



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2009-0035619
(43) 공개일자 2009년04월09일

(51) Int. Cl.

B32B 29/06 (2006.01) B32B 5/02 (2006.01)
B32B 5/28 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2009-7004087

(22) 출원일자 2009년02월26일

심사청구일자 없음

번역문제출일자 2009년02월26일

(86) 국제출원번호 PCT/US2007/016295

국제출원일자 2007년07월18일

(87) 국제공개번호 WO 2008/013719

국제공개일자 2008년01월31일

(30) 우선권주장

11/493,741 2006년07월26일 미국(US)

(71) 출원인

코닝 인코포레이티드

미국 뉴욕 (우편번호 14831) 코닝 원 리버프론트
플라자

(72) 발명자

부시, 로버트 엘

미국, 뉴욕 14903, 엘미라 헤이즈, 랜슬렛 드라이브 173

도즈, 스티븐 비

미국, 뉴욕 14830, 코닝, 4 이. 4스 스트리트

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

청운특허법인

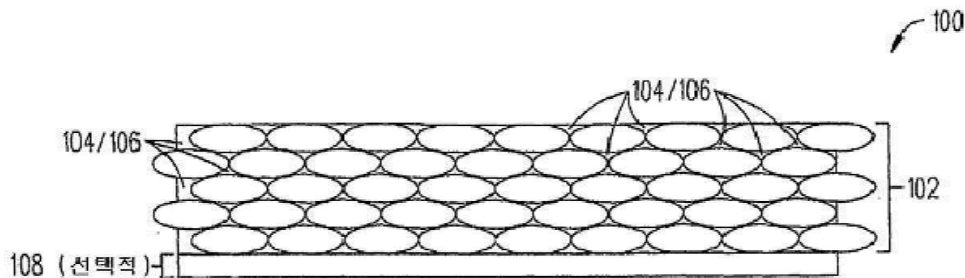
전체 청구항 수 : 총 28 항

(54) 함침된 무기 폐이퍼 및 함침된 무기 폐이퍼 제조방법

(57) 요약

여기에서 설명되는 플렉서블 기판은 특별한 함침제(예를 들면 SiO₂/X₂O(여기서 X는 알칼리 Na, K 등)의 중량비가 1.6 내지 3.5인 실세스퀴옥산(silsesquioxane), 알칼리 실리케이트(silicate) 유리)가 함침된 기공(pores)/간극(interstices)이 있는 독립형(freestanding) 무기 재료(예를 들면 마이카 폐이퍼(mica paper), 탄소 폐이퍼, 유리섬유 폐이퍼)에 의해 만들어진다. 하나의 실시예에서 플렉서블 기판은: (1) 독립형 무기 재료 공급하는 단계; (2) 함침제를 공급하는 단계; (3) 함침제와 독립형 무기재료 내 기공/틈을 함침하는 단계; 및 (4) 플렉서블 기판을 형성하기 위해 함침된 기공/틈에 독립형 무기 재료를 경화(curing)하는 단계에 의해 만들어진다. 플렉서블 표시장치 및 플렉서블 전기장치를 만들기 위해 상술한 플렉서블 기판이 일반적으로 사용된다.

대표도 - 도1



(72) 발명자

페흐르너, 프란시스 피

미국, 뉴욕 14830, 코닝, 83 이. 4스 스트리트

가드케리, 키셔 피

미국, 뉴욕 14814, 빅 플랫, 오차드 드라이브 15

가르너, 신 엠

미국, 뉴욕 14905, 엘미라, 포스터 에비뉴 415

퀘사다, 마크 에이

미국, 뉴욕 14945, 홀스헤드, 엠보로즈 드라이브 3

특허청구의 범위

청구항 1

함침된 무기 물질로써, 함침 물질로 함침된 간극(interstices)을 가진 독립형(freestanding) 무기물질을 포함하며, 상기 함침된 독립형 무기물질/함침 물질은 1000℃ 미만에서 경화/조직(fabricated) 될 때 300℃보다 큰 온도 용량을 가지는 것을 특징으로 하는 함침된 무기 물질.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 독립형 무기물질은

마이카 페이퍼;

흑연 페이퍼;

카본 나노튜브 페이퍼; 및

유리 섬유 페이퍼로부터 선택된 것임을 특징으로 하는 함침된 무기 물질.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 함침 물질은 실세스퀴옥산인 것임을 특징으로 하는 함침된 무기 물질.

청구항 4

제3항에 있어서,

상기 실세스퀴옥산은 $\text{RSiO}_3/2$ 이며, 상기 R은 유기 개량제(modifier)인 것임을 특징으로 하는 함침된 무기 물질.

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 함침 물질은 $\text{SiO}_2/\text{X}_{20}$ 의 중량비율(상기에서 X는 알칼리)이 1.6 내지 3.5인 알칼리 실리케이트 유리인 것임을 특징으로 하는 함침된 무기 물질.

청구항 6

제1항에 있어서,

상기 함침된 독립형 무기물질/함침 물질은 경화/조직(fabricated) 될 때 하나 이상의 다음과 같은 성질을 가지는 것임을 특징으로 하는 함침된 무기 물질.

두께 500 μm (최대);

CTE 20 ppm/℃(최대);

달성가능한 굴곡 반경(achievable bend radius) 5cm(최대); 및/또는

표면 조도(roughness) 0.5 μm (최대).

청구항 7

제6항에 있어서,

상기 함침된 독립형 무기물질/함침 물질은 경화/조직될 때 하나 이상의 다음과 같은 성질을 가지는 것임을 특징으로 하는 함침된 무기 물질.

밀도 1.3 g/cm³ 이상(최소); 및/또는

장력(tensile strength) 200MPa(최소).

청구항 8

제6항에 있어서,

상기 함침된 독립형 무기물질/함침 물질은 경화/조직(fabricated) 될 때 하나 이상의 다음과 같은 성질을 가지는 것임을 특징으로 하는 함침된 무기 물질.

산소 투과율 $1\text{cc}/\text{m}^2/\text{일}$ (최대) 미만; 및/또는

수증기 투과율 $1\text{g}/\text{m}^2/\text{일}$ (최대) 미만.

청구항 9

함침된 무기 물질을 제조하는 방법으로써, 상기 방법은

독립형 무기 물질을 제공하는 단계;

함침 물질을 제공하는 단계;

상기 독립형 무기 물질 내에 존재하는 복수의 공극을 상기 함침 물질로 함침시키는 단계; 및

상기 함침된 독립형 무기 물질을 상기 함침된 무기 물질을 형성하기 위해 경화시키는 단계, 상기에서 함침 및 경화 단계 동안 최대 온도는 1000°C 미만이며, 상기에서 경화후 함침된 무기 물질은 열 용량이 300°C 를 초과하는 것을 포함하는 함침된 무기 물질을 제조하는 방법.

청구항 10

제9항에 있어서,

상기 함침 단계는 상기 함침 물질을 상기 독립형 무기 물질위로 스프레이하는 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 함침된 무기 물질을 제조하는 방법.

청구항 11

제9항에 있어서,

상기 경화단계는 상기 함침된 독립형 무기물질을 2개의 핫 플레이트, 롤러 또는 플레이트 및 롤러의 조합사이로 압축(pressing)하는 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 함침된 무기 물질을 제조하는 방법.

청구항 12

제9항에 있어서,

상기 경화단계는 상기 함침된 독립형 무기물질을 단일 열 플레이트 또는 롤러 위에 두는 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 함침된 무기 물질을 제조하는 방법.

청구항 13

제9항에 있어서,

상기 경화단계는,

상기 함침된 독립형 무기물질을 서스펜딩(suspending) 하는 단계; 및

상기 서스펜딩된 함침된 독립형 무기물질을 가열하는 단계;

를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 함침된 무기 물질을 제조하는 방법.

청구항 14

제9항에 있어서,

상기 독립형 무기물질은,

마이카 페이퍼;

흑연 페이퍼;

카본 나노튜브 페이퍼; 및

유리 섬유 페이퍼로부터 선택된 것임을 특징으로 하는 함침된 무기 물질을 제조하는 방법.

청구항 15

제9항에 있어서,

상기 함침물질은,

일반식이 $\text{RSiO}_{3/2}$ 이며, 상기 R은 유기 개량제(modifier)인 실세스퀴옥산인 것임을 특징으로 하는 함침된 무기 물질을 제조하는 방법.

청구항 16

제9항에 있어서,

상기 함침물질은,

$\text{SiO}_2/\text{X}_2\text{O}$ 의 중량비율(상기에서 X는 알칼리)이 1.6 내지 3.5인 알칼리 실리케이트 유리인 것임을 특징으로 하는 함침된 무기 물질을 제조하는 방법.

청구항 17

제9항에 있어서,

경화된 상기 함침된 무기물질은 하나 이상의 다음과 같은 성질을 가지는 것임을 특징으로 하는 함침된 무기 물질을 제조하는 방법.

두께 $500\mu\text{m}$ (최대);

CTE $20\text{ ppm}/^\circ\text{C}$ (최대);

달성가능한 굴곡 반경(achievable bend radius) 5cm (최대); 및/또는

표면 조도(roughness) $0.5\mu\text{m}$ (최대)

청구항 18

제17항에 있어서,

경화된 상기 함침된 무기물질은 하나 이상의 다음과 같은 성질을 가지는 것임을 특징으로 하는 함침된 무기 물질을 제조하는 방법.

밀도 $1.3\text{ g}/\text{cm}^3$ 이상(최소); 및/또는

장력(tensile strength) 200MPa (최소).

청구항 19

제17항에 있어서,

경화된 상기 함침된 무기물질은 하나 이상의 다음과 같은 성질을 가지는 것임을 특징으로 하는 함침된 무기 물질을 제조하는 방법.

산소 투과율 $1\text{cc}/\text{m}^2/\text{일}$ (최대) 미만; 및/또는

수증기 투과율 $1\text{g}/\text{m}^2/\text{일}$ (최대) 미만.

청구항 20

제9항에 있어서,
상기 함침된 무기 물질은,
플렉서블 표시장치를 제조하는데 사용되는 것을 특징으로 하는 무기 물질을 제조하는 방법.

청구항 21

제9항에 있어서,
상기 함침된 무기 물질은,
플렉서블 전자장치를 제조하는데 사용되는 것을 특징으로 하는 무기 물질을 제조하는 방법.

청구항 22

함침물질로 함침된 간극을 갖는 독립형 무기 물질로서 상기 함침된 독립형 무기물질/함침 물질은 경화될 때 하나 이상의 다음과 같은 성질을 가지는 것임을 특징으로 하는 연성기판.

두께 500 μ m(최대);

CTE 20 ppm/ $^{\circ}$ C(최대);

달성가능한 굴곡 반경(achievable bend radius) 5cm(최대); 및/또는

표면 조도(roughness) 0.5 μ m(최대).

청구항 23

제22항에 있어서,
상기 함침된 독립형 무기물질은 경화될 때 하나 이상의 다음과 같은 성질을 가지는 것임을 특징으로 하는 연성기판.

밀도 1.3 g/cm³ 이상(최소); 및/또는

장력(tensile strength) 200MPa(최소).

청구항 24

제22항에 있어서,
상기 함침된 독립형 무기물질은 경화될 때 하나 이상의 다음과 같은 성질을 가지는 것임을 특징으로 하는 연성기판.

산소 투과율 1cc/m²/일(최대) 미만; 및/또는

수증기 투과율 1g/m²/일(최대) 미만.

청구항 25

제22항에 있어서,
상기 함침된 독립형 무기물질의 표면에 배치된 배리어 코팅/라미네이트(laminate)를 더 포함하는 것임을 특징으로 하는 연성기판.

청구항 26

제22항에 있어서,
상기 독립형 무기물질은
마이카 페이퍼;

흑연 페이퍼;
 카본 나노튜브 페이퍼; 및
 유리 섬유 페이퍼로부터 선택된 것임을 특징으로 연성기판.

청구항 27

제22항에 있어서,
 상기 함침된 물질은,
 일반식이 $RSiO_{3/2}$ 이며, 상기 R은 유기 개량제(modifier)인 실세스퀴옥산인 것임을 특징으로 하는 연성기판.

청구항 28

제22항에 있어서,
 상기 함침물질은,
 SiO_2/X_2O 의 중량비율(상기에서 X는 알칼리)이 1.6 내지 3.5인 알칼리 실리케이트 유리인 것임을 특징으로 하는 연성기판.

명세서

기술 분야

<1> 본 발명은 함침된(impregnated) 무기(inorganic) 재료 및 함침된 무기 재료 제조 방법과 연관된다. 하나의 실시예에 있어서, 함침된 무기 재료(플렉서블 기판(substrates), 함침된 무기 페이퍼)는 플렉서블(flexible) 표시장치 또는 플렉서블 전기장치를 만드는데 이용된다.

배경 기술

<2> 아래에 약어들이 정의되며, 이들 중 적어도 몇몇이 후술 되는 설명에서 참조 될 것이다.

- <3> AL 알루미늄(Aluminum)
- <4> CTE 열팽창 계수(Coefficient of Thermal Expansion)
- <5> IPA 아이소프로필 알콜(Isopropyl Alcohol)
- <6> ITO 인 주석 산화물(Indium Tin Oxide)
- <7> LCD 액정 표시장치(Liquid Crystal Display)
- <8> OLED 유기발광다이오드(Organic Light-Emitting Diode)
- <9> PC 폴리카보네이트(Polycarbonate)
- <10> PEN 폴리에틸렌 나프탈레이트(Polyethylene Naphthalate)
- <11> PES 폴리이소 술폰(Polyethersulfone)
- <12> RH 상대습도(Relative Humidity)
- <13> RFID 전파식별(Radio Frequency Identification)
- <14> SEM 주사 전자 현미경(Scanning Electron Microscopy)
- <15> UV 자외선(Ultra Violet)

<16> 오늘날, 플렉서블 표시장치(예를 들면, 전기영동(electrophoretic)표시장치, 콜레스테릭(cholesteric) 액정 표시장치, OLED 표시장치, LCD 표시장치) 및 플렉서블 전기장치(예를 들면, 태양광전지(photovoltaics), 태양전지(solar cells), RFIDs, 센서)와 관련되 어플리케이션에 내구성, 무게, 굴곡 반경(bend radius)이 향상된 저가의 플렉서블 기판이 요구된다. 예를 들면, 액티브 매트릭스 표시장치 제조에 적절한 치수안정성(dimensional

stability), 이상적인 CTE, 인성(toughness), 투명도, 열용량, 및 차단성(barrier property)/밀폐성(hermeticity)를 갖는 플렉서블 기판이 추구하고 있다. 최근 비충진(un-filled) 열가소성(PEN, PES, PC,...) 기판, 금속(스테인레스 스틸) 기판 및 얇은 유리 기판이 이러한 용도에 사용되고 있다. 그러나 플라스틱 기판은 그 자체로 빈약한 산소 및 수증기 차단성, 상대적으로 높은 CTE, 치수안정성, 열 극한(thermal limits), 및 화학 내구성이 문제된다. 한편, 금속 기판은 표면 거칠기(surface roughness), 불투명도, 및 전도성(conductivity)이 문제되고, 반면에 얇은 기판은 깨짐(brittle) 및 갈라짐(flaw)에 민감하여 굽힘과 절단 문제된다. 본 발명의 주요 목적은 플라스틱 기판, 금속 기판, 및 연속적인 얇은 기판의 성질과 비교할 때 물리적 성질의 향상을 가져오는 플렉서블 기판을 제공하는 것이다. 이러한 요구 및 그 밖의 요구들은 본 발명의 방법 및 플렉서블 기판에 의해 만족될 수 있다.

발명의 상세한 설명

<17> 여기에서 설명되는 플렉서블 기판은 특별한 함침제(예를 들면 $\text{SiO}_2/\text{X}_2\text{O}$ (여기서 X는 알칼리 Na, K 등)의 중량비가 1.6 내지 3.5인 실세스퀴옥산(silsesquioxane), 알칼리 실리케이트(silicate) 유리)가 함침된 기공(pores)/틈(interstices)이 있는 독립형(freestanding) 무기 재료(예를 들면 마이카 페이퍼(mica paper))에 의해 만들어진다. 하나의 실시예에서 플렉서블 기판은: (1) 독립형 무기 재료 공급하는 단계; (2) 함침제를 공급하는 단계; (3) 함침제와 독립형 무기재료 내 기공/틈을 함침하는 단계; 및 (4) 플렉서블 기판을 형성하기 위해 함침된 기공/틈에 독립형 무기 재료를 경화(curing)하는 단계에 의해 만들어진다. 플렉서블 표시장치 및 플렉서블 전기장치를 만들기 위해 플렉서블 기판이 일반적으로 사용된다.

실시예

<23> 도 1은 본 발명의 실시예에 따른 플렉서블 기판(100; 함침된 무기 재료)의 측면면도이다. 플렉서블 기판(100)은 특별한 함침제(106)가 함침된 틈/기공(104)을 갖는 독립형 무기 재료(102; 독립된 무기 페이퍼)를 포함한다. 바람직하게는, 플렉서블 기판(100)은 차단성 향상을 돕기 위해 차단 코팅(108)을 한쪽 또는 양쪽 표면에 가질 수 있다. 예를 들면, 차단 코팅(108)은 증착(deposited) 무기층(예를 들면 실리카(silica), 실리콘 나이트라이드(silicon nitride)...), 무기 복합층/유기층 스택(stack)(예를 들면 비텍스(Vitex) 시스템의 바릭스(BarixTM) 코팅...), 또는 연속적인 얇은 유기 시트(예를 들면 코닝의 마이크로시트)를 포함할 수 있다.

<24> 독립형 무기 재료(102)는 결정 또는 비결정 무기 재료로 구성된 입자(또는 섬유)의 조합이다. 예를 들면, 독립형 무기 재료(102)는 마이카 페이퍼(102), 그래파이트(graphite) 페이퍼(102), 탄소 나노튜브 페이퍼(102) 또는 유리 섬유 페이퍼(102)가 될 수 있다. 일반적으로 특정 용도에 사용되기 위해 선택된 독립형 무기 재료(102)의 타입은 예를 들면 물질 성분, 기계적 성질, 기공 부피, 입자 크기, 종횡비(aspect ratio), 및 광흡수성을 포함하는 특정한 물성에 기초한다. 또한, 독립형 무기 재료(102)의 종류는 플렉서블 전기장치(예를 들면 태양광전지, 태양전지, RFID, 센서) 또는 플렉서블 표시장치(전기영동 표시장치, 콜레스테릭(cholesteric) 액정 표시장치, OLED 표시장치, LCD 표시장치, 다른 능동 또는 수동 매트릭스 표시장치 및 구동회로)를 만드는 장치 종류에 기초하여 선택된다.

<25> 함침제(106)는 그것이 독립형 무기 재료(102) 내 기공/틈을 얼마나 잘 함침할 수 있는지에 일정부분 기초하여 선택된다. 예를 들면, 여기에서 설명된 독립형 무기 재료(102) 내 기공/틈(104)을 함침하는데 이용되는 두 가지 종류의 함침제는 칼륨 실리케이트 유리(106; 여기서 칼륨 실리케이트 유리는 $\text{SiO}_2/\text{K}_2\text{O}$ 의 중량비가 2.5이다) 및 졸(sol)-겔(gel) 실세스퀴옥산 물질(106)을 포함한다. 그러나, 독립형 무기 재료(102) 내 기공/틈(104)을 효과적으로 함침할 수 있다면, 다른 종류의 함침제가 대신 사용될 수 있다. 또한, 일부 함침제(106)는 바람직한 물성을 가진 플렉서블 기판(100)을 제조하여 그것이 플렉서블 표시장치 및/또는 플렉서블 전기장치를 제조하는데 사용될 수 있는지 없는지에 일정부분 기초하여 선택된다. 표 1은 플렉서블 표시장치 또는 플렉서블 전기장치를 만드는데 사용할 수 있는 대표적인 플렉서블 기판(100)에 의해 보여지는 바람직한 물성 리스트를 보여준다.

<26> 표 1

물성 / 파라미터	최저	최고
*열용량(<0.5% wt 1시간 후 상실한)(°C)	300	
**혼합물(composite) 제조(fabrication) 온도(°C)		1000
기판 CTE(ppm/°C)		20

기판 두께(um)		500
혼합물의 인장강도(MPa)	200	
산소(O ₂) 전달률(cc/m ² /day) (40℃ 및 상대습도90%에서 측정)		1
수증기 전달률(g/m ² /day) (40℃ 및 상대습도90%에서 측정)		1
혼합물 밀도(g/cm ³)	1.3	
굴곡 반경(cm) (파손 또는 영구적 뒤틀림 전에 최소 반지름이 달성가능***)		5
기판의 표면 거칠기(Ra)(um)		0.5

- <28> *300℃보다 높은 최소 기판 사용 온도는 폴리머 또는 실리콘에 의해 함침된 전형적인 상업용 무기 페이퍼(예를 들면 마이카 페이퍼를 접합한 미국 사미카(Samica) 4791-4 실리콘)에 의해 얻어질 수 없는 물성이다.
- <29> **1000℃보다 낮은 기판 제조 온도는 유리 용해(melt)공정 또는 전형적인 양극화(polarization) 공정과 같은 공정을 통한 전형적인 무기 혼합물에 의해 얻어질 수 없는 물성이다.
- <30> ***영구적 굽힘이 아닌 굽힘이 일어난 충진 기판은 편평한 상태(flat state)에서 일시적으로 굽혀진 것이다.
- <31> 하나의 실시예에서, 플렉서블 기판(100)은 독립형 마이카 페이퍼(102) 및 졸-겔 실세스퀴옥산 함침제(106)로부터 만들어진다. 실세스퀴옥산 함침제(106)는 다음과 같은(예를 들면) 다양한 이유에서 사용되기 위해 선택된다.
- <32> 1. 실세스퀴옥산 함침제(106)는 예비성형 마이카 페이퍼(102)의 기공/틈(104)에 효과적으로 스며들 수 있어 낮은 기공률/높은 무기 혼합물 플렉서블 기판(100)을 만들 수 있다.
- <33> 2. 실세스퀴옥산 함침제(106)는 저온 실리콘 또는 폴리머 함침제를 사용하는 경우에 비하여 고밀도 매트릭스를 가진 플렉서블 기판(100)을 만드는데 사용될 수 있다.
- <34> 3. 실세스퀴옥산 함침제(106)는 유기 함침제를 사용하는 경우보다 더 높은 열 용량을 가지는 플렉서블 기판(100)을 만든다.
- <35> 4. 실세스퀴옥산 함침제(106)는 실세스퀴옥산의 가수분해 레진(resin)을 만드는 공정이 가능하다. 실세스퀴옥산의 가수분해 레진(resin)은 최소화된 수축 및 최소화된 질량손실이 가능한 공정에서 마일드 열처리(mild thermally treatment)를 사용하여 열처리 될 수 있다. 이는 개방 기공률 또는 수축 결함을 최소화한다.
- <36> 5. 실세스퀴옥산 함침제(106)는 가시 스펙트럼의 $1.40 < n < 1.60$ 의 범위에서 변경가능한 굴절률(index of refraction)을 갖고, 유리 섬유 페이퍼와 같은 독립형 무기 재료(102)와의 광정합(optical match)을 활용할 수 있다.
- <37> 6. 실세스퀴옥산 함침제(106)는 유리와 같은 완전한 무기 함침제와 비교할 때 처리하기 쉽고, 낮은 모듈러스(modulus), 변형(strain) 공차(tolerance)를 갖는다.
- <38> 7. 실세스퀴옥산 함침제(106)는 대부분의 유기 폴리머 함침제와 비교할 때 더 향상된 열 내구성, 및 낮은 고온 다습(damp heat) 취약성(vulnerability)를 갖는다.
- <39> 8. 실세스퀴옥산 함침제(106)와 마이카 페이퍼(102)의 화합물은 바람직한 형상, 및 유연성, 열 내구성, 침투(permeation) 저항성 및 낮은 CTE와 같은 바람직한 물성을 갖는다.(표 1 참고)
- <40> 9. 실세스퀴옥산 함침제(106)는 유리(용융 공정으로부터의), 열분해(pyrolyzed) 탄소 또는 세라믹 함침제와 같은 다른 재료보다 낮은 공정 온도를 요구한다.
- <41> 평판 도파관(waveguide) 구조를 만드는데 원래 이용되는 실세스퀴옥산(106)의 성분예에 대한 자세한 논의는 이하 지정된 공동지정(co-assigned) 특허에 의해 제공된다.
- <42> ● 발명의 명칭 "광학적으로 전달가능한 접착제"의 미국특허 제4,991,493 호

<43> ● 발명의 명칭 "유기-무기 혼성 평판 광도파로 장치"의 미국특허 제6,144,795호

<44> ● 발명의 명칭 "광학요소로 형성된 광학섬유 성분 및 제조방법"의 미국특허 제6,488,414B1호

<45> ● 발명의 명칭 "유기-무기 혼성 평판 광도파로 장치"의 미국특허 제6,511,615B1호

<46> 이러한 특허의 내용들은 여기에 참조로 통합된다.

<47> 발명자들은 화합한 마이카 페이퍼(102)/실세스퀴옥산 함침제(106)를 테스트하였고, 플렉서블 표시장치에 플렉서블 기관(100)이 사용될 수 있는지 결정하기 위해 결과를 평가했다. 이러한 테스트 및 그 결과에 대한 논의는 도 2a 내지 도 2o와 함께 제공된다.

<48> 1. 실험

<49> 1A. 마이카 페이퍼(Mica Paper) 특성

<50> 상업적으로 이용가능한 두 마이카 페이퍼(102)(및 실세스퀴옥산 함침제(106))는 함침된 마이카 표시장치 재료(100)를 만드는데 사용된다. 두 마이카 페이퍼(102)는 USSamica사와 Cogebi사의 천연 마이카로 만들어지고 둘 다 과거에 전기 산업(예를 들면 커패시터 응용분야)에 절연막으로 전형적으로 사용되었다. 예를 들어, Cogebi사의 코게캡(Cogecap) 마이카 페이퍼는 소성(calcined) 백운모(muscovite) 천연 마이카로부터 형성된다. 이 두 마이카 페이퍼(102)의 기준 성질은 표 2에 표시된다.

<51> 표 2

성질	USSamica Inc paper(102)	Cogebi Inc. paper(102)
두께	~80u	~15u
투명도	매우 불투명 은색	반투명 회색
견고성	상대적으로 강함	다소 무름
취급 용이성	쉬움	자르거나 쉽게 찢기 다소 어려움
다공성	35%	35%

<53> 두 마이카 페이퍼(102)는 마이카 미립자 크기, 두께에 차이가 있고 결과적으로 취약성(fragility)에 차이를 나타낸다. 그러나 두 마이카 페이퍼(102)는 물에 노출되었을 때 빠르게 마이카 성분 조각으로 분해된다.

<54> 1B. 졸-겔 방법과 재료

<55> 실세스퀴옥산 물질(106)은 상업적으로 이용가능한 두 마이카 페이퍼(102)의 틈(104)을 함침하는데 사용되었다. 실세스퀴옥산 물질(106)은 일반식 $RSiO_{3/2}$ 으로 의해 특징 지워진다. 여기서 R은 유기 변형체로 단순 메틸, 에틸, 페닐에서부터 좀 더 복잡한 물질 그리고 메타아클리레이트, 에폭사이드, 복합물질 같은 반응성 유기족이다. 반응성 유기족의 선택에 의해 굴절률은 변화하고, 함침된 유기 페이퍼(100)의 열화학적 내구성을 최적화할 수 있다. 실세스퀴옥산 물질(106)은 화학적으로 실리카와 실리콘의 사이에 들어가고 중간체 물성을 가진다. 실록산 네트워크는 3개의 Si-O-Si 고리를 갖는 변형된 테트라헤드라(tetrahedra)를 만들기 때문에, 실세스퀴옥산 물질(106)의 밀도는 상대적으로 높다. 이것은 실리콘 함침 물질보다 더 나은 침투 특성을 유도한다. 일반적으로 실세스퀴옥산 물질(106)의 측정된 밀도는 구성 물질에 따라 1.3 내지 1.4 g/cm^3 이다. 게다가, 실세스퀴옥산 물질(106)은 최소의 수축/부피 손실로 경화될 수 있고, 이것은 곧 마이카 페이퍼(102) 내에서 작은 크기의 구멍(104)을 함침하는데 적합하다는 것을 뜻한다.

<56> 처음에, 마이카 페이퍼(102)/실세스퀴옥산 물질(106) 사이의 열 내구성 및 굴절률의 매치는 결과로서 생기는 플렉서블 기관(100)에 중요한 인자였고, 여기서 열 내구성은 고분자 함침 물질과 기본적으로 차이를 나타나게 하고, 굴절률은 플렉서블 기관(100) 투명성을 가능하게 한다. 메틸과 페닐 실세스퀴옥산 조합 전구체(precursor)가 선택되었으며, 따라서 열내구성은 두 물질 모두 350℃를 넘을 수 있고, 실세스퀴옥산(106)의 굴절률은 화합물에 치환되는 페닐의 비율의 증가에 따라 1.4에서 1.6 까지 변화할 수 있다.

<57> 한 실험에서, 폴리디메틸실록산, (평균 물질량(MW)~450AMU), 메틸트리에톡시실란, 페닐트리에톡시실란, 및 페닐트리플루오로실란/HF이 전구체로 사용된다. 처리 순서는 완전한 가수 분해, 건조 후 부분적으로 응축한 점성있

는 수지를 형성하기 위해 금속-유기 알콕사이드와 물의 반응을 포함한다. 그리고 수지는 이소프로판올에 다시 녹여지고 실세스퀴옥산 물질(106)의 최종 용액은 마이카 페이퍼(102)를 함침하기 위해 사용된다. 이어서 함침된 마이카 페이퍼(102)의 이소프로판올이 건조되고 이후 열경화성 수지가 경화된다.

<58> 특히, 실세스퀴옥산(106)의 합성은 다음과 같이 이루어진다: 약 0.035몰의 총 알콕시실레인을 물 0.039몰과 HF(48% 용액) 0.012몰과 섞는다. 원한다면, HF와 페닐트리에톡시실레인은 페닐트리플루오로실레인 0.022몰로 바꿀 수 있다. 페닐 대 메틸로 기능화된 실록산(methyl functionlized siloxane)의 비율은 실세스퀴옥산 물질(106)이 다음 식에 따른 목표 굴절률을 갖도록 조정되었다: $n=1.41+1.9*(\text{mole\%페닐})$ (자세한 식은 표 3에 설명). 알콕사이드, 물, HF 혼합물은 70℃에서 균일하고 맑을 때까지 흔들어 주었으며 70 내지 80℃에서 숙성되었다. 이 과정은 전구체의 가수분해를 개시시키고 결과적으로 깨끗한 유체용액 또는 졸을 만들었다. 깨끗한 졸의 표본은 열린 비커에 놓여졌고 밤새 건조시켰다. 이 과정은 축합도를 높이고 용매가 없는 무색의 투명 내지 불투명한(clear-to-hazy) 시럽 생성물을 만들었다. 스프레이를 위해 수지는 이소프로판올에 재용해되고 그것은 전형적으로 50%의 중량분율(weight fraction)을 갖는다. 결과적인 실세스퀴옥산(106) 용액은 유체이고 투명하였다.

<59> 표 3

구성성분	#1	#2	#3	#4
PDMS	0.22	0.22	0.18	-
MTES	3.31	3.31	4.16	-
PTES	4.07	3.36	0.972	8.14
H2O	0.7	0.7	0.63	0.9
HF	0.5	-	-	0.5
PTFS	-	0.365	0.365	-
지수(index)	1.50	1.49	1.45	1.60

모든 양의 단위는 그램. PDMS=폴리디메틸실록산, MTES=메틸트리톡시실레인, PTES=페닐트리톡시실레인, PTFS=페닐트리플루오로실레인, HF=48%HF용액

<61> 2. 결과와 토의

<62> 2A. 공정 개발

<63> 실세스퀴옥산(106)을 상업용 마이카 페이퍼(102)에 함침시키는 과정은 두 단계로 이루어진다: (1) 다공성 마이카 페이퍼(102)에 실세스퀴옥산(106)을 졸로 함침/충전하는 단계; (2) 고밀도 플렉서블 기판(100)을 형성하기 위해서 실세스퀴옥산(106) 졸을 경화하는 단계. 이 목표는 마이카 페이퍼(102)를 함침하는 동안 에어 포켓의 포획(entrapment of air pockets)을 피하고 고품질의 표면조직(surface texture)을 얻기 위한 것이다. 마이카 페이퍼(102) 2" x 2" 표본을 사용하여 다양한 실험이 수행되었다.

<64> 마이카 페이퍼 함침

<65> 실세스퀴옥산(106) 졸에 마이카 페이퍼(102)를 단일하게 섞기 위해서, 소형의 분무기가 사용되었고 이것은 미세한 미스트를 형성하여 마이카 페이퍼(102)의 양면에 스며들게 하였다. 균일한 스프레이를 생성하기 위해, 약 30 초에 걸쳐서 ~0.2그램의 졸 실세스퀴옥산(106)을 전달하도록 분무기에 주입되는 유량계와 시린지 펌프를 조정하였다. 이것은 2" x 2" 마이카 페이퍼(102)의 편리한 처리를 가능하게 하였다. 이 실험에서 사용된 처음 분무기는 Burgener Inc. 에서 만든 "Mira mist PEEK" 분무기이다. 이후에, Texas Scientific Products에서 제조된 특별한 석영 분무기가 Mira mist PEEK 분무기보다 더 견고하기 때문에 사용되었다. 페이퍼 위에 스프레이 패턴을 만들기 위해 이소프로필 알콜과 함께 질소의 다양한 유속이 실험되었다. 2리터/분(slp) 유량이 더 고르고/통제된 분무를 제공한다는 것이 나타났다.

<66> 마이카 페이퍼를 함침하기 위해 필요한 실세스퀴옥산 수지(106)의 양은 함침된 마이카 페이퍼와 함침되지 않은 마이카 페이퍼(102)의 농도 비에서 계산되었다. USSamica와 Cogebi 마이카 페이퍼(102)에서 구멍(104)를 함침하기 위해서는 약 30 ~ 35% 중량비의 실세스퀴옥산(106)이 필요하다. 만약에 표본 마이카 페이퍼(102)를 너무 작은 양의 실세스퀴옥산(106)으로 처리하면, 플렉서블 기판(100)은 감소된 투명도, 유연성, 인성을 나타낼 것이다. 너무 많은 양의 졸 실세스퀴옥산(106)을 사용하는 경우는, 특별한 처리 방법에 의존하는 표면포화 또는 플래쉬(flash) 현상을 일으킨다. 분무 과정 후, 함침/충전된 마이카 페이퍼(102)는 공기 중에서 건조되었고, 이는 점착 표면을 남긴다.

- <67> 다른 방법으로, 실록산/알콜 용액 사용 전에 먼저 가수분해 과정을 거치고 마이카 페이퍼(102)를 함침시킬 수 있다. 그 후, 손상없이 마이카 페이퍼를 포화시키기 위해 다음과 같은 과정이 사용될 수 있다.
- <68> 1. 실록산/알콜 용액의 얇은(~150um 내지 250um) 액체 필름에 마이카 페이퍼 필름의 선절단된 평면 영역을 근접시킨 유리기관 상의 영역을 프리-플러드(pre-flood)한다.
- <69> 2. 마이카 페이퍼(102) 표본을 실록산/알콜 용액의 플로 “플로팅 접촉(floating contact)”시키며, 마이카 페이퍼(102)로 실록산 알콜 용액이 들어가거나 통과될 때 침전이 일어난다.
- <70> 3. 상온에서 모세관 침투를 통해 실록산/알콜 용액을 완전히 흡수하기 위해서 적절한 시간(2 ~ 4분)을 준다.
- <71> 4. 초과 알콜을 제거하기 위해서 10분간 60~100℃에서 필름/기관을 프리베이킹한다.
- <72> 5. 선급기한 필름/기관을 고온 배출 오븐으로 옮기고 실록산 경화반응의 일부 완성을 위해 표본을 150℃에서 20 내지 30분간 굽는다. 본 단계에서 윤활층 역할을 하는 부분 경화된 실록산 물질의 얇은 층에 의해 충전 된 필름/기관은 기관으로부터 제거될 수 있다.
- <73> 6. 충전 된 필름/기관을 경화한다.
- <74> 노트1. 마이카 또는 무기 페이퍼(102)를 함침 및 경화시키기 위해 연속처리기술이 사용될 수 있다. 예를 들어, 이것은 마이카 또는 다른 무기 페이퍼(102)가 함침 물질(106)으로 포화된 이후, 열처리(필요하다면)로 압축을 하는 롤대롤(roll-to-roll) 공정을 포함할 수 있다.
- <75> 노트2. 마이카 또는 무기 페이퍼(102)에서 함침 물질(106)의 다중(multiple) 함침 또는 다중 함침 물질(106)이 구멍(104)을 완전히 충전을 보증하기 위해 수행될 수 있다. 게다가, 함침과 최종 경화 또는 다중 경화 사이에 중간 건조 공정이 더 포함될 수 있다.
- <76> 노트3. 마이카 또는 무기 페이퍼(102)의 구멍(104)을 채우는 다른 방법이 사용될 수 있다. 예를 들어, 마이카 페이퍼(102)는 기체를 제거하기 위해 진공 처리된 이후, 진공상태에서 함침 물질(106) 용액에 담가질 수 있다. 후속하는 대기압의 벤팅(venting)은 함침 물질(106)을 더욱 구멍(104)로 침투하게 한다.
- <77> 함침된 마이카 페이퍼의 경화 처리(Cure Processing of Impregnated Mica Papers)
- <78> 초기 마이카 페이퍼(102)에 적정량의 졸 실세스퀴옥산(106)이 함침되면, 졸 실세스퀴옥산(106)을 탄성폼(elastic form)으로 경화하는 열처리 단계가 수행되었다. 여기서, 주 목적은 함침된 마이카 페이퍼(102)의 밀도를 최대로 하면서, 실세스퀴옥산 매트릭스(silsesquioxane matrix; 106)를 완전히 경화시키는 것이다. 다른 주 목적은 높은 품질 표면을 갖는 함침된 마이카 페이퍼(102)를 생산하는 것이다. 세 가지 다른 경화방법이 여기서 논의되고, 그 중의 어떠한 것도 함침된 마이카 페이퍼(102)를 경화하는데 사용될 수 있다. 경화 방법은 다음을 포함한다: (1) 두 개의 고온 플레이트 사이에 함침된 마이카 페이퍼(102)를 압축하는 단계; (2) 진공상태에서 싱글 평판 플레이트 상에 함침된 마이카 페이퍼(102)를 지지하는 단계; 및 (3) 진공상태 내에서 매달려 있는(suspended)(걸려 있는(hanging)) 함침된 마이카 페이퍼(102)를 경화하는 단계. 이러한 경화 방법들은 온도가 10분에서 30분 동안에 140℃로 상승하고, 그 후로 250℃로 상승하여 10분에서 60분간 지속되는 동일한 전형적인 경화 계획에 의해 모두 수행되었다.
- <79> 압축 테이프 방법(Pressed Tape Method)
- <80> 본 방법에서, 수지가 포화된 마이카 페이퍼(resin saturated mica paper; 102)는 두 개의 평판 플레이트 사이에 배치되어 500 파운드에서 2700 파운드 사이의 압력으로 압축되었다. 압력의 적용은 두 가지 면에서 유용하다. 첫째는 마이카 페이퍼(102) 내에서 졸 실세스퀴옥산(106)의 컴팩션(compaction)이 제어될 수 있는 것이고, 둘째는 표면 품질이 기껏해야 플레이트의 표면 거칠기를 복제할 수 있는 것이다. 단단한 프레스 표면과 소프트한 프레스 표면 모두 본 발명에 사용되었다. PDMS(예를 들어, 실가드(Sylgard; 184))와 같은 소프트한 프레스 표면은 수지가 포화된 마이카 페이퍼(102)로부터 떨어질 수 있다. 그러나 소프트한 프레스 표면은 얇게 경화된(consolidated) 마이카 페이퍼(102b)를 찢거나, 때때로 찢어진다. 반대로 단단한 프레스 표면은 경화된 마이카 페이퍼(102)가 플레이트 사이로부터 제거될 수 있도록 본질적으로 우수한 박리 표면(release surface)을 가지는 것이 필요하다.
- <81> 택일적으로, 도 2a에 도시된 것처럼, 함침된 마이카 페이퍼(102)는 가열된 플레튼 프레스(platen press)(Carver)(200)를 사용하여 가압될 수 있다. 가열된 플레튼 프레스(200)는 그곳 사이에서 함침된 마이카 페이퍼(102)를 가압하는 사용되는 한 쌍의 프레스(202a, 202b)를 구비한다. 본 실시예에서, 각각의 프레스

(202a, 202b)는 적층 캡톤 필름(stacked kapton film; 204a, 204b), 알루미늄 포일(aluminum foil; 206a, 206b), 및 알루미늄 블록(aluminum block; 208a, 208b)으로 제조된다(서로 분리되게 도시됨). 가열된 플랫 프레스(200)는 다양한 시간, 온도, 및 압력 조합을 조사하면서 함침된 마이카 페이퍼(102)의 표본을 가압하는데 사용된다. 예를 들어, 두 온도 (200℃와 235℃)와 420초 이상의 시간이 함침된 마이카 페이퍼(102) 표본을 압축하는 동안 조사되었다.

<82> 지지 박형 테이프 방법(Supported Thin Tape Method)

<83> 압력 없이 경화(consolidation)의 평행 경로를 추구하는 동안, 수지가 포화된 마이카 페이퍼(102)의 두 개의 플레이트 고온 가압에 대한 공정 개발이 진행되었다. 본 방법에서, 경화 공정은 수지가 포화된 마이카 페이퍼(102)를 실리콘 패드 상에 배치한 후, 상술한 열처리 계획에 따라 경화함으로써, 수지가 포화된 마이카 페이퍼(102)의 압력을 제거하도록 수정되었다. 본 발명은 수지가 포화된 마이카 페이퍼(102)의 찢어짐(tearing)을 효과적으로 방지한다.

<84> 걸이 박형 테이프 방법(Hanging Thin Tape Method)

<85> 본 방법에서, 함침 및 경화 단계에서 마이카 페이퍼(102)를 매달고 지지하기 위한 템플릿(template)이 개발되었다. 전형적인 템플릿은 내구성이 강한(heavy duty) 알루미늄 포일의 접힘부(folded piece)에 마이카 페이퍼(102)의 윤곽을 트레이싱(tracing) 함으로써 제조된다. 그 후, 트레이스 구역(traced area)은 제거되며, 마이카 페이퍼(102)는 테이프 조각과 함께 템플릿 내부에 설치된다. 그 후, 템플릿은 상부를 따라 밀봉되며, 바인더 칩(binder chip)과 함께 링 스탠드(ring stand)에 매달려진다. 그 후, 마이카 테이프(102)는 졸 실세스퀴옥산(106)과 함께 분사되며, 상술한 열 처리 계획에 따라 경화된다. 원한다면, 가열은 기공(pore; 104)의 함침 품질을 높이기 위해서 진공 오븐 안에서 진공상태로 수행될 수 있다. 비록, 템플릿이 마이카 페이퍼(102)의 작은 구역을 커버하고(covered) 이러한 구역들이 취급되지 않기 때문에 그 모서리부가 종종 제거되는 것이 요구되지만, 본 방법은 가장 투명하고 균일한 함침된 마이카 페이퍼(102)를 생산한다. 본 특정 방법은 실행이 상대적으로 쉬우며 우수한 결과를 낸다.

<86> 2B. 함침된 마이카 페이퍼의 결과 및 물성(Results and Properties of Impregnated Mica Papers)

<87> 시각적 및 미시적 특징(Visual and microscopic character)

<88> 두꺼운 USSamica 마이카 페이퍼(102)는 반경 5cm의 튜브 주위에 쉽게 싸여지고 꽤 깨끗하지만, 페이퍼(102)를 통한 물체의 상이 왜곡되는 광산란(optical scattering)을 갖는 함침된 마이카 페이퍼(100)를 생산한다. 얇은 Cogebi 마이카 페이퍼(102)는 5mm의 곡률 반경 주위를 감싸기에 충분한 유연성을 가지는 더 투명하고 유연한 생산물을 생산한다. 더욱이, Cogebi 마이카 페이퍼(102)는 USSamica 마이카 페이퍼(102)와 비교했을 때 광산란에 기인한 왜곡이 상당히 적다. 도 2b는 그것들에 실세스퀴옥산(106)을 함침/충전(filling) 전후의 두 개의 마이카 페이퍼(102)를 비교한 것이다. 함침되지 않은 USSamica 마이카 페이퍼(102a)와 함침된 USSamica 마이카 페이퍼(102a')는 왼쪽 사진의 표지 위에 나타나 있다. 함침되지 않은 Cogebi 마이카 페이퍼(102b)와 함침된 Cogebi 마이카 페이퍼(102b')는 오른쪽 사진의 같은 표지 위에 나타나 있다.

<89> 단면 전자 현미경 관찰(Cross Section Electron Microscopy)

<90> 두 개의 함침된 마이카 페이퍼(102)의 연마 단면의 SEM 현미경 사진이 도 2c(함침된 USSamica 마이카 페이퍼(102a'))와 도 2d(함침된 Cogebi 마이카 페이퍼(102b'))에 나타나 있다. 일반적으로, SEM 현미경 사진은 함침된 마이카 페이퍼(102a', 102b')가 주로 평행 시트(밝은 명함으로 도시됨)로 향하는 마이카의 라미나 북(laminar book)으로 구성되는 것을 나타낸다. 그것들은 또한 졸-겔(sol-gel) 실세스퀴옥산(106)이 더 작은 층간 공간(inter-laminar space) 뿐만 아니라, 더 큰 내부 층간 보이드(void) 공간과 다양한 유형의 기공 구조를 차지하는 것을 나타낸다. 볼 수 있는 바와 같이, 함침된 USSamica 마이카 페이퍼(102a')는 함침된 Cogebi 마이카 페이퍼(102b')보다 더 큰 구조, 더 큰 마이카 소형판(platelet)과 더 큰 층간 보이드 공간을 가지는 것을 나타낸다. 가장 중요한 것은, SEM 현미경 사진이 기공(104)을 함침하기 위해 사용된 경화 방법이 꽤 효과적이고, 혼합물 구조(102a', 102b')가 밀집되었다는 것을 나타낸다는 것이다. 사실, 휘발, 가스배출 또는 수축에 의해 생기는 보이드는 SEM 현미경 사진에서 나타나지 않았다.

<91> 표면 SEM(Surface SEM)

<92> 함침되지 않은 USSamica 마이카 페이퍼(102a)(왼쪽 사진)와 함침된 USSamica 마이카 페이퍼(102a')(오른쪽 사진)의 표면은 도 2e의 250X SEM 현미경 사진에 나타나 있다. 그리고, 함침되지 않은 Cogebi 마이카 페이퍼

(102b)(왼쪽 사진)와 합침된 Cogebi 마이카 페이퍼(102b')(오른쪽 사진)의 표면은 그림2f의 250X SEM 현미경 사진에 나타나 있다. 볼 수 있는 것처럼, 합침되지 않은 USSamica 마이카 페이퍼(102a)는 큰 마이카 북의 오버래핑(overlapping) 플레이트에 의해 특징지어진다. 사실, 합침된 USSamica 마이카 페이퍼(102a')가 대체로 합침하지 않은 마이카 페이퍼(102a)와 경화된 실세스퀴옥산(106)과 같은 표면 조성을 가지는 반면에, 균열(crevices)은 10's 미크론 깊이에서 나타나는 것으로 보인다. 실세스퀴옥산(106)은 마이카 페이퍼(102a)에서 가장 깊은 공극에서 합침되는 것으로 나타나지만, 그 표면은 여전히 이질적이고(heterogeneous) 상당한 표면 거칠기를 보인다. 반대로, Cogebi 마이카 페이퍼(102b)는 덜 광범위하게 중첩된 입자의 결과로 덜 조밀하다. 합침된 Cogebi 마이카 페이퍼(102b')은 좀 더 치밀하고(subtle), 실세스퀴옥산(106)은 마이카 페이퍼(102b)의 상부 표면에 격리되게(in island)게 놓일 뿐만 아니라, 입자와 함께 붙는 것(gluing)으로 보여질 수 있다. 본 테스트에 사용된 단순한 압축 및 경화 방법은 미세하게 평탄화된 표면(finely planarized surface)을 제공할 때보다 마이카 조각(mica flakes) 사이의 합침된 큰 공간에 더 효율적이다.

<93> 표면 품질-간섭(Surface Quality-Interferometry)

<94> 어느 디스플레이 기관(100)의 표면 조직은 표면 위에 전자(electron)의 후처리 증착(deposition)을 지지할 수 있어야 한다. 예를 들어, 실리콘 증착 공정은 전자 성분이 10nm 이내(<10nm)의 거칠기를 갖는 표면에 증착되는 것이 요구된다. 본 실험에서, 합침된 마이카 페이퍼(102a', 102b')의 표면 거칠기는 WYCO 간섭계에 의해 측정되었다. 도 2g 및 도 2h는 두 실리콘 플레이트 사이에서 가압이 수행된 침투(infiltration) 및 경화(consolidation) 전후의 USSamica 마이카 페이퍼(102a, 102a')의 표면 맵(surface map)이다. 볼 수 있는 것처럼, 표면구조는 피크-대-밸리(peak-to-valley)의 높이가 합침 전에 15미크론이고, 합침 후에 8미크론인 마이카 조각에 의해 지배된다. 그러나, 실세스퀴옥산(106)은 도 2e의 SEM 사진에 나타나듯이 더 높은 파장 거칠기를 감소시킨다. 도 2i와 2j는 논-스틱(non-stick) 알루미늄 포일과 논-스틱 알루미늄 포일이 박리제로 사용된 두 개의 평판 플레이트 사이에서 경화된 합침된 USSamica 마이카 페이퍼(102a')의 표면 거칠기를 비교한 것이다. 합침된 USSamica 마이카 페이퍼(102a')의 표면 구조는 거의 포일의 표면구조와 흡사하며, 단단한 프레스 표면이 입체배좌적(conformational) 표면대로 마이카 입자와 레진이 이동시킬 수 있는 것을 나타낸다. 사실, 엠보싱(embossing)이 복잡해서 상표명을 나타내기 위해 사용된 포일에 15미크론으로 찍힌 점의 정렬은 합침된 USSamica 마이카 페이퍼(102a')의 표면에 복제된다. 합침된 USSamica 마이카 페이퍼(102a')의 거칠기 평균값은 300nm이내(~300nm)이거나 a-Si 증착에 필요한 것보다 30배 크다. 이 높은 복제성의 엠보싱 능력은 경화하는 동안 평탄한(smooth) 엠보싱 방법을 사용하기 위해 높은 표면 품질을 만족시킬 수 있는 다른 방법이 있다는 것을 제시한다. 이 평탄화 처리는 연속 압연, 정압 또는 다른 엠보싱/평탄화 방법에 뒤따르는 추가적인 실세스퀴옥산 적용 과정을 포함한다. 게다가, 추가적인 실세스퀴옥산(106)의 평탄화 층은 특별한 용도에 요구되는 표면 거칠기를 달성하기 위해 마이카 페이퍼(102)를 충전하는데 적용될 수 있다.

<95> 경화의 기계적 평가(Mechanical Evaluation of Cure)

<96> 충전된 마이카 페이퍼(102)의 표본이 압력하에서 가열되고 경화되면, 경화 진도를 감지하는 비파괴방법이 패키지 파괴를 결정하기 위해 요구된다. 표본의 파괴없이 합침된 마이카 페이퍼(102)의 합성 표본의 경화 양을 측정하기 위해 수행된 방법은 도 2k에 도시된 것처럼 캔틸레버 빔 기하학 구조(cantilever beam geometric configuration; 210)를 사용하여 묘사되었다. 볼 수 있는 것처럼, 합침된 마이카 페이퍼(102)의 표본은 하나의 단부가 지지부/벽(210)에 부착되고, 다른 단부가 저울추(weight; 212)에 부착된다. 본 테스트는 하중 하에서 합침된 마이카 페이퍼(102)가 굽힘 정도를 측정하는 탄성변형(fB)을 결정한다. 탄성변형(fB)은 다음과 같이 정의된다.

<97>
$$f_B = (F \cdot L^3) / 3 \cdot (1 / (EI))$$

<98> 여기서, F=합침된 마이카 페이퍼(102)의 팁(tip)에 작용하는 힘

<99> L=합침된 마이카 페이퍼(102)의 길이

<100> E=탄성률

<101> I=단면 관성 모멘트

<102> (E*I)는 합침된 마이카 페이퍼(102)의 강성도.

<103> 볼 수 있는 것처럼, 합침된 마이카 페이퍼(102)의 변형은 합침된 마이카 페이퍼(102)의 강성도에 반비례한다.

이 관계는 다음과 같이 표현될 수 있다.

<104> $f_B \propto 1/\text{강성도}$

<105> 함침된 마이카 페이퍼(102)가 경화됨에 따라, 강성도는 증가하고 따라서 변형은 경화도에 반비례한다. 이 관계는 다음과 같이 표현될 수 있다.

<106> $f_B \propto 1/\text{경화도}$

<107> 적용된 중량 하중에 의한 휨의 측정으로 다양한 온도에서 함침된 마이카 페이퍼(102)의 4가지 표본의 f_B 대 경화시간 곡선이 도 21에 도시된다. 이 연구에서 표본은 질량 = 6.452그램의 5cm x 5cm 이었다. 휨 정도는 표본에서 거의 비틀림없이 균일하였다.

<108> 이 도면에서, 200℃에서 경화시킨 함침된 마이카 페이퍼(102)의 두 표본이 처음에는 원래의 휨에서 다소의 증가를 보이거나 긴 시간이 지난 후에는 약간의 감소를 나타내는 것을 밝혀졌다. 따라서 낮은 온도에서 경화된 두 표본의 휨의 전체 변화는(처음부터 최종 시간 t) 약 0이다. 그러나, 235℃에서 경화된 다른 두 함침된 마이카 페이퍼(102)의 표본은 경화 시간이 늘어남에 따라 일정한 감소를 나타낸다. 여기서 전체 휨의 변화는 200초 내지 400초의 경화 시간 후에 실질적으로 6 mm 내지 10 mm였다.

<109> 이 분석을 쉽게 하기 위해, 다음을 따라 두 온도에서 강성도의 %변화(ΔEI) 대 시간의 마스터 곡선(master curve)을 그렸다.(도 2m에 나온 그래프 참조)

<110> $\% \Delta EI = ((EI_t - EI_0) / EI_0) * 100\% = ((f_{B_0} / f_{B_t}) - 1) * 100\%$

<111> 여기서 EI_t =시간 t 에서 강성도 변화

<112> EI_0 =시간 0에서 초기 강성도

<113> f_{B_0} =시간 0에서 초기 휨

<114> f_{B_t} =시간 t 에서 휨

<115> 도 2m의 그래프로부터, 420초까지의 경화시간 동안 낮은 경화온도에서(200℃)는 근본적으로 변화가 없다(또는 거의 없다)는 것을 알 수 있다. 한편, 높은 경화 온도(235℃)에서는 함침된 마이카 페이퍼(102) 표본의 강성도가 경화시간이 지남에 따라 증가하는 것을 알 수 있다. 이 두 곡선의 기울기의 비교는 235℃에서의 반응속도(강성도 증가)가 200℃에서 반응속도의 약 7배라는 것을 나타낸다.

<116> 광흡수 분광기(Optical Absorption Spectroscopy)

<117> 함침된 마이카 페이퍼(102a', 102b')는 Hewlett Packard 8453 분석계를 사용하여 300 내지 100 마이크로미터의 분광범위에 걸쳐 광흡수가 평가되었다. Hewlett Packard 8453 분석계는 전자기 스펙트럼의 가시영역 및 UV에서 광을 흡수할 때 분자의 전자 전이(transition)를 탐침함으로써 작동한다. 이 실험은 전체 전달을 최대화 하는 것 뿐만 아니라 전달 디스플레이 성분으로 가시영역에서 특정한 흡수 피크에 의해 색이 나누어지는 것을 최소화하는 바람직하기 때문에 수행된다. 그러나 기관에서 광산란은 OLED 광추출이나 다른 목적으로 유익할 수 있다. 이 실험을 수행하기 위해서, 함침된 마이카 페이퍼(102a')(80마이크론 두께) 및 함침된 Cogebi 마이카 페이퍼(102b')(15마이크론 두께)가 분광계로부터 5cm에 표본 용기에 채워졌다. 이 실험에서 사용된 실세스퀴옥산(106)은 표 3에 나와 있듯이 조성#1을 가지고 있다. 스펙트럼은 도 2n에 나와 있다.

<118> 보여지듯이, 스펙트럼은 600 및 800 nm 부근의 작은 흡수 뿐만 아니라 UV에서 청색까지의 흡수 꼬리를 보인다. 좀더 중요한 것은 얇은 Cogebi 마이카 페이퍼(102b')에서 변이(transmission) 15% 아래, USSamica 마이카 페이퍼(102a') 경우 3% 아래에서 전체 감쇠가 꽤 높다는 것이다. 그리고 두께를 표준화 했을 때 함침된 마이카 페이퍼(102a', 102b') 사이의 감쇠는 거의 같다. 도 2o는 적분구 검출기를 장착한 Hitachi UV/VIS 분광기를 사용하여 함침된 Cogebi 마이카 페이퍼(102b')에서 흡수실험을 반복하여 측정한 표본(102a', 102b')의 광산란 영향을 나타낸다. 이 실험에서 도면 상부 측정은 적분구 검출기로 얻어졌고 하부 측정은 표준 투과 검출 장치로 얻어졌다. 이 실험은 함침된 Cogebi 마이카 페이퍼(102b') 뒤에서 산란되는 빛을 잡기 위해 설계되었고 따라서 감쇠는 전방 산란, 반사 손실, 및 흡수에 의한 것이다. 도 2o에서 보여지듯이 UV꼬리로부터 강한 흡수는 청색에 변이에 영향을 주나 전체 변이는 여전히 80% 정도이다. 산란은 광로 내의 다중 굴절률 디퍼런셜로부터 일어난다고 여겨진다. 불행히도, 표본 혼합 마이카 페이퍼(102b')는 완전히 조정(tune)되지 않아서 실세스퀴옥산(106)과 마

이카 페이퍼(102)는 같은 굴절률을 가지고 결과적으로 광산란을 일으키는 많은 반사 계면(reflective interfaces)을 가지게 된다.

<119> 열 팽창(Thermal Expansion)

<120> 도 2p의 그래프는 동적 기계적 분석기(Dynamic Mechanical analyzer)로 측정된 함침된 USSamica마이카 페이퍼(102a')의 팽창 거동을 보여준다. 이 실험에서 함침된 USSamica마이카 페이퍼(102a')의 2 x 2 cm 크기 조각이 20℃ 내지 30℃ 범위에 걸쳐서 치수의 변화를 측정하였다. 가열곡선(214)과 냉각 곡선(216) 모두에서 선형응답이 나타났고 히스테리시스는 나타나지 않았다. 이것은 함침된 USSamica마이카 페이퍼(102a')가 측정하는 동안 컴팩트(compact)하지 않았다는 것을 말한다. 이는 치수 안정성을 나타낸다. 곡선(202, 204)의 기울기로부터, 팽창계수의 값은 7ppm/℃로 계산되었다.

<121> 이 특별한 함침된 USSamica마이카 페이퍼(102a')의 CTE는 무기 실세스퀴옥산(106)의 팽창에 의해 결정됨으로 실리콘층에 대한 팽창 패널티는 3ppm/℃이다(실리콘은 4ppm/℃의 팽창을 가짐). 반대로 대부분의 고분자 기판은 2ppm/℃ 이내의 범위에서 높은 팽창으로 특징지어진다. 따라서 200℃에서 통상적인 고분자 기판에 올려진 무정형 실리콘 생성물물에 추정된 압력은 함침된 USSamica마이카 페이퍼(102a') 위에서 300℃에서 이루어졌을 때보다 3.5배 크다(이는 모듈러스 차이를 무시하고 고분자 필름과 함침된 마이카 페이퍼(102a') 각각에 대한 비례하는 $\Delta CTE \cdot \Delta T$ 값을 계산하여 산출됨: 고분자기판은 $[200-40] \cdot 80$, 마이카 페이퍼(102a')는 $[70-40] \cdot 280$).

<122> 헬륨 침투(Helium Permeation)

<123> 헬륨 침투는 혼합/함침된 마이카 페이퍼(102a', 102b') 시트를 고정물에 놓고 한쪽 면을 헬륨으로 압축하고 다른 면은 진공처리하면서 측정되었다. 표본 혼합 마이카 페이퍼(102a', 102b')를 통과하는 헬륨은 잔류기체분석기를 통해 측정되었다. 이 측정에 앞서, 혼합/함침된 마이카 페이퍼(102a', 102b')의 표본은 거의 완전 퍼징(purging)을 위해 약 14시간 동안 진공처리 되었다. 상대적인 침투 거동은 헬륨 투과 전에 시간을 측정함으로써 계산되어 졌다. 실제로는, 이것은 헬륨은 더 큰 확산도를 가지기 때문에 더 빠른 평가가 가능하다는 생각에서 산소와 물의 침투에 대한 대체 측정이었다.

<124> 도 2q는 플렉서블 표시장치에 사용될 수 있는 여러 종류의 물질에 관해 측정된 헬륨 유동을 나타낸다. 전통적인 토파트(Topaz) 고분자 기판은 다른 고분자계와 비교했을 때 상대적으로 낮은 확산도를 가진다고 알려진 고분자이다. USSamica 마이카 페이퍼(102a')와 Cogebi 마이카 페이퍼(102b')의 총 4가지 표본의 전체에 헬륨 유동 측정은 75 마이크론 두께의 전통적인 코닝 0211 마이크로시트 유리 기판을 사용한 측정을 통해 그려졌다. 이러한 종류의 확산도 측정에서, 유동은 확산도에 비례하고 두께에 반비례한다는 것이 이해되어 진다. 이러한 측정은 가장 얇은 15 마이크론 두께의 두 개의 Cogebi 마이카 페이퍼(102b')와 80마이크론(USSamica 마이카 페이퍼(102a'))에서부터 500 마이크론(토파즈 고분자 기판)까지의 두께 범위의 다른 표본에 대해 수행되었다. 이 측정은 얇은 표본을 통과하는 헬륨의 속도(시간당 헬륨 신호의 초기 기울기에 의해 나타남)와 정상상태 유동이라는 두 가지 관점에서 특히 중요하다. 유사한 표본에 대해서, 이러한 값은 다른 것에 관계되나, 비유사한 표본의 각각의 값은 정성적(qualitatively)으로 실험될 필요가 있다. 결과적으로 함침된 마이카 페이퍼(102a', 102b')는 낮은 확산도 마이크로시트 유리 기판과 다소 침투성인 고분자 기판 사이의 중도를 갖는다. 한 경우에, 표본 USSamica 마이카 페이퍼(102a'; 혼합물 A)는 대략 마이크로시트 유리 기판과 근사한 매우 낮은 헬륨유동을 보인다. 다른 경우에는 표본 USSamica 마이카 페이퍼(102a'; 혼합물 B)와 두 Cogebi 마이카 페이퍼(102b')는 보다 실질적인 헬륨유동을 가지나, 표본 마이카 페이퍼(102a', 102b')가 Topaz 고분자 기판보다 6 내지 33배 얇음에도 불구하고 그것은 토파즈 고분자 유동의 1/10th 보다 크지 않다.

<125> 도 2r은 여러 함침된 마이카 페이퍼(102a', 102b')의 상대적인 헬륨 침투의 시간함수로서의 그래프이다. 보여지듯이, 압축된 마이카 페이퍼(102a', 102b'; 5배 얇은)의 거동은 높은 투과도의 USSamica 마이카 페이퍼(102b') (도 2q에 나온 혼합물B)와 유사하다. 게다가, Cogebi 함침된 마이카 페이퍼(102b')를 300℃에서 10시간 동안 숙성은 약 6배수의 유동을 증가시킨다. 참조: 만약에 이 실험에서 사용된 낮은 지수(index)의 실세스퀴옥산(106)을 높은 지수의 실세스퀴옥산(106)으로 바꾼다면 유동은 약 2배수로 감소할 것이다.

<126> 침투 실험의 정성적인 평가 동안 보여진 실험된 혼합 함침 마이카 페이퍼(102a', 102b')의 거동은 근본적으로 토파즈 고분자 기판(폴리프로필렌 기판보다 적어도 한 자리수(an order of magnitude; 10배 이상) 큰) 보다 낮은 투과율을 가진다. 그러나 궁극의 성능은 혼합 함침된 마이카 페이퍼(102a', 102b')의 특정한 처리에 따라 결정되는 것으로 보여진다. 예를 들어, 투과는 흡에 민감하며, 실험된 마이카 페이퍼(102a', 102b')에서 변화(variation)는 불완전하게 최적화된 처리에 의한 것이다. 사실 더 나아간 실험에서는 함침된 마이카 페이퍼

(102)의 헬륨 투과속도는 기관의 표면 거칠기에 영향을 받는데, 이것은 실험장치에서 기관과 비스톤(Viston) 가스킷 사이의 틈을 통한 표본 함침된 마이카 페이퍼(102) 주변을 침투하게 한다. 여러 복제는 USSamica 마이카 페이퍼(102a') 혼합물 A와 이와 유사한 혼합 기관에 대해 얻어진 성능을 묘사한다. 다양한 실세스퀴옥산(106)의 침투 속도는 알려져 있지 않으나(실리콘 및 고분자와 비교하였을 때 높은 네트워크 구조를 가지기 때문에), 이것이 확실히 나은 투과 저항을 가진다는 것은 놀라운 것이 아니다.

<127> 열 중량 분석법에 의한 열 내구성(Thermal Durability by Thermo Gravimetric Analysis)

<128> 이 실험에서, 열 중량 분석방법은 부분적으로 경화된 Cogebi 함침된 마이카 페이퍼(102b')에서 수행되었다. Cogebi 마이카 페이퍼(102b')의 여러 표본은 실세스퀴옥산(106)과 같이 분무 함침되었고 실험 전에 1시간 동안 135℃도까지 선경화(pre-cure) 되었다. 도 2s는 20℃ 내지 1000℃ 온도 범위에서 열중량 결과를 나타내는 그래프이고 여기서 260℃, 537℃와 600℃ 이상에서 질량 손실이 집중되어 일어났다. 보여지듯이, 부분적으로 경화된 마이카 페이퍼(102b')는 전체 수행 동안 10%의 질량 손실을 보인다. 실세스퀴옥산(106)은 표본 무게의 약 30%를 차지하기 때문에, 전체 손실 무게는 유기족을 태우는 것에서 나온다는 가정 하에서 이것은 함침 물질(106)에서 약 30% 질량 손실과 연계된다. 그래프에서 차동 트레이스(differential trace)는 질량손실이 세 부분에서 일어나는 것을 나타낸다.

<129> 1. 표본이 완전히 경화된으로써 물의 제거에 해당하는 200℃ 내지 300℃ 사이에서 약 2% 손실됨. 표본은 초기 수분제거로 이 온도에서 열적으로 안정할 것으로 예상된다.

<130> 2. 실세스퀴옥산(106)의 기지상(matrix phase)으로부터 메틸 및 페닐족의 분해에 기인하여 400℃ 내지 700℃ 사이에서 약 6 내지 7%손실됨.

<131> 3. 실세스퀴옥산(106)의 지속적인 산화 또는 마이카 페이퍼(102)의 탈수에 의해 700℃ 이상에서 약 0.5 내지 1% 손실됨.

<132> 이러한 결과는 혼합 함침된 마이카 페이퍼(102a', 102b')는 네트워크를 완전 압축(condense)하기 위해서 250℃에서 처리되어야 하고 400℃도 근처의 온도에서 처리될 수도 있다는 것을 말한다.

<133> 열 노화에 의한 열 SEM 내구성(Thermal SEM Durability by Thermal Aging)

<134> 135℃도에서 16분 동안 경화하고 다시 180℃에서 10분간의 경화를 시킨 함침된 USSamica 마이카 페이퍼(102a')와 함침된 Cogebi 마이카 페이퍼(102b')의 표본에 열적 내구성 실험이 수행되었다. 선경화된 함침 마이카 페이퍼(102a', 102b')는 다른 온도에서 다양한 시간 동안 전기로에서 노화되었다. 열처리 전후에 관찰된 함침된 마이카 페이퍼(102a', 102b')의 질량이 관찰되었다. 게다가, 변색 혹은 조직변화 열처리 전후에 관찰되었다. 이 실험의 결과는 표 4와 5에 나타나있다.

<135> 표4(USSamica 마이카페이퍼 102a')

실험	초기무게	최종무게	%손실/증가	비고
85/85 24시간	.2317	.2316	-.04%	색 변화없음.수포 없음. 좀 더 딱딱한 조직. 처리하지 않은표본처럼 변화지 않은 취성
85/85 1주일	.2198	.2182	-0.7%	색 변화없음.수포없음. 85/85 24시간보다 딱딱한 조직. 취성 변화 없음
200℃ 10시간	.2522	.2499	-0.9%	색 변화없음.수포없음. 조직은 더 딱딱함. 약간 작은 취성
250℃ 10시간	.2101	.2085	-0.8%	색 변화없음.중앙에 작은 수포. 조직은 200/10시간 보다 약간 더 딱딱함. 200/10시간과 같은 취성

300℃ 1시간	.2484	.2450	-1.4%	색 변화없음. 표본의1/2에 다소의 작은수포. 200/10시 간과 같은강성도.200/10시 간보다 큰 취성
300℃ 10시간	.2500	.2467	-1.3%	색 변화없음. 표본의1/2에 다소의 작고 중간크기의수포. 300/1시간보다 더 딱 딱하고 작은 취성
RT H ₂ O 24시간 침액	.2067	.2075	+0.4%	처리하지 않은 표본 과같음
100° H ₂ O 4시간 침액	.2581	.2602	+0.8%	색 변화없음. 부드러 운 조직. 열분해없이 휘기 어렵고 유연성 거의 없음. 60℃에서 2시간의 가열후 표 본의 무게는 .2582그 램

<137> *사용된 특별한 실세스퀴옥산(106)은 표 3의 구성 1을 가진다.

<138> 표5(Cogebi 마이카페이퍼 102b')

<139>

실험	초기무게	최종무게	%손실/증가	비고
85/85 24시간	0.0832	0.0827	-0.6%	또는 특정되지 않은 표본에 비해 투명도, 조직 변화 없음.
85/85 1주일	.0799	.0795	-0.5%	투명도 변화 없음. 특정되지 않은 표본보 다 더 큰 강성도와 취성
200° 10시간	.0781	.0768	-1.7%	투명도 변화 없음. 약간 큰 강성도와 취 성
250° 10시간	.0917	.0895	-2.5%	투명도 변화 없 음. 약간 큰 강성 도와 취성
300° 1시간	.0812	.0798	-1.7%	투명도 변화 없 음. 더 단단한 조직. 취성 변화 없음
300° 10시간	.0946	.0923	-2.4%	투명도 변화 없 음. 더 단단한 조직. 취성 증가
350° 10시간	.0868	.0839	-3.3%	투명도 변화 없 음. 점차적으로 더 단단한 조직. 취성은 300도/1시간과 같음
400° 10시간	.0848	.0811	-4.4%	투명도 변화 없 음. 400도/10시간 보 다 단단함. 취성은 300도/10시간과 같음
450° 10시간	.0860	.0803	-6.6%	투명도 변화없음. 매 우 단단함. 취성은 300도/10시간과 같음
500° 10시간	.0845	.0811	-4.0%	약간 어두움. 처리되 지 않음 표본보다 더 반사적.450도/10시 간만큼 강성/취성

550° 10시간	.0905	.0844	-6.8%	매우 어둡고 얼룩덜룩함. 문자를 잘 읽을 수있음. 매우 큰 강성과 취성. 압력하에서 깨짐.
800° 10시간	.0802	.0725	-9.6%	회색, 꼬여진 폐잎, 문자 읽기 어려움. 매우 단단하고 깨지기 쉬우나 쉽게 휘어짐
RT H ₂ O 24시간 침액	0.0851	0.0867	+1.9%	투명도, 조직, 취성 변화 없음
100° H ₂ O 4시간 침액	.0806	.0824	+2.2%	투명도 변화 없음. RT표본보다 약간 무른조직, 깨지기 쉬움.

<140>

*사용된 특별한 실세스퀴옥산 106은 표3의 구성1을 가진다.

<141>

함침된 마이카 페이퍼(102a', 102b')의 표본이 완전히 경화되지 않았다는 것을 고려하면, 유한 조건(milder condition)-물에 담그기, 85/85, 최대 10시간 동안 300℃까지에서 노출 하에서의 거동은 상당히 좋았다.

<142>

화학적 내구성(Chemical Durability)

<143>

화학적 내구성 실험은 1차로 45분간 150℃와 30분간 180℃에서 경화하고 경화된 함침 마이카 페이퍼(102a', 102b')를 연속적인 화학노출을 시키는 것으로 함침된 마이카 페이퍼(102a', 102b')의 두 종류에 대하여 이루어 졌다. 반도체 장치의 적용에서 발생할 수 있는 다른 종류의 처리 환경을 실험하기 위해 다른 노출이 선택되었다.

<144>

화학적 저항성 고찰(Chemical Resistance Studies)

<145>

얇은 Cogebi 함침 마이카 페이퍼(102b'; 사용된 특별한 실세스퀴옥산(106)은 표 3의 구성 #1을 가진다)의 여러 표본은 1시간 동안 화학 처리 매트릭스에 노출되어 졌다. 표본은 1시간 동안 60℃ 오븐에서 건조되었고 무게를 재측정하고, 외형과 조직의 변화를 관찰하였다. 게다가, 이런 방식으로 처리되지 않고 대신에 아세톤과 이소프로필 알콜로 처리되고 무게를 재측정하기 전에 1시간 동안 공기 건조시킨 두 개의 얇은 Cogebi 함침 마이카 페이퍼(102b')도 있다. 이 실험의 결과는 표 6에 나와 있다.

<146>

표6

<147>

화학처리	질량변화	외관	조직
ITO etch	-1.64%	변화없음	변화없음
AI etch	+7.38%	변화없음	더 유연하고 부드러움
1M KOH	-10.95%	다소 어두운	두꺼움
아세톤	-5.49%	변화없음	변화없음
IPA	-0.68%	변화없음	변화없음
Photoresist stripper	-18.85%	어두운, 다소 불투명, 변색	거치고 건조하고 덜 유연함
Photoresist developer	-6.29%	다소 어두움	거칠고 두꺼움

<148>

참조:

<149>

ITO=v/v 18.5% HCL; 4.5% HNO₃; 77% H₂O 부피비

<150>

AI=v/v 64% H₃PO₄; 8% HNO₃; 10% CH₃COOH 부피비

<151>

포토레지스트 스트리퍼=쉬플리 마이크로 포짓 리무버(Shipley Microposit Remover) 1165

<152>

포토레지스터 디벨로퍼=쉬플리 마이크로 포짓 351 디벨로퍼

<153>

보여지듯이, 염기 노출(base exposure)에서 내구성은 질량손실과 표본 Cogebi 마이카 페이퍼(102b')의 분해를 야기한다. 이것은 얇은 Cogebi 마이카 페이퍼(102b)에서 1차 마이카 상(primary mica phase)의 낮은 내구성에

의한 것이다. 반대로, 강한 포스페이트(phosphate) 산이 매트릭스의 연화(softening)를 일으키지만 산성과 유기 노출에서는 심하지 않다.

<154> 다른 다공성 형태가 실세스퀴옥산 기본 혼합을 위한 시작 재료로 사용될 수 있다. 다음의 예는 플렉서블 물질(100)을 만들기 위해 앞서 언급한 처리가 무기 혼합물과 공극물의 양과 형상 모두에서 다공성 무기 형상을 넓게 둘러쌀 수 있다는 것을 증명한다. 예를 들어, 플렉서블 테이프(100)은 실세스퀴옥산(106)을 상업적으로 가능한 니폰 시트 글래스(Nippon Sheet Glass) 페이퍼(TGP-010)으로 함침함으로써 준비되어 졌다. 이 실험은 다소 고밀도의 마이카 페이퍼(102; 위에서 언급한)로부터 다공성의 유리 섬유 페이퍼(후술하는)까지 처리 가능량의 일반성을 표시하기 위해 수행되었다. 이 실험은 충전된 다공성 유리 섬유 페이퍼(100)의 물성이 무기 충전물(fill)/형상(form)과 같은 파라미터에 어떻게 영향을 받는지를 증명한다. 이 실험에서, 사용한 TGP010 페이퍼(102)는 90% 이상의 공극률을 가지는 쉼(chopped) 섬유에 의해 밀려난다. 실세스퀴옥산 수지(106)의 목표 함침 부피를 설정하기 위해 페이퍼(102)의 표본을 자르고 무게를 재었다. 최종 경화된 혼합물(100)의 목표 무게는 페이퍼(102)에서 기공(104)를 채우기 위해 필요한 실세스퀴옥산 수지(106)의 양을 나타내는 본래의 섬유 페이퍼(102)의 매트(mat) 무게의 8.2배이다.

<155> 다음으로, 실세스퀴옥산 수지(106)의 필요한 양은 표 3에서 일반식 2로 구해졌다. 실세스퀴옥산 수지(106)는 밤새 건조되었고 무게를 측정하였다. 그리고 실세스퀴옥산 수지(106)는 일반식의 준비된 질량의 0.914배로 희석되어 졌다. 페이퍼(102)는 적절한 수지 대 유리 섬유의 비율을 제공하기 위해 섬유매트의 그램당 19.4그램의 희석된 실세스퀴옥산 수지가 투입되었다. 페이퍼는 매우 부서지기 쉽기 때문에, 페이퍼(102)는 세터(setter)에 의해 지지되는 동안 졸(106)은 페이퍼(102)로 흡수된다. 두 번의 투약절차가 필요한데, 각각 정해진 부피의 희석 수지(106)의 약 반만 사용하고 12시간 동안 상온에서 건조한다. 이후 충전된 페이퍼(102)는 진공 오븐에서 200℃에서 10분 동안 선경화되고 이는 점착성의 연성 테이프를 남긴다.

<156> 최종 경화 및 표면 형성을 위해, 고온압축방법이 사용되고 여기서 충전된 테이프(102)가 각 층이 하나의 알루미늄 박 테일 층과 폴리이미이드 필름 층으로 구성된 방출(release) 패키지의 두 개의 층 사이에 배치된다. 조리된 패키지는 카버(Carver) 압축기의 평행한 열 압반(hot platen) 사이에 놓여지고, 250℃에서 1 내지 2분간 평형(equilibrate)을 유지하도록 한다. 이후, 약 100 내지 1000파운드 또는 전형적으로 100에서 200psi의 압력이 압반에 가해졌고 패키지는 250℃에서 30분간 압력 하에 유지된다. 이후 압력은 해제되고 방출패키지는 냉각된다. 유리 섬유 충전된 수지(100; 무색의 다소 반투명한 테이프(100))는 알루미늄 포일과 캡톤(Kapton) 필름으로부터 박리된다. 이러한 패키지에서, 알루미늄 포일 표면은 상대적으로 무르고 캡톤 표면은 압축 처리 동안 거칠어짐을 방지한다. 선택적인 고온 압축 패키지의 선택사항은 다음을 포함한다. (1) 양쪽 표면에 전류한 페이퍼 구조를 더 유지하는 두 캡톤 층 사용함, 또는 (2) 알루미늄 포일에서 지역별 두께의 차이에 의해 전체 압력을 받지 않고 이에 따라 매끄러운(smooth) 표면에 완전히 부합하지 않는 테이프(102)의 부분을 유도하도록 두 층의 포일을 사용함.

<157> 도 2t는 절단면에서 잘 분산된 낮은 유리섬유 단편(fraction)을 보이는 결과적인 충전 테이프(100)의 SEM을 나타낸다. 이러한 유리 섬유는 실세스퀴옥산(106)의 어두운 매트릭스에서 백색으로 나타난다. 혼합물 테이프(100)는 유연하고, 7mm 원통에 여러번 감아도(bend) 견뎌낼 수 있다. 광흡수 실험은 유리 섬유(102)와 실세스퀴옥산(106)의 굴절률의 미스매치에서 생기는 산란손실과 스펙트럼상의 중립 색을 보여준다. CTE는 잘린 섬유에 의한 작은 혼합 효과와 실세스퀴옥산(106)의 팽창을 반영하여 25 내지 30ppm/℃에 놓이도록 측정되었다.

<158> 다른 실시예에서는, 탄소 나노튜브 페이퍼(102)가 플렉서블 충전 혼합물(100)의 다른 형태를 서술하기 위해 사용되었다. 이 실험에서, 실세스퀴옥산(106) 구성은 표 3에서 일반식 2로 준비되어 졌다. 밤새 건조한 후, 실세스퀴옥산 수지(106)은 탄소 페이퍼와 같이 140℃에서 10분간 가열되었다. 탄소 나노튜브 페이퍼 디스크(102)는 진공상태에서 5분간 졸(106)에 띄워졌고 시스템을 벤팅한 후 페이퍼(102)는 뒤집어 졌고 진공처리가 반복되었다. 시스템을 벤팅한 이후 페이퍼(102)는 실세스퀴옥산(106)의 경화를 완료하기 위해 진공에서 1시간 동안 250℃에서 가열되는 동안 진공 오븐에서 수직으로 유지되어 졌다. 온도가 올라가는 동안 실세스퀴옥산 수지(106)의 일부가 탄소 페이퍼(102)에서 빼내졌다. 경화 후, 결과적인 검정 테이프(100)는 가죽과 유사하고, 연성이었다(페이퍼(102)는 원래 0.035 그램이고 이 처리후에는 0.498그램이다).

<159> 또 다른 구현에서는, 규산칼륨이 마이카 페이퍼(102)를 충전하기 위한 함침 물질(106)으로 사용되었다. 한 실험에서, USSamica 마이카 페이퍼(102)는 중량비 2.5인 SiO₂/K₂O의 규산칼륨의 물에 29%의 고체용액으로 함침되었다(참조:PQ사는 카실(Kasil) 생산라인에서 다양한 종류의 규산칼륨을 제공한다). 용액은 표본 USSamica 마이카 페이퍼(102a')의 표면에 적용되고 흡수되도록 한다. 표본 USSamica 마이카 페이퍼(102a')는 상온에서 밤새 공기

건조되고 이후 150℃ 오븐에서 건조된다. 형성된 유리 표면에 마이카 페이퍼(102)를 부착하기 위해, 솔질에 이은 규산칼륨 용액(106)이 적용되는 유리의 일면에 마이카 페이퍼(102)를 붙임(sticking)을 통해 규산칼륨 용액(106)이 얇은 필름으로 유리에 적용된다. 이후, 표본 USSamica 마이카 페이퍼(102a')는 건조되고 경화된다. 이것은 틈 또는 보이드(void)를 포함하는 무기 물질의 함침이 가능한 다른 방법과 물질의 예이다. 처리 단계는 이러한 종류의 혼합물을 제조하기 위해 요구되는 처리 공정은 1000℃ 미만의 온도에서 가공되고 5cm 미만의 만곡 반경(bend radii)을 가지고 300℃ 이상에서 견뎌낼 수 있는 혼합물을 제공한다. 원한다면, 화학적인 배치, 함침 물질의 기계적, 화학적 내구성을 변경하거나, 부분 구성을 바꾸기 위해 여러 추가적인 과정이 수행될 수 있다.

<160> 다른 상업적으로 이용가능한 함침 물질은 Gelest에서 HardSil AP라는 상표명으로 판매된다. 이 함침 물질은 360℃까지 열적 용량(capability)을 가지는 경화 폴리실세스퀴옥산 T-수지이다.

<161> 결론(Conclusions)

<162> 표시장치 기술의 경향은 비용감소와 새로운 형태 요소가 미래에 점차적으로 중요해질 것을 말한다. 예를 들어, 플렉서블 기관(102)의 롤이 일련의 연속적인 공정 스테이션을 지나감으로써 제조 효율을 높이는 표시장치의 릴-투-릴식의 처리는 중요한 비용감소 방법으로 여겨진다. 플렉서블 기관(102)이 인장 응력이 가해진 지름 30cm 롤러 주위에서 휘어짐을 견딜 수 있는 능력은 최종성능을 위해 요구되는 다른 물질의 모든 물성에 요구사항이 된다. 게다가, 합리적인 거칠기를 유지하면서 쉽게 최종 표시장치를 자를 수 있는 것은 중요하다. 또한, 플렉서블 표시장치의 새로운 형태는 표시장치의 비활성상태에서 지름이 2cm 미만인 롤인 스크롤 형에 표시장치를 저장하도록 계획되어 있다. 또한, 이 대단한 연성은 화상처리의 기능을 위해 필요한 다른 물성에 추가적인 요구사항이다(표 3 참조). 미래 기술을 지원하기 위해, 어레이가 증가하는 표시장치 기술이, OLED, 전기영동, 콜레스테릭 액정, 실리콘 기술을 포함하여, 전달과 반사 시스템 설계, 그리고 비활성과 활성 매트릭스 전자공학에서 발전되고 있다. 결과적으로 플렉서블 기관(100)이 가지는 다음 물성의 몇몇 조합이 중요해질 것으로 생각된다.: (1) <30, <5, <1 또는 <0.5 cm 반경에 연속적인 휨이 가능한 연성; (2) a-Si 처리 또는 다른 일렉트로닉(electronic)이 가능한 >300℃, >350℃ 또는 >400℃의 열 내구성; (3)투명성; (4) 기체나 물에 대해 낮은 투과성; (5) <20, <10, 또는 <7ppm/℃의 낮은 팽창률 ; (6) 반도체 공정 유체에 대해 화학적 내구성; (7) 85℃/85% RH와 같d1 사용하기 어려운 조건에서 안정성; (8) <0.5, <0.3 m 또는 <0.1 마이크론 값의 표면 거칠기(Ra); (9) <1000℃, <600℃ 또는 <300℃의 혼합제조온도 ; (10) >1.3g/cm³, >1.6g/cm³, >2g/cm³의 밀도; (11) >200MPa의 인장 강도; (12) <1cc/m²/day, <0.05cc/m²/day, <0.001cc/m²/day(최대)의 산소전달속도(oxygen transmission rate); 및 (13) <1g/m²/day, <0.05g/m²/day, <0.001g/m²/day(최대)의 기액변화속도(water vapor transition rate). 보여지듯이, 여기에서 설명된 일반적인 플렉서블 기관(100)은 뛰어난 물성을 가진다:

<163> ● CTE=7ppm/℃, 고분자 기관보다 Si에 더 적합함

<164> ● 고분자 기관보다 낮고(100 내지 1000배; by a 2 - 3 order of magnitude) 코닝 마이크로시트(Corning Microsheet) 유리 기관보다는 높은 He 투과성

<165> ● USSamica 마이카 페이퍼(102a')에 대해서 약 5cm, 얇은 Cogebi 마이카 페이퍼(102b')에 대해서 약 5mm의 굴곡 반경 용량(Bend radius capability)

<166> ● 질량 손실이나 압축 작용없이 350℃까지 열적 안정성

<167> ● 1주일이 넘는 기간 동안 85℃/상대습도 85%에서 노화(aging)에 의한 영향 없음

<168> ● 용제(solvents)에 좋은 화학적 내구성

<169> ● <500℃의 혼합 제조 온도

<170> 도 3은 본 발명의 다른 실시예에 따라 유리 기관(300)에 보호 코팅으로 사용되는 플렉서블 기관(100; 함침된 무기 물질(100))의 측면에서 본 단면도이다. 예를 들어, 유리 기관(300)은 50 내지 100 마이크론 두께이고, 보호되지 않은 표면에서 형성되는 전자기기(예, OLED, 반도체, RFID)를 가진다. 이러한 응용에서, 유리 기관(300)은 전체 방벽 성능을 제공할 것이고 플렉서블 기관(100)은 스크래치 저항을 제공할 것이다. 특히, 플렉서블 기관(100)의 무기 입자는 결점(defect)이 유리 기관(300)의 표면으로 전파되는 것을 제지할 수 있다. 그리고 플렉서블 기관(100)의 무기입자는 펀처링(puncturing) 물체의 힘을 교란함으로써 유리 기관(300)을 보호할 수 있다.

<171> 이 개념을 설명하기 위해, 두 개의 함침 되지 않은 마이카 페이퍼(102)를 각각 다른 물질-규산칼륨 유리(106; 예, SiO2/K2O 질량비 2.5의 규산칼륨 유리)와 졸-겔 실세스퀴옥산(106)을 사용하여 Eagle 유리 기관(Corning

Inc 제품)에 붙였다. 두 경우에, 각각의 접착 작용제(106)가 마이카 페이퍼(102)를 함침하고 경화과정 후에 유리 기판(300)의 표면에 마이카 입자가 붙는다.

<172> 다른 실험에서, 함침되지 않은 상업적으로 사용가능한 마이카 페이퍼(102)는 규산칼륨(potassium silicate) 유리(106)를 사용하여 75 um의 코닝(Corning) 0211 마이크로시트(Microsheet) 유리 기판(300)에 적층되어졌다. 이후, 링-온-링(ring-on-ring) 길이 측정이 마이크로시트 유리 기판(100/300)에 적층된 마이카 페이퍼에 수행되었다. 또한 동일한 구성(300, 100/300)의 2개의 다른 표본 집합은 샌드페이퍼로 연마되어졌다. 만약 존재하는 경우 적층된 씌워진 마이카 페이퍼를 가진 표본 표면에 마모가 일어났다. 세 표본의 집합(300, 100/300)은 장력(tension) 하에서 마모면(존재하는 경우)에 강도실험이 수행된다. 도 4는 이러한 표본 집합(300, 100/300)을 깨기 위해 필요한 평균 하중(힘)을 비교한 그래프이다. 마모 및 비마모 적층 표본(100/300)의 실험은 비슷한 하중의 실패를 나았다. 그러나 베어(bare) 마모된 유리(300)의 실험은 더 낮은 하중 실패를 보였다.

<173> 다음은 이 발명의 장점, 특징과 이용이다.

<174> 1. 플렉서블 기판(100)은 오늘날 사용되고 있는 전통적인 고분자 기판보다 향상된 CTE, 열 용량, 산소와 물 차단효과, 기계적 안정성을 제공한다. 이러한 모든 물성은 최종 응용뿐만 아니라 제조공정에서도 이익을 제공한다. 게다가, 이 설계에서 기판 물질은 다른 고분자 기판과 비교하여 낮은 산소와 물 투과를 가지기 때문에 낮은 성능/낮은 비용 베리어층(108)의 사용을 가능하게 한다.

<175> 2. 플렉서블 기판(100)은 효과적으로 기판의 내구성, 수명, 베리어층의 마이크로 크래킹(micro-cracking)에 대한 저항과 생산성(포토리소그래피를 통해)을 개선시키는 증가된 치수 안정성을 가진다.

<176> 3. 얇은 유리 기판(300)에 플렉서블 기판(100)을 적층하는 것은 보호되지 않은 얇은 유리 기판과 비교하였을 때 내구성과 스크래치 저항을 향상시킨다.

<177> 4. 플렉서블 기판(100)은 향상된 기계적 내구성을 가지고, 특히 어떤 표면과 가장자리에 존재 가능한 흠의 증식에 의한 파손을 방지한다. 이 결과 잠재적으로 기계적 내구성 또는 달성가능한 굴곡반경의 근본적인 감소 없이 사용될 수 있는 저비용 절삭 방법을 제공할 수 있다.

산업상 이용 가능성

<178> 본 발명에 따른 플렉서블 기판이 플렉서블 표시장치 및 플렉서블 전기장치를 만들기 위해 일반적으로 사용될 수 있다.

도면의 간단한 설명

<18> 첨부된 도면과 함께 후술하는 상세한 설명에 의해 본 발명을 보다 명확하게 이해할 수 있을 것이다.

<19> 도 1은 본 발명에 따라 플렉서블 전기장치 또는 플렉서블 표시장치를 만들기 위해 이용되는 플렉서블 기판(함침된 무기 재료)의 측 단면도이다.

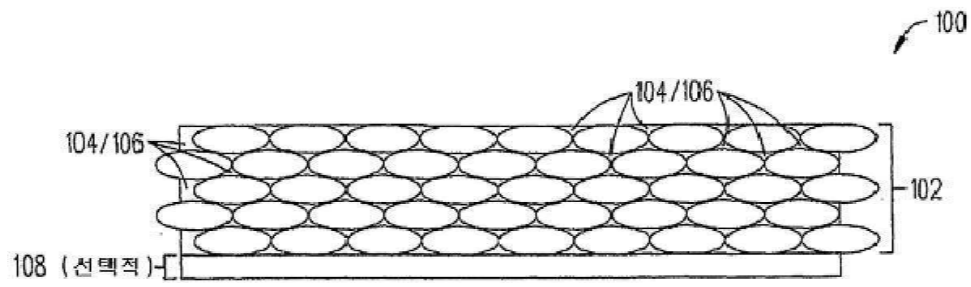
<20> 도 2a 내지 도 2t는 본 발명에 따라 만들어진 몇몇의 대표적인 플렉서블 기판을 평가하기 위해 수행된 다양한 실험결과를 나타낸 다양한 사진과 그래프를 보여준다.;

<21> 도 3은 본 발명에 따른 유리 기판 위 보호 코팅으로써 사용되는 플렉서블 기판(함침된 무기재료)의 측단면도이다.

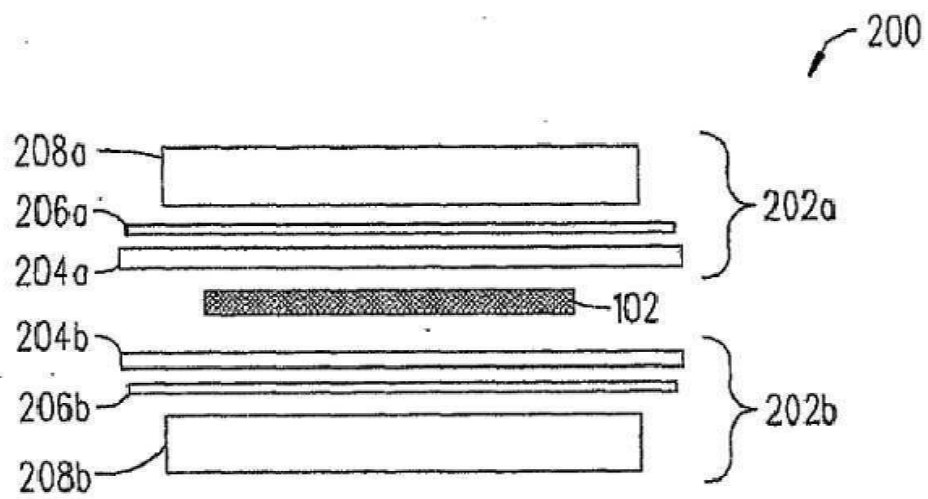
<22> 도 4는 본 발명에 따른 유리기판 위 보호 코팅으로써 대표적인 플렉서블 기판의 기능이 얼마나 양호한지 평가하기 위해 수행된 실험의 결과를 나타낸 그래프이다.

도면

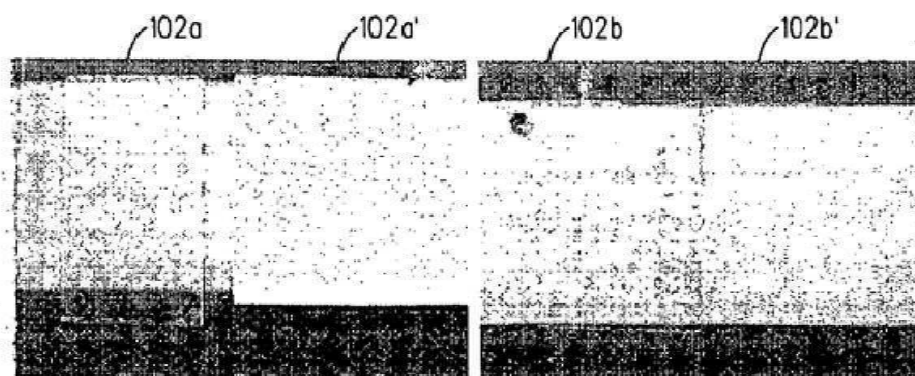
도면1



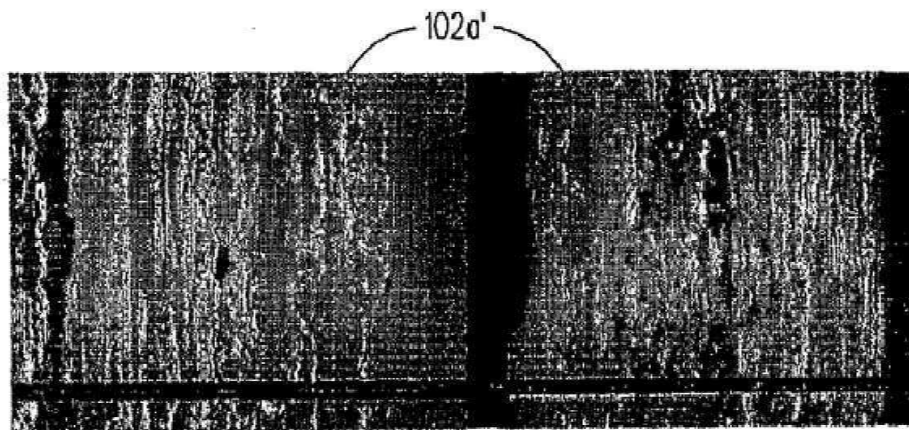
도면2a



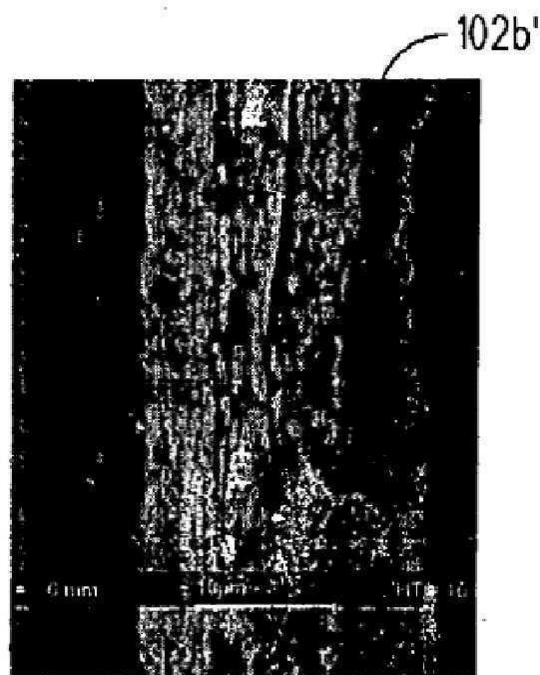
도면2b



도면2c



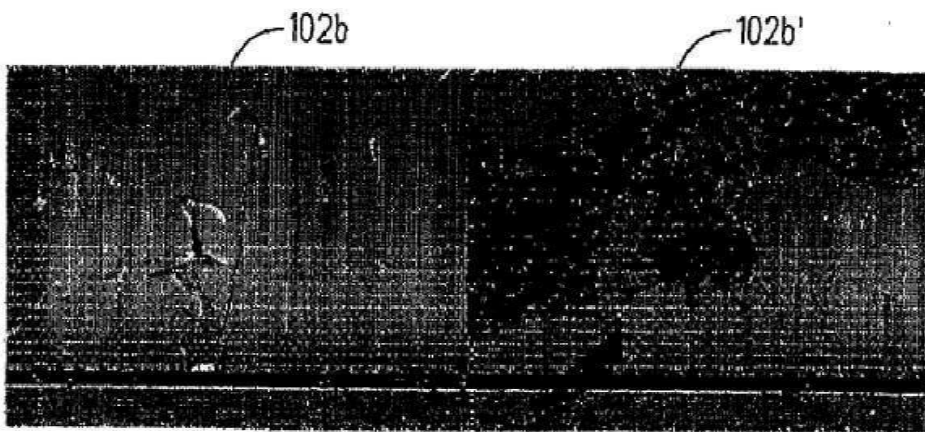
도면2d



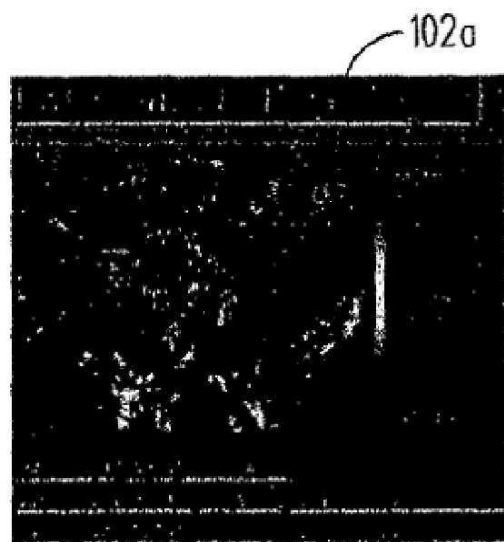
도면2e



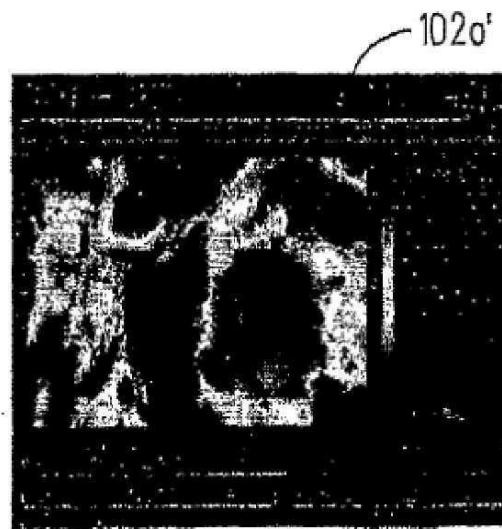
도면2f



도면2g



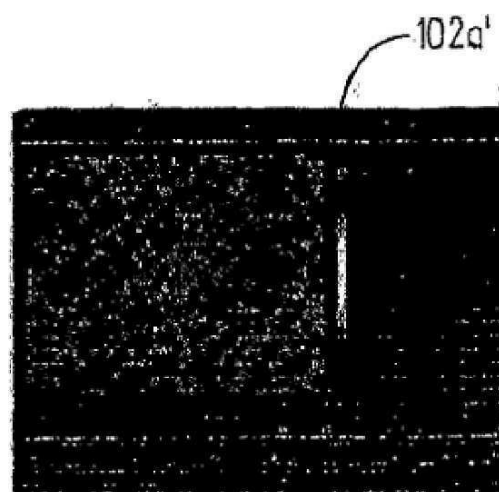
도면2h



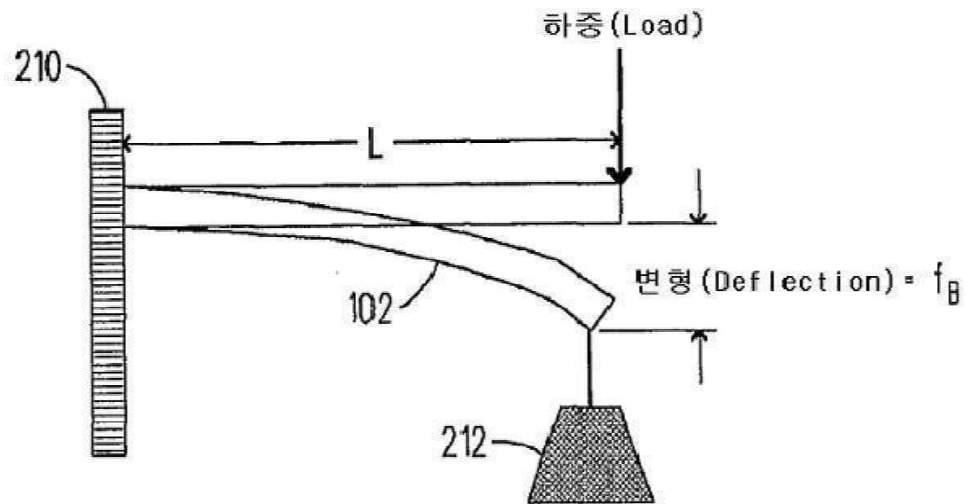
도면2i



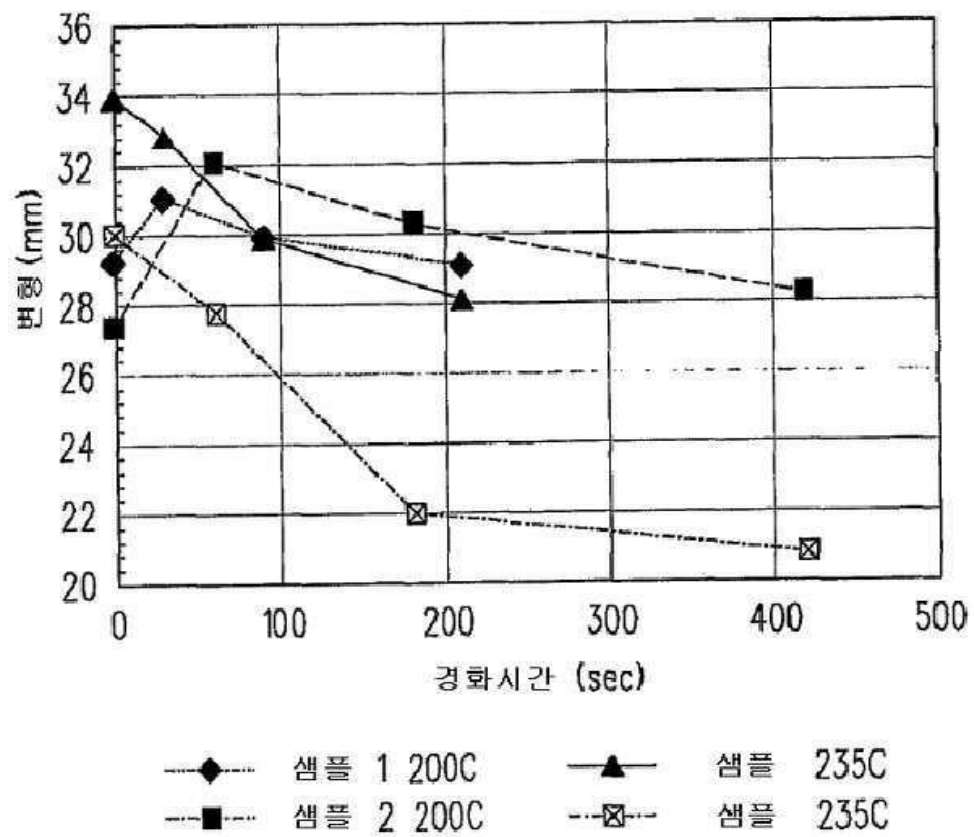
도면2j



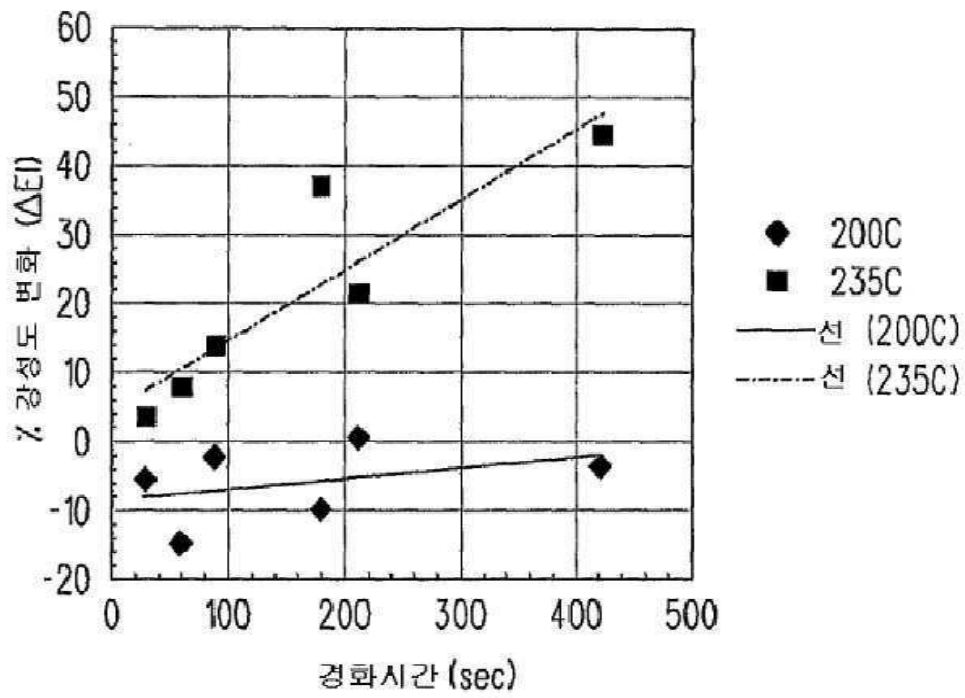
도면2k



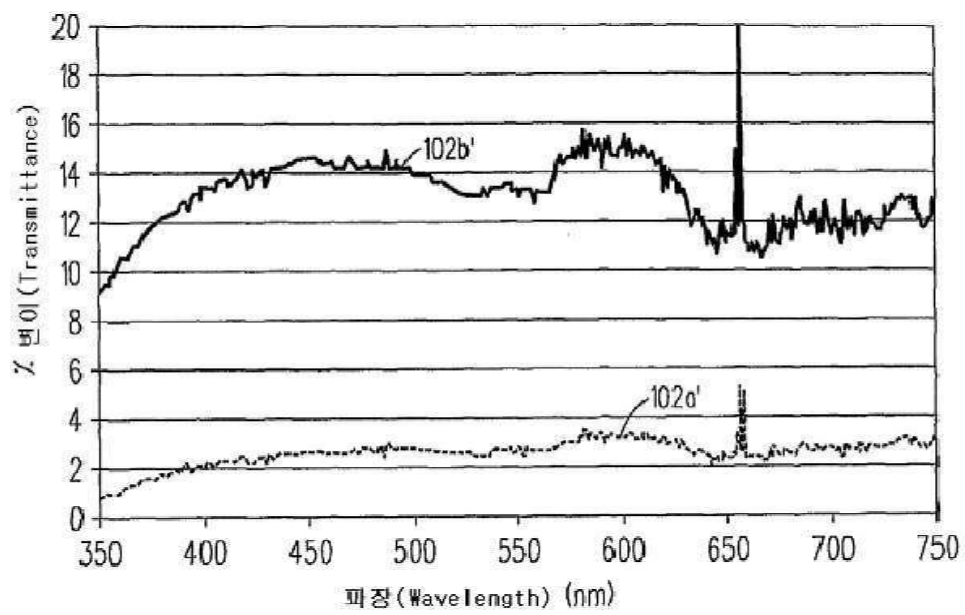
도면2l



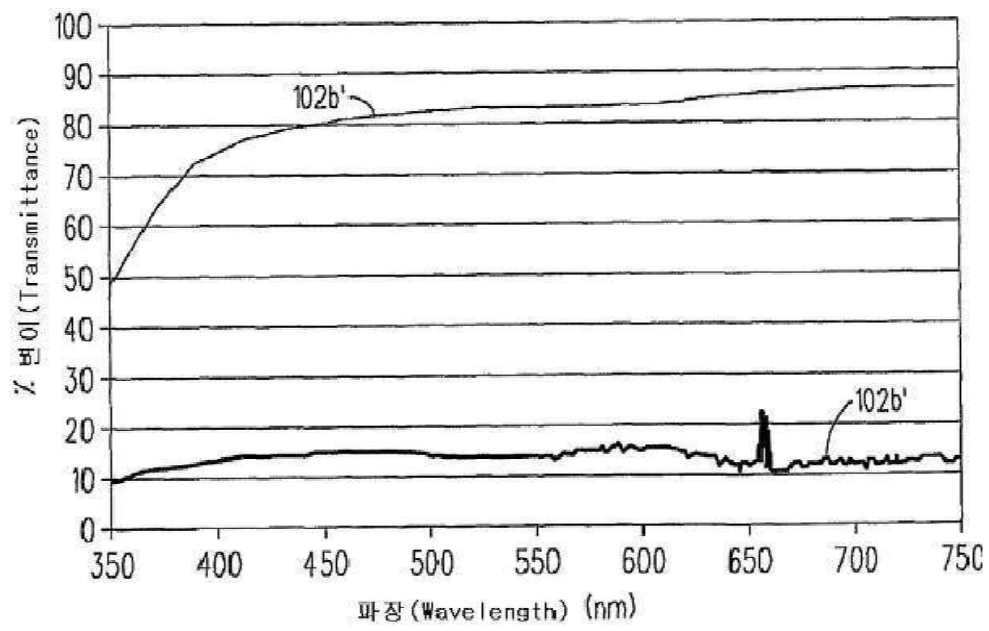
도면2m



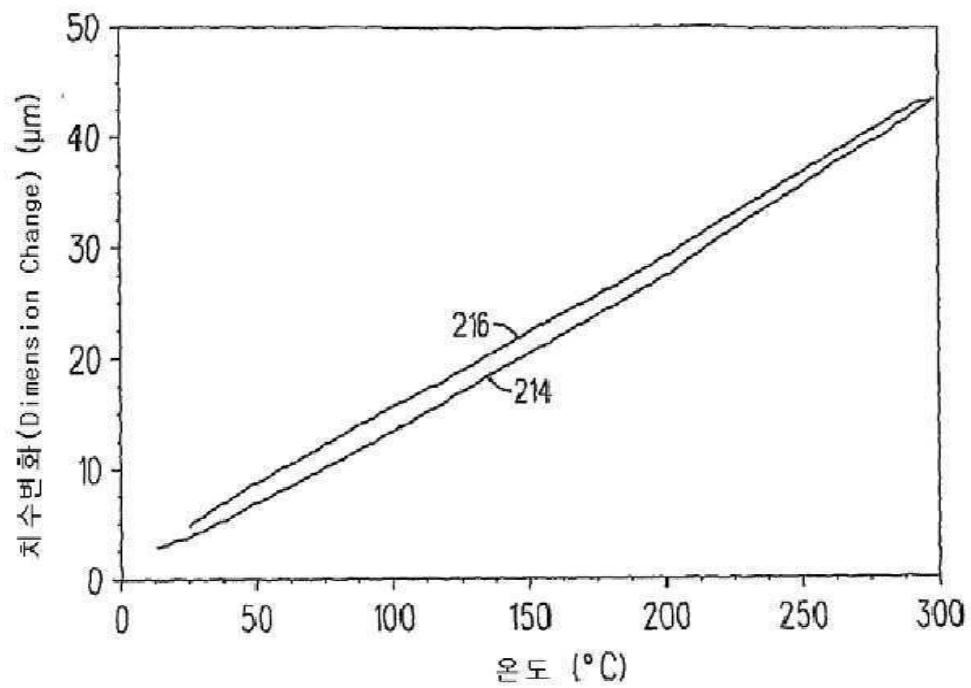
도면2n



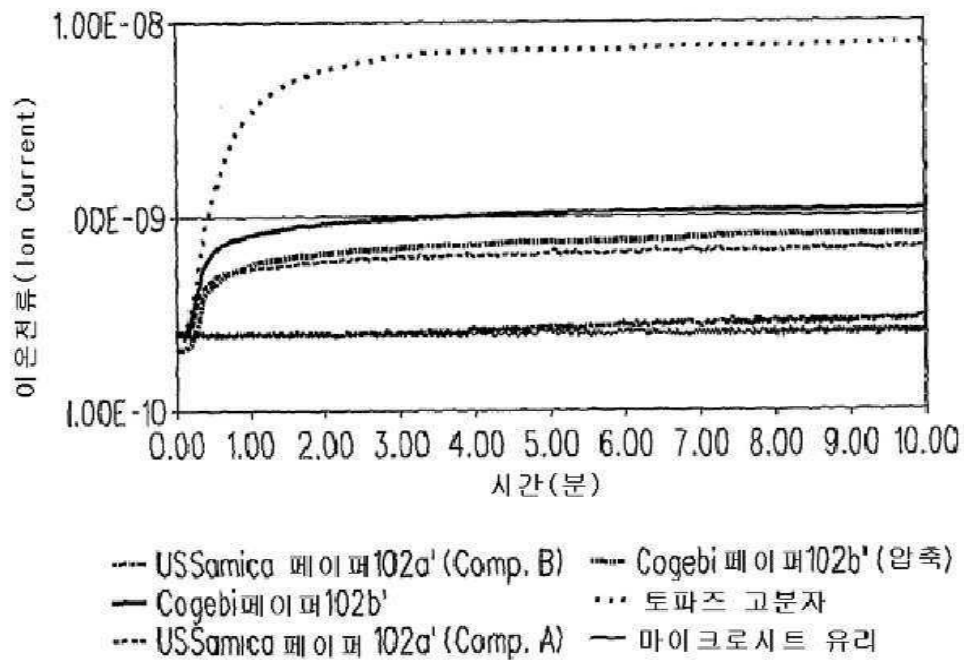
도면2o



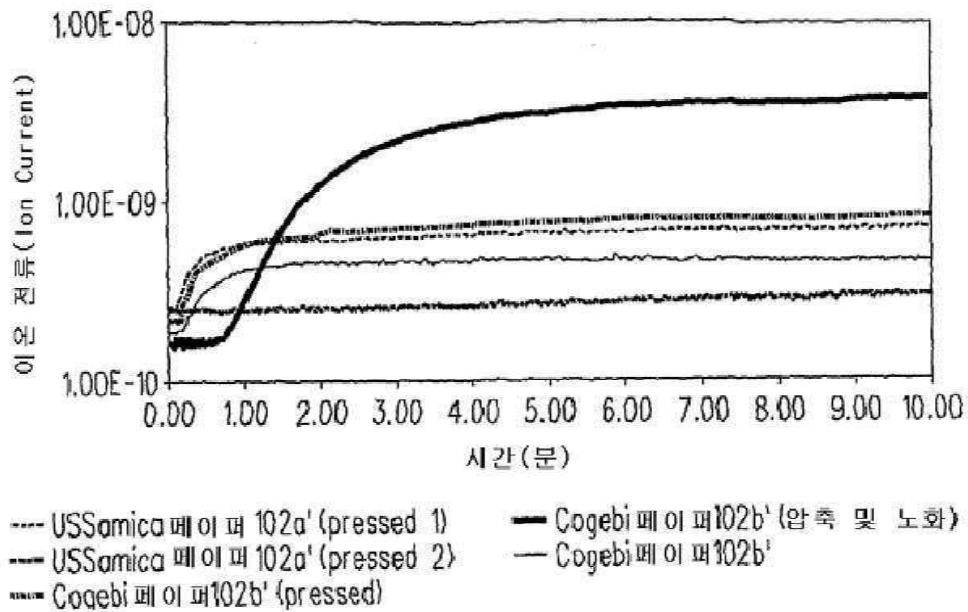
도면2p



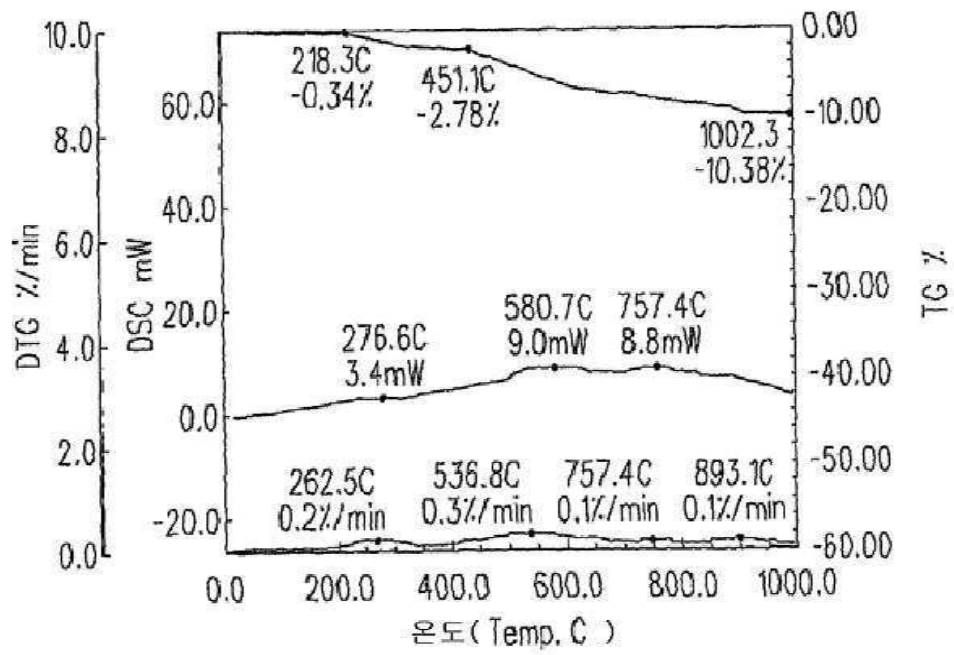
도면2q



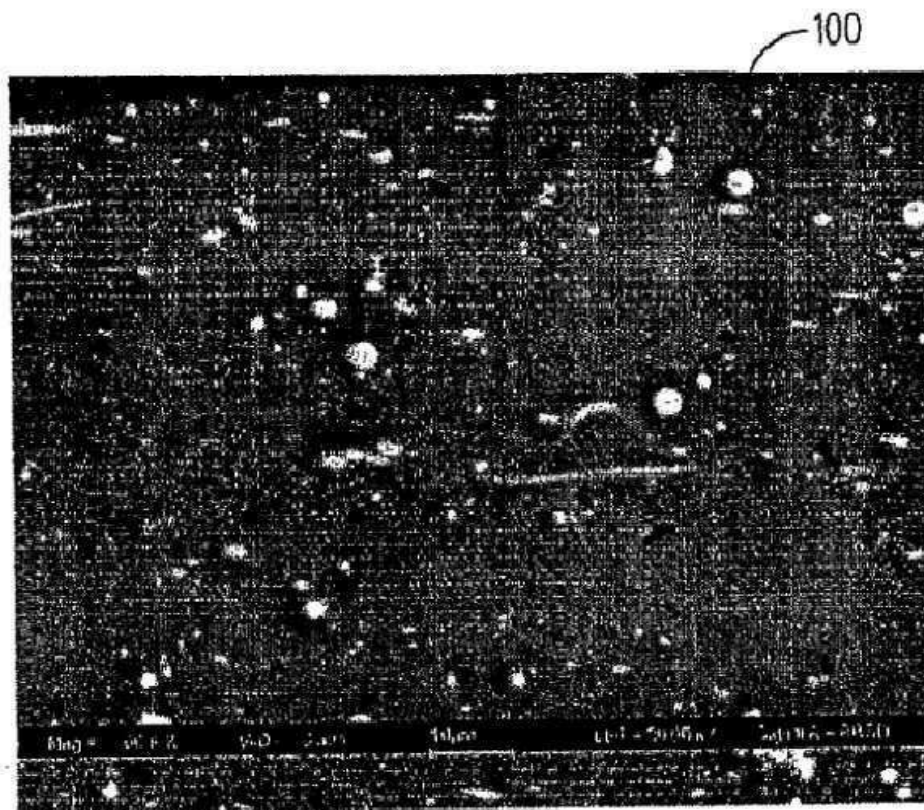
도면2r



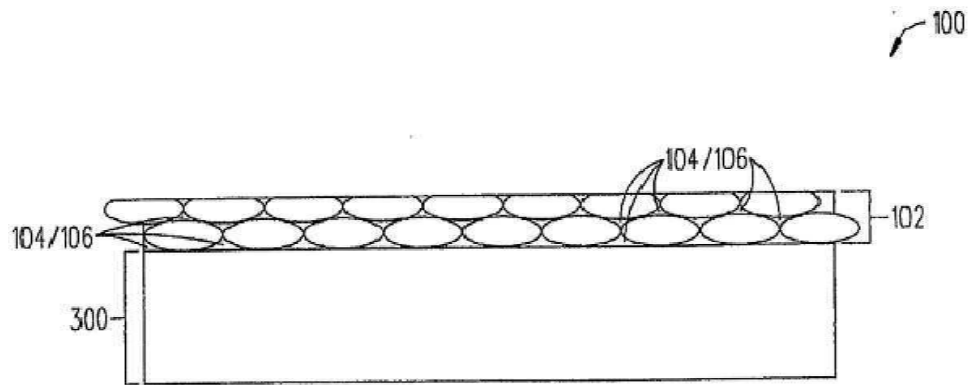
도면2s



도면2t



도면3



도면4

