(polyether-diamine), 비스-헥사메틸렌-트리아민(bis-hexamethylene-triamine), 디에틸아미노프로필아민(diethylaminopropylamine), 트리아민(triamine), 트리메틸헥사메틸렌디아민(trimethylhexamethylenediamine), 올레일아민(oleylamine), 디프로필렌-트리아민(dipropylene-triamine), 비스(헥사메틸렌)-트리아민(bis(hexamethylene)-triamine), 1,3,6-트리스-아미노메틸-헥산(1,3,6-tris-aminomethyl-hexane), 3,9-비스(3-아미노프로필)-2,4,8,10-테트라옥사스피로[5,5]-운데칸(3,9-bis(3-aminopropyl)-2,4,8,10-tetraoxaspiro[5,5]-undecane), 크실렌-디아민(xylene-diamine), 1,3-비스-아미노메틸-시크로헥산(1,3-bis-aminomethyl-cyclohexane), 비스(4-아미노시크로헥실)-메탄(bis(4-aminocyclohexyl)-methane), 비스(4-아미노-3-메틸시크로헥실)-메탄(bis(4-amino-3-methylcyclohexyl)-methane), 이소포론-디아민(isophorone-diamine), N-아미노에틸-피페라진(N-aminoethyl-piperazine), 멘텐-디아민(menthene-diamine), 디아미노페닐메탄(diaminophenylmethane), 저분자량 축합 아닐린-포름알데히드(aniline-formaldehyde low molecular weight condensate), m-페닐렌디아민(m-phenylenediamine), 디아미노디페닐-설포(diaminodiphenyl-sulfone), 디메틸아미노메틸페놀(dimethylaminomethylphenol), 및 트리스(디메틸)-아미노에틸페놀(tris(dimethyl)-aminoethylphenol) 등에서 선택되는 어느 하나인 것이 좋으나, 이에 한정되는 것은 아니다.

[0026] 또한, 광학적 가교제로서 광가교제의 바람직한 일례로는 마이클러스(MiChler's) 케톤, 비스-4,4'-디에틸아미노벤조페논, 벤조페논, 3,5-비스(4'-디에틸아미노벤질리덴)-N-메틸-피페리돈, 3,5-비스(4'-디메틸아미노벤질리덴)-N-메틸-피페리돈, 2,6-비스(4'-디메틸아미노벤질리덴)-4-카르복시시크로헥사논, 2,6-비스(4'-디메틸아미노벤질리덴)-4-히드록시시크로헥사논, 2,6-비스(4'-디에틸아미노벤질리덴)-4-카르복시시크로헥사논, 2,6-비스(4'-디에틸아미노벤질리덴)-4-히드록시시크로헥사논, 2,6-비스(4'-디메틸아미노벤질리덴)-4-히드록시메틸시크로헥사논, 2,6-비스(4'-디에틸아미노벤질리덴)-4-히드록시메틸시크로헥사논, 3,3'-카르보닐 비스(7-디에틸아미노) 쿠마린, 7-디에틸아미노-4-메틸 쿠마린, 3-(2-벤조티아졸일)-7-디에틸아미노쿠마린, 3-(2-벤질이미다졸일)-7-디에틸아미노쿠마린, 2-(p-디메틸아미노스티릴) 퀴놀린, 4-(p-디메틸아미노스티릴)퀴놀린, 2-(p-디메틸아미노스티릴)벤조티아졸, 2-(p-디메틸아미노스티릴)벤조사졸, 2-(p-디메틸아미노스티릴)-3,3'-디메틸-3H-인돌, 리보프라빈 테트라부틸레이트, 2-메틸-1-[4-(메틸티오)페닐]-2-모르포리노프로판-1-온, 2,4-디메틸티옥산톤, 2,4-디에틸티옥산톤, 2,4-디이소프로필티옥산톤, 3,5-디이소프로필티옥산톤, 3,5-디메틸티옥산톤, 티옥산텐-9-온, 1-페닐-5-메르캅토-1H-테트라졸, 3-아세틸인돌, 벤조일 에틸 에테르, 벤조인 이소프로필 에테르, 1,9-벤잔트론, 5-니트로아세나프텐, 2-니트로플루오렌, 아탄트론, 1,2-벤잔트라퀴논, 2,6-비스(4'-아지도벤질리덴)-시크로헥사논, 2,6-비스(4'-아지도벤질리덴)-4-메틸시크로헥사논, 2,6-비스(4'-아지도벤질리덴)-4-카르복시시크로헥사논, 2,6-비스(4'-아지도벤질리덴)-4-히드록시시크로헥사논, 3,5-비스(4'-아지도벤질리덴)-N-메틸-피페리돈, 2,6-비스(4'-아지도신나미리덴)-4-카르복시시크로헥사논, 2,6-비스(4'-아지도신나미리덴)-4-히드록시시크로헥사논 등이 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다.

[0027] 본 발명은 또한, 상기 방법으로 제조된 양자점 나노입자가 분산된 에폭시 고분자 복합체를 제공한다.

[0028] 본 발명에서 상기 양자점 나노입자는 CdSe, CdSe/ZnS, CdTe/CdS, CdTe, ZnSe/ZnS, ZnTe/ZnSe, PbSe, PbS, InAs, InP, InGaP, InGaP/ZnS 및 HgTe로 구성된 군에서 선택된 단일 코어(core) 또는 코어(core)/셸(shell) 형태인 것이 특징이다.

[0029] 이하, 실시예를 통하여 본 발명을 더욱 상세히 설명하고자 한다. 이들 실시예는 오로지 본 발명을 예시하기 위한 것으로서, 본 발명의 범위가 이들 실시예에 의해 제한되는 것으로 해석되지는 않는 것은 당업계에서 통상의 지식을 가진 자에게 있어서 자명할 것이다.

[0030] 실시예 1. 시약 준비

[0031] 비스페놀 A(Bisphenol A), 에피클로로하이드린(Epichlorohydrin), 수산화나트륨(Sodium hydroxide), 에폭시옥탄(1,2-epoxyoctane), 디아미노페닐메탄(4,4-Diaminodiphenylmethane), 테트라하이드로퓨란(tetrahydrofuran) 등은 시그마-알드리치(Sigma-Adrich)에서 구입하였으며, CdSe/ZnS 양자점 나노입자는 QDs 솔루션즈(Solutions)사에서 구입하였다.

[0032] **실시예 2. 양자점 나노입자가 분산된 에폭시 고분자 복합체 제조**

[0033] 본 발명에 따른 양자점 나노입자가 분산된 에폭시 고분자 복합체를 제조하기 위하여, 먼저 비스페놀 A 0.04 mol과 에피클로로하이드린 0.2 mol을 120℃에서 30분간 반응시킨 후 반응 부산물을 필터 또는 진공 건조기 (vacume evaporator)를 이용하여 제거하고 에폭시 올리고머를 얻었다.

[0034] 상기 에폭시 올리고머(1, 1.5, 1.8, 2 ml)와 에폭시 옥탄(0, 0.2, 0.5 ml), CdSe/ZnS 양자점 (0.5 ml), 및 디아미노페닐메탄(1 ml)를 적정 비율로 혼합하여 115℃에서 4시간 반응시켜 양자점 나노입자가 분산된 에폭시 고분자 복합체를 제조하였다(도 2).

[0035] **실시예 3. 양자점/에폭시 고분자 복합체의 분산 안정성 확인**

[0036] 상기 실시예 2에서 제조한 양자점 나노입자가 분산된 에폭시 고분자 복합체의 분산 안정성은 형광현미경 (Micro PL setup using inverted microscope; Excitation: 442 nm CW laser, 10 mW, Objective lens: 4X, Images were captured by CCD)을 이용하여 측정하였다.

[0037] 도 3은 CdSe/ZnS 양자점이 일반적인 에폭시 고분자(a)와 본 발명의 알킬기가 도입된 에폭시 고분자(b)에 분산 되었을 때, 나노입자의 응집도를 나타낸 것이다.

[0038] 상기 도 3에서 볼 수듯이, CdSe/ZnS 양자점이 알킬로 치환된 에폭시 수지와 혼합되면 그 응집현상이 줄어들고 분산도가 향상되는 것을 확인하였다.

[0039] **실시예 4. 양자점/에폭시 고분자 복합체의 광학효율 측정**

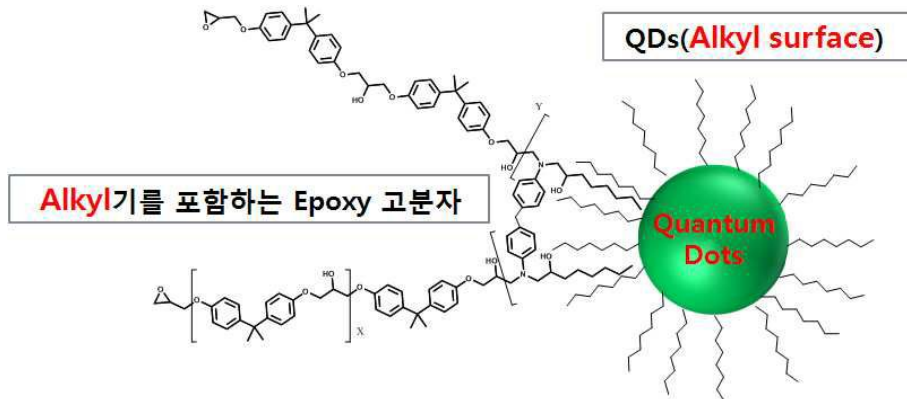
[0040] 상기 실시예 2에서 제조한 양자점 나노입자가 분산된 에폭시 고분자 복합체의 광학효율을 측정하기 위하여, 고분자 복합체가 코팅된 유리판을 448 블루 엘이디(blue ELD) 디바이스 위에 놓고 형광을 측정하되 (Excitation: Blue LED at 448 nm emission peak), 이때 형광은 스펙트로미터(USB Ocean Optics Spectrometer)를 이용하였다.

[0041] CdSe/ZnS 양자점이 일반적인 에폭시 고분자(1)와 본 발명의 알킬기가 도입된 에폭시 고분자(2)에 분산되었을 때의 형광특성은 도 4에 나타내었으며, 상기 도 4에서 보는 바와 같이, 에폭시-1,2-에폭시옥탄-양자점 복합체 (Epoxy-1,2-Epoxyoctane-QD composite; 2)의 형광 강도가 에폭시-양자점 복합체(Epoxy-QD composite; 1)의 형광 강도보다 약 3.5배 정도 형광강도가 강하게 나타내는 것을 알 수 있었다.

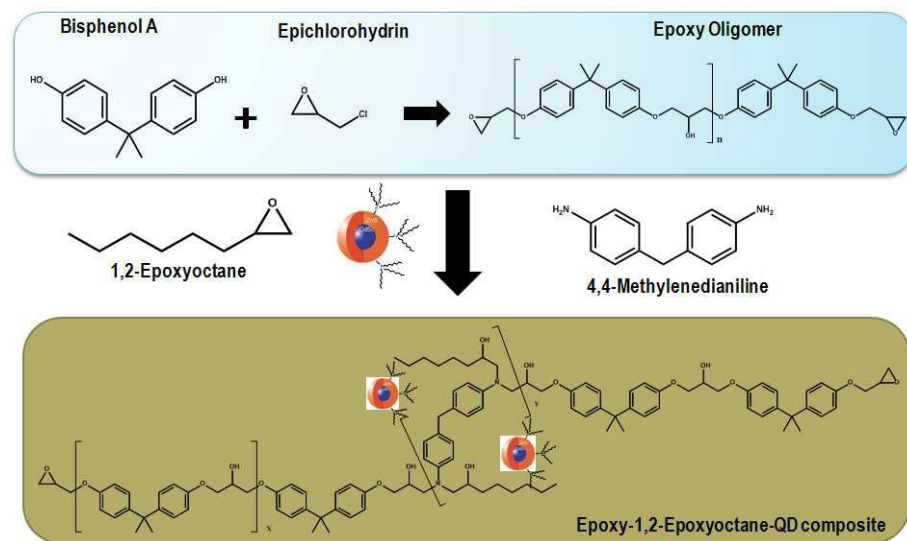
[0042] 이상, 본 발명의 내용의 특정한 부분을 상세히 기술하였는바, 당업계의 통상의 지식을 가진 자에게 있어서, 이러한 구체적인 기술은 단지 바람직한 실시양태일 뿐이며, 이에 의해 본 발명의 범위가 제한되는 것이 아닌 점은 명백할 것이다. 따라서, 본 발명의 실질적인 범위는 첨부된 청구항들과 그것들의 등가물에 의하여 정의 된다고 할 것이다.

도면

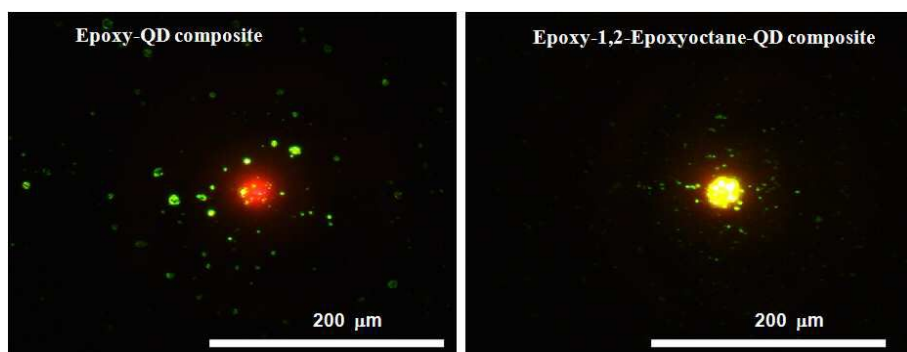
도면1



도면2



도면3



분산성 : <

도면4

