

 (19) 대한민국특허청(KR) (12) 공개특허공보(A)	(11) 공개번호 10-2014-0047923 (43) 공개일자 2014년04월23일
(51) 국제특허분류(Int. Cl.) C08J 5/18 (2006.01) C08J 7/18 (2006.01) C08L 83/04 (2006.01) C09D 183/04 (2006.01) (21) 출원번호 10-2012-0114281 (22) 출원일자 2012년10월15일 심사청구일자 2012년10월15일	(71) 출원인 경희대학교 산학협력단 경기도 용인시 기흥구 덕영대로 1732, 국제캠퍼스 내 (서천동, 경희대학교) (72) 발명자 김영록 경기 용인시 기흥구 덕영대로 1732, 우정원 2354호 (서천동, 경희대학교) 임민철 경기 수원시 영통구 청명로77번길 27, 201호 (영통동) (74) 대리인 이동희, 박진호, 신명용, 지정훈, 김창영

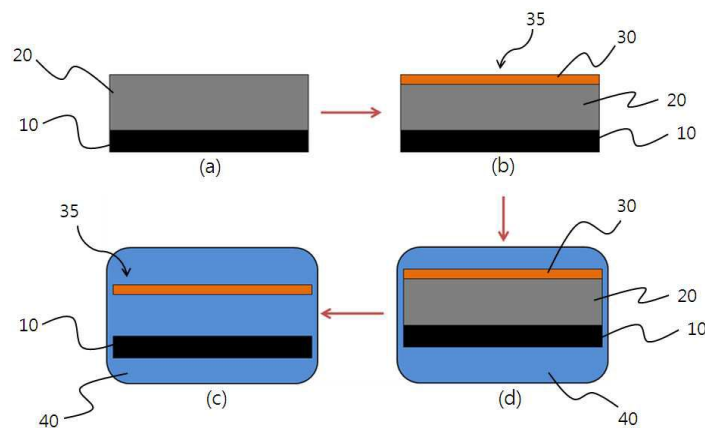
전체 청구항 수 : 총 13 항

(54) 발명의 명칭 **고분자 박막의 제조방법 및 이에 의해 제조되는 고분자 박막**

(57) 요약

본 발명은 얇고 균일한 두께의 고분자 박막을 제조할 수 있는 고분자 박막의 제조방법 및 이에 의해 제조되는 고분자 박막에 관한 것이다. 본 발명에 의한 고분자 박막의 제조방법은, (a) 기판에 액상 PDMS를 도포하여 액상 PDMS 기질을 형성하는 단계와, (b) 액상 PDMS 기질의 표면을 고체 산화박막으로 전이시키는 단계와, (c) 고체 산화박막을 액상 PDMS 기질과 분리하는 단계를 포함한다. 본 발명에 의한 고분자 박막의 제조방법은 중합되지 않은 액상의 PDMS를 기판에 도포하여 액상 PDMS 기질을 마련하고 이를 산소플라즈마 처리나 UV/O₃ 처리를 통해 산화박막으로 전이시킴으로써, 종래와 같이 스핀 코팅법이나 딥 코팅법을 사용하지 않고도 얇고 균일한 두께의 고분자 박막을 형성할 수 있다.

대표도 - 도1



이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	10037410
부처명	지식경제부
연구사업명	공동연구사업
연구과제명	차세대 염기서열 분석기개발
기 여 율	1/1
주관기관	경희대학교
연구기간	2010.06.01 ~ 2013.06.30

특허청구의 범위

청구항 1

- (a) 기판에 액상 PDMS를 도포하여 액상 PDMS 기질을 형성하는 단계;
- (b) 상기 액상 PDMS 기질의 표면을 고체 산화박막으로 전이시키는 단계; 및
- (c) 상기 고체 산화박막을 상기 액상 PDMS 기질과 분리하는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 하는 고분자 박막의 제조방법.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

상기 (b) 단계는 산소플라즈마 처리 또는 UV/O₃ 처리에 의해 이루어지는 것을 특징으로 하는 고분자 박막의 제조방법.

청구항 3

제 1 항에 있어서,

상기 액상 PDMS는 탄성중합체(elastomer), 또는 탄성중합체와 가교제(cross-linker)의 혼합물인 것을 특징으로 하는 고분자 박막의 제조방법.

청구항 4

제 3 항에 있어서,

상기 액상 PDMS는 첨가제를 함유하는 것을 특징으로 하는 고분자 박막의 제조방법.

청구항 5

제 4 항에 있어서,

상기 첨가제는 점도조절제, 계면활성제, 마이크로 입자, 나노 입자, 자성 입자 중에서 선택된 하나 이상이 사용되는 것을 특징으로 하는 고분자 박막의 제조방법.

청구항 6

제 1 항에 있어서,

상기 (c) 단계는 용매를 이용하여 상기 고체 산화박막과 접하는 상기 액상 PDMS 기질을 용해시켜 제거하는 것을 특징으로 하는 고분자 박막의 제조방법.

청구항 7

제 6 항에 있어서,

상기 용매는 톨루엔(toluene), 아세톤(acetone), 헥산(hexane), 클로로포름(chloroform), 에탄올(ethanol), 메탄올(methanol), 3차-부틸 알코올(tert-butyl alcohol), 물(water) 중에서 선택되는 것을 특징으로 하는 고분

자 박막의 제조방법.

청구항 8

제 1 항에 있어서,

상기 (c) 단계는 흡수부재를 이용하여 상기 고체 산화박막과 접하는 상기 액상 PDMS 기질을 흡수하여 제거하는 것을 특징으로 하는 고분자 박막의 제조방법.

청구항 9

제 1 항에 있어서,

상기 (c) 단계는 상기 고체 산화박막을 다른 기관으로 전사한 후 상기 액상 PDMS 기질을 제거하는 것을 특징으로 하는 고분자 박막의 제조방법.

청구항 10

제 1 항에 있어서,

상기 (c) 단계는,

상기 고체 산화박막에 스크래치를 형성하는 단계,

상기 고체 산화박막이 형성된 기관을 전사 용액 속에 넣었다가 상기 전사 용액의 수면으로부터 기울인 상태로 상기 전사 용액으로부터 꺼내어 상기 고체 산화박막을 상기 전사 용액과 공기의 계면으로 전사시키는 단계, 및

상기 전사 용액과 공기의 계면으로 전사된 상기 고체 산화박막을 다른 기관으로 떼내는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 고분자 박막의 제조방법.

청구항 11

제 1 항에 있어서,

상기 기관은 PDMS, 유리(glass), 파이렉스(pyrex), 실리콘(silicon), 테플론(teflon), 폴리스티렌(polystyrene), 폴리에틸렌(polyethylene), 락테이트(lactate), 스티렌(styrene), 아크릴 레이트(acrylate), 실리콘 중합체, 실리콘 공중합체, 에폭시 중합체, 에폭시 공중합체, 아크릴 중합체, 아크릴 공중합체 중에서 선택되는 하나 이상의 소재로 이루어지는 것을 특징으로 하는 고분자 박막의 제조방법.

청구항 12

제 1 항에 있어서,

상기 (a) 단계에서 상기 액상 PDMS의 도포는 스핀코팅(spin coating), 딥코팅(dip coating), 낙하(dropping), 페인팅(painting), 분사(spray), 프린팅(printing), 스폿팅(spotting) 중에서 선택된 방법에 의해 수행되는 것을 특징으로 하는 고분자 박막의 제조방법.

청구항 13

제 1 항 내지 제 12 항 중 어느 한 항에 의한 제조방법에 의해 제조되는 것을 특징으로 하는 고분자 박막.

명세서

기술 분야

- [0001] 본 발명은 고분자 박막의 제조방법에 관한 것으로, 더욱 상세하게는 중합되지 않은 액상의 폴리디메틸실록세인(polydimethylsiloxane)을 기관에 도포하고 이를 산화박막으로 전이시킴으로써 얇고 균일한 두께의 고분자 박막을 제조할 수 있는 고분자 박막의 제조방법 및 이에 의해 제조되는 고분자 박막에 관한 것이다.

배경 기술

- [0002] 최근 고분자 분야는 전자재료, 바이오재료, 금속, 무기 재료 분야로 연구와 산업영역을 넓혀가고 있고, 반대로 IT, BT, 금속, 무기 재료 연구자들은 고분자 유기재료로의 연구 분야 확대에 큰 관심을 보이고 있다.
- [0003] 현재 고분자 재료는 공업제품에 광범위하게 사용되고 있다. 고분자는 경량성, 강도, 열적 내구성, 가공성 등에서 우수한 특성이 있어 반도체, 자동차, 항공, 정보표기, 가전, 스포츠산업, 의약산업 등에서 필수적인 요소로 자리매김하고 있다. 또한 두께가 마이크로 미터 또는 나노 미터 수준의 고분자 박막은 분리막(separation membrane), 세포 연구(cell study), 미세유체(microfluidics) 제어, 생물의학 재료(biomedical materials) 등 차세대 기술 분야에 활용되고 있다.
- [0004] 고분자 분리막의 경우, 전자재료, 의약제조, 음식물 포장, 보호 장비, 연료전지, 정수 및 기체, 증기 분리 등과 같은 여러 과학기술 분야에서 핵심 요소로 각광받고 있다. 분리막은 농도, 압력, 전위차 등과 같은 추진력을 이용하여 통과하는 물질의 투과속도를 조절할 수 있는 특징이 있어 정밀여과(microfiltration), 한외여과(ultrafiltration), 역삼투(reverse osmosis), 투과증발(pervaporation), 기체분리(gas separation) 등의 분리 공정에 이용된다. 막을 이용한 기체분리는 최근 가장 빠르게 발전하고 있는 분리막 산업 중의 하나이며, 특히 고분자 박막을 이용한 분리막은 여러 기체 분자들의 투과속도 차에 따라 기체 혼합물로부터 특정 기체를 선택적으로 분리할 수 있는 장점이 있다.
- [0005] 또한 미세유체제어 기술은 극소량 액체의 흐름을 조절하는 기술로 임상 진단 등 생물학적 분석평가에 이용될 수 있다. 미세유체제어 기술에 있어서 유체를 하나의 평면에서 흐르지 않고 3차원으로 설계된 미세유체 채널을 따라 흐르게 하는 고분자 박막이 중요한 역할을 한다.
- [0006] 이와 같이 다양한 기술 분야에서 활용되는 고분자 박막은 다양한 방법으로 제조될 수 있다. 예컨대, 대한민국 등록특허공보 제1010736호(2011. 01. 18. 등록)에는 감압에 의해 회전부와 밀착된 몰드 상에 예비중합체를 투입하고, 회전부를 회전시킴으로써 예비중합체를 이용하여 몰드 상에서 고분자 박막을 형성하는 고분자 박막의 제조방법이 개시되어 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0007] 그런데 상술한 것과 같이, 스핀 코팅법(spin coating)을 이용하는 종래의 고분자 박막의 제조방법은 형성되는 고분자 박막의 두께를 줄이는데 한계가 있고, 형성되는 고분자 박막의 두께를 조절하는데 어려움이 있다.
- [0008] 이 밖에 딥 코팅법(dip coating)으로 고분자 박막을 제조하는 방법이 있으나, 이러한 방법 역시 고분자 박막의 두께를 줄이는데 한계가 있고, 만들어진 고분자 박막의 두께가 일정하지 못한 단점이 있다.
- [0009] 본 발명은 이러한 점을 감안하여 안출된 것으로, 본 발명의 목적은 종래의 스핀 코팅법이나 딥 코팅법을 이용하지 않고 중합되지 않은 액상의 폴리디메틸실록세인(polydimethylsiloxane)을 기관에 도포하고 이를 산화박막으로 전이시킴으로써 나노미터 수준의 얇고 일정한 두께의 고분자 박막을 제조할 수 있는 고분자 박막의 제조방법 및 이에 의해 제조되는 고분자 박막에 관한 것이다.

과제의 해결 수단

- [0010] 상기 목적을 달성하기 위한 본 발명에 의한 고분자 박막의 제조방법은, (a) 기판에 액상 PDMS를 도포하여 액상 PDMS 기질을 형성하는 단계와, (b) 상기 액상 PDMS 기질의 표면을 고체 산화박막으로 전이시키는 단계와, (c) 상기 고체 산화박막을 상기 액상 PDMS 기질과 분리하는 단계를 포함한다.
- [0011] 상기 (b) 단계는 산소플라즈마 처리 또는 UV/O₃ 처리에 의해 이루어질 수 있다.
- [0012] 상기 액상 PDMS는 탄성중합체(elastomer), 또는 탄성중합체와 가교제(cross-linker)의 혼합물인 것이 바람직하다.
- [0013] 상기 액상 PDMS는 첨가제를 함유할 수 있고, 상기 첨가제는 점도조절제, 계면활성제, 마이크로 입자, 나노 입자, 자성 입자 중에서 선택된 하나 이상이 사용되는 것이 바람직하다.
- [0014] 상기 (c) 단계는 용매를 이용하여 상기 고체 산화박막과 접하는 상기 액상 PDMS 기질을 용해시켜 제거하는 방법을 이용할 수 있다.
- [0015] 상기 용매는 톨루엔(toluene), 아세톤(acetone), 헥산(hexane), 클로로포름(chloroform), 에탄올(ethanol), 메탄올(methanol), 3차-부틸 알코올(tert-butyl alcohol), 물(water) 중에서 선택될 수 있다.
- [0016] 상기 (c) 단계는 흡수부재를 이용하여 상기 고체 산화박막과 접하는 상기 액상 PDMS 기질을 흡수하여 제거하는 방법을 이용할 수 있다.
- [0017] 상기 (c) 단계는 상기 고체 산화박막을 다른 기판으로 전사한 후 상기 액상 PDMS 기질을 제거하는 방법을 이용할 수 있다.
- [0018] 상기 (c) 단계는, 상기 고체 산화박막에 스크래치를 형성하는 단계와, 상기 고체 산화박막이 형성된 기판을 전사 용액 속에 넣었다가 상기 전사 용액의 수면으로부터 기울인 상태로 상기 전사 용액으로부터 꺼내어 상기 고체 산화박막을 상기 전사 용액과 공기의 계면으로 전사시키는 단계와, 상기 전사 용액과 공기의 계면으로 전사된 상기 고체 산화박막을 다른 기판으로 떼내는 단계를 포함할 수 있다.
- [0019] 상기 기판은 PDMS, 유리(glass), 파이렉스(pyrex), 실리콘(silicon), 테플론(teflon), 폴리스티렌(polystyrene), 폴리에틸렌(polyethylene), 락테이트(lactate), 스티렌(styrene), 아크릴 레이트(acrylate), 실리콘 중합체, 실리콘 공중합체, 에폭시 중합체, 에폭시 공중합체, 아크릴 중합체, 아크릴 공중합체 중에서 선택되는 하나 이상의 소재로 이루어질 수 있다.
- [0020] 상기 (a) 단계에서 상기 액상 PDMS의 도포는 스핀코팅(spin coating), 딥코팅(dip coating), 낙하(dropping), 페인팅(painting), 분사(spray), 프린팅(printing), 스폿팅(spotting) 중에서 선택된 방법에 의해 수행될 수 있다.

발명의 효과

- [0021] 본 발명에 의한 고분자 박막의 제조방법은 중합되지 않은 액상의 PDMS를 기판에 도포하여 액상 PDMS 기질을 마련하고 이를 산소플라즈마 처리나 UV/O₃ 처리를 통해 산화박막으로 전이시킴으로써, 종래와 같이 스핀 코팅법이 나 딥 코팅법을 사용하지 않고도 얇고 균일한 두께의 고분자 박막을 형성할 수 있다.
- [0022] 또한 본 발명에 의한 고분자 박막의 제조방법은 액상 PDMS 막을 고체 산화박막으로 전이시키기 위한 산소플라즈마 처리 시나 UV/O₃ 처리 시, 구체적인 처리 조건을 조정함으로써 산화박막의 두께를 다양하게 조절할 수 있다. 즉, 처리 시의 공기 주입량, 처리 시간, 처리 강도 등을 다양하게 변화시킴으로써, 최종적인 고분자 박막의 두께를 다르게 할 수 있다.
- [0023] 또한 본 발명에 의한 고분자 박막의 제조방법으로 제조된 고분자 박막은 분리막(separation membrane), 세포 연구(cell study), 미세유체(microfluidics) 및 미세유체 기반의 바이오칩, 액츄에이터(actuator), 압력센서(pressure sensor), 생물의학 재료(biomedical materials), 구멍을 가진 자유 기립형 필름(free standing film), 유전필름(dielectric film) 등 의약, 화학 및 바이오산업을 비롯한 다양한 산업 분야에 활용될 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0024] 도 1은 본 발명의 일실시예에 의한 고분자 박막의 제조방법을 단계별로 나타낸 것이다.
- 도 2는 본 발명의 다른 실시예에 의한 고분자 박막의 제조방법을 단계별로 나타낸 것이다.
- 도 3은 본 발명의 또 다른 실시예에 의한 고분자 박막의 제조방법을 단계별로 나타낸 것이다.
- 도 4는 본 발명의 제 1 실시예에서 플라즈마 처리 시간을 달리하여 형성한 고분자 박막의 실제 모습을 비교하여 나타낸 실체현미경 사진이다.
- 도 5는 본 발명의 제 2 실시예에 따라 고분자 박막을 형성하는 과정을 나타낸 실체현미경 사진이다.
- 도 6은 본 발명의 제 2 실시예에 따라 형성된 고분자 박막을 슬라이드 글라스에 전사하고 그 모습을 주사전자현미경으로 관찰한 이미지이다.
- 도 7은 본 발명의 제 2 실시예에서 산소플라즈마 처리 시간을 달리하여 형성한 고분자 박막의 두께 차이를 비교하여 나타낸 것이다.
- 도 8은 본 발명의 제 3 실시예에서 산소플라즈마 처리 시간을 달리하여 형성한 고분자 박막의 두께를 나타낸 그 래프이다.
- 도 9는 본 발명의 제 3 실시예에서 산소플라즈마 처리 강도 및 처리 시간을 최소화하여 형성한 고체 산화박막을 원자간력현미경으로 분석한 이미지이다.
- 도 10은 본 발명의 제 4 실시예에 따라 형성된 고분자 박막을 원자간력현미경으로 분석한 결과 이미지이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0025] 이하에서는 첨부된 도면을 참조하여, 본 발명에 의한 고분자 박막의 제조방법 및 이에 의해 제조되는 고분자 박막에 대하여 상세히 설명한다.
- [0026] 본 발명을 설명함에 있어서, 도면에 도시된 구성요소의 크기나 형상 등은 설명의 명료성과 편의를 위해 과장되거나 단순화되어 나타날 수 있다. 또한 본 발명의 구성 및 작용을 고려하여 특별히 정의된 용어들은 사용자, 운용자의 의도 또는 관례에 따라 달라질 수 있다. 이러한 용어들은 본 명세서 전반에 걸친 내용을 토대로 본 발명의 기술적 사상에 부합하는 의미와 개념으로 해석되어야 한다.
- [0027] 도 1은 본 발명의 일실시예에 의한 고분자 박막의 제조방법을 단계별로 나타낸 것이다.
- [0028] 도 1에 도시된 것과 같이, 본 발명의 일실시예에 의한 고분자 박막의 제조방법은 기판(10)에 액상 폴리디메틸실록세인(polydimethylsiloxane, 이하 'PDMS'라 한다)을 도포하여 액상 PDMS 기질(20)을 형성하는 단계(a)와, 액상 PDMS 기질(20)의 표면을 고체 산화박막(oxide film)으로 전이시켜 고체 산화박막(30)으로 이루어진 고분자 박막(35)을 형성하는 단계(b)와, 고체 산화박막(30)을 액상 PDMS 기질(20)과 분리하는 단계(c)(d)를 포함한다.
- [0029] 여기에서, 액상 PDMS는 탄성중합체(elastomer)와 가교제(cross-linker)의 혼합물이나, 탄성중합체만으로 이루어진 것, 또는 이들에 첨가제가 함유된 것이 이용될 수 있다. 첨가제로는 점도조절제, 계면활성제, 마이크로 입자, 나노 입자, 자성 입자 등이 이용될 수 있다. 점도조절제와 계면활성제는 액상 PDMS를 기판(10)에 떨어뜨려 액상 PDMS 기질(20)을 형성할 때, 점도 및 기판(10)과의 계면에너지를 조절해 줌으로써 기판(10) 위에 액상의 기질 막이 자발적으로 형성될 수 있도록 한다. 그리고 마이크로 입자나 나노 입자는 투과도 조절을 위해 액상 PDMS에 첨가될 수 있고, 자성 입자는 형성되는 산화박막(30)의 움직임을 자기장으로 조절하기 위한 목적으로 첨가될 수 있다.
- [0030] 기판(10)으로는 PDMS, 유리(glass), 파이렉스(pyrex), 실리콘(silicon), 테플론(teflon), 폴리스티렌(polystyrene), 폴리에틸렌(polyethylene), 락테이트(lactate), 스티렌(styrene), 아크릴 레이트(acrylate), 실리콘 중합체, 실리콘 공중합체, 에폭시 중합체, 에폭시 공중합체, 아크릴 중합체, 아크릴 공중합체 중에서 선택되는 하나 이상의 소재로 이루어진 것이 이용될 수 있다.
- [0031] 기판(10)에 중합되지 않은 액상 PDMS를 도포하는 방법은 스핀코팅(spin coating), 딥코팅(dip coating), 낙하(dropping), 페인팅(painting), 분사(spray), 프린팅(printing), 스폿팅(spotting), 또는 그 이외에 기판(10) 표면에 액상 PDMS를 균일하게 도포할 수 있는 다양한 방법이 이용될 수 있다.
- [0032] 이렇게 액상 PDMS 도포를 통해 기판(10) 위에 형성된 액상 PDMS 기질(20)을 산소플라즈마 처리하거나 UV/O₃ 처

리함으로써, 액상 PDMS 기질(20)의 표면 일부분을 고체 산화박막(30)으로 전이시켜 산화박막(30)으로 이루어진 고분자 박막(35)을 형성할 수 있다. 여기에서, 산소플라즈마 처리와 UV/O₃ 처리는 잘 알려진 기술이므로 그에 대한 상세한 방법은 생략한다.

[0033] 액상 PDMS 기질(20)에 대한 산소플라즈마 처리와 UV/O₃ 처리 과정에서 처리 조건을 조정하면 형성되는 산화박막(30)의 두께를 다양하게 조절할 수 있다. 산소플라즈마 처리 시 산화박막(30) 두께에 영향을 주는 처리 조건으로는 반응 챔버로의 공기 주입량, 처리 시간, 플라즈마 처리 강도(인가 전력) 등이 있다. 그리고 UV/O₃ 처리 시 산화박막(30) 두께에 영향으로 주는 처리 조건으로는 공기 주입량, 처리 시간, 처리 강도(자외선 세기) 등이 있다.

[0034] 도 1의 (c) 및 (d)에 도시된 것과 같이, 액상 PDMS 기질(20) 표면에 형성된 고체 산화박막(30)으로 이루어진 고분자 박막(35)은 용매(40)를 통해 액상 PDMS 기질(20) 및 기관(10)으로부터 분리될 수 있다. 용매(40)로는 톨루엔(toluene), 아세톤(acetone), 헥산(hexane), 클로로포름(chloroform), 에탄올(ethanol), 메탄올(methanol), 3차-부틸 알코올(tert-butyl alcohol), 물(water) 등 액상 PDMS를 희석시킬 수 있는 다양한 종류의 것이 이용될 수 있다.

[0035] 고체 산화박막(30)이 형성된 기관(10)을 용매(40) 속에 넣으면 고체 산화박막(30)이 형성된 액상 PDMS 기질(20)이 용매(40)에 의해 용해되면서 고체 산화박막(30)으로 이루어진 고분자 박막(35)이 분리된다. 그리고 용매(40) 속에서 분리된 고분자 박막(35)을 다른 기관이나 다른 부재로 전사함으로써 고분자 박막(35)을 분리막(separation membrane), 세포 연구(cell study), 미세유체(microfluidics) 및 미세유체 기반의 바이오칩, 액추에이터(actuator), 압력센서(pressure sensor), 생물의학 재료(biomedical materials), 구멍을 가진 자유 기립형 필름(free standing film), 유전필름(dielectric film) 등 다양한 디바이스에 적용할 수 있다.

[0036] 한편, 도 2는 본 발명의 다른 실시예에 의한 고분자 박막의 제조방법을 단계별로 나타낸 것이다.

[0037] 도 2에 도시된 것과 같이 본 발명의 다른 실시예에 의한 고분자 박막의 제조방법은, 기관(10)에 액상 PDMS를 도포하여 액상 PDMS 기질(20)을 형성하는 단계(a)와, 액상 PDMS 기질(20)의 표면을 고체 산화박막(30)으로 전이시켜 고체 산화박막(30)으로 이루어진 고분자 박막(35)을 형성하는 단계(b)와, 고체 산화박막(30)을 액상 PDMS 기질(20)과 분리하여 다른 기관(15)으로 전사하는 단계(c)(d)를 포함한다. 여기에서, 액상 PDMS 기질(20)을 형성하는 방법과, 액상 PDMS 기질(20)의 표면을 고체 산화박막(30)으로 전이시켜 고체 산화박막(30)으로 이루어진 고분자 박막(35)을 형성하는 방법은 상술한 것과 같다.

[0038] 액상 PDMS 기질(20) 표면에 형성된 고체 산화박막(30)으로 이루어진 고분자 박막(35)은 도 2의 (c) 및 (d)에 도시된 것과 같은 과정을 차례로 거쳐 다른 기관(15)으로 전사될 수 있다. 먼저, 도 2의 (c)에 나타난 것과 같이 고체 산화박막(30)이 형성된 기관(10)을 뒤집어 고체 산화박막(30)이 접촉면이 되도록 다른 기관(15)에 합착하고 액상 PDMS 기질(20)이 형성된 기관(10)을 분리한다. 이후, 도 2의 (d)에 도시된 것과 같이, 고체 산화박막(30) 위에 잔존하는 액상 PDMS 기질(20)을 용매(40) 또는 흡수부재를 이용하여 제거한다. 용매(40)는 앞서 설명한 것과 같이 액상 PDMS를 희석시킬 수 있는 다양한 종류의 것이 이용될 수 있다. 흡수부재는 액상 PDMS 기질(20)을 흡수함으로써 고체 산화박막(30)으로부터 액상 PDMS 기질(20)을 손쉽게 제거할 수 있다.

[0039] 한편, 도 3은 본 발명의 또 다른 실시예에 의한 고분자 박막의 제조방법을 단계별로 나타낸 것이다.

[0040] 도 3에 도시된 것과 같이 본 발명의 또 다른 실시예에 의한 고분자 박막의 제조방법은, 기관(10)에 액상 PDMS를 도포하여 액상 PDMS 기질(20)을 형성하는 단계(a)와, 액상 PDMS 기질(20)의 표면을 고체 산화박막(30)으로 전이시켜 고체 산화박막(30)으로 이루어진 고분자 박막(35)을 형성하는 단계(b)와, 고체 산화박막(30)을 액상 PDMS 기질(20)과 분리하는 단계(c)(d)를 포함한다. 여기에서, 액상 PDMS 기질(20)을 형성하는 방법과, 액상 PDMS 기질(20)의 표면을 고체 산화박막(30)으로 전이시켜 고체 산화박막(30)으로 이루어진 고분자 박막(35)을 형성하는 방법은 상술한 것과 같다.

[0041] 액상 PDMS 기질(20) 표면에 형성된 고체 산화박막(30)으로 이루어진 고분자 박막(35)은 도 3의 (c) 및 (d)에 도시된 것과 같은 과정을 차례로 거쳐 액상 PDMS 기질(20)로부터 분리될 수 있다. 먼저, 도 3의 (c)에 도시된 것과 같이 고체 산화박막(30)의 가장자리 부분에 칼날 등을 이용하여 스크래치(31)를 형성한다.

[0042] 이후, 고체 산화박막(30)을 전사 용액(50)으로 전사시킨다. 고체 산화박막(30)의 표면은 플라즈마 처리를 통해 친수성의 특징을 갖게 되는데, 이러한 특징을 이용하여 고체 산화박막(30)을 전사 용액(50)으로 전사시킬 수 있는 것이다. 도 3의 (d)에 도시된 것과 같이 고체 산화박막(30)이 형성된 기관(10)을 전사 용액(50) 속에 넣었다

가, 전사 용액(50)의 수면과 수직을 이루도록 세우거나 전사 용액(50)의 수면으로부터 기울인 상태로 전사 용액(50)으로부터 꺼내면, 고체 산화박막(30)은 액체 PDMS 기질(20)로부터 차례로 분리되면서 전사 용액(50)과 공기의 계면으로 전사된다.

[0043] 고체 산화박막(30)을 원활하게 전사 용액(50)으로 전사시키기 위해서는 고체 산화박막(30)의 일부를 액체 PDMS 기질(20)에서 이격시켜야 하는데, 고체 산화박막(30)에 스크래치(31)를 형성함으로써 고체 산화박막(30)의 일부를 액체 PDMS 기질(20)에서 이격시킬 수 있다. 전사 용액(50)으로는 물, 또는 그 이외의 친수성 액체가 이용될 수 있다.

[0044] 이후, 전사 용액(50)과 공기의 계면으로 전사된 고체 산화박막(30)을 다른 기관으로 떠냄으로써 고체 산화박막(30)을 다른 기관으로 전사할 수 있고, 고체 산화박막(30)에 잔류하는 액상 PDMS는 용매 또는 흡수부재를 통해 제거할 수 있다.

[0045] 상술한 것과 같이 본 발명에 의한 고분자 박막의 제조방법은 중합되지 않은 액상의 PDMS를 기관에 도포하여 액상 PDMS 기질(20)을 마련하고 이를 산소플라즈마 처리나 UV/O₃ 처리를 통해 산화박막(30)으로 전이시킴으로써, 종래와 같이 스핀 코팅법이나 딥 코팅법을 사용하지 않고 얇고 균일한 두께의 고분자 박막(35)을 형성할 수 있다.

[0046] 본 발명에 의한 고분자 박막의 제조방법을 이용하여 고분자 박막(35)을 형성함에 있어서, 액상 PDMS 기질(20)에 대한 산소플라즈마 처리 시나 UV/O₃ 처리 시, 구체적인 처리 조건을 조정함으로써 만들어지는 고체 산화박막(30)의 두께를 다양하게 조절할 수 있다. 즉, 처리 시의 공기 주입량, 처리 시간, 처리 강도 등을 다양하게 변화시킴으로써, 최종적인 고분자 박막(35)의 두께를 다르게 할 수 있다.

[0047] 이하에서는, 본 발명을 실시예에 의거하여 설명한다.

[0048] 아래의 실시예는 본 발명을 예시하는 것일 뿐, 본 발명이 실시예로 한정되는 것은 아니다.

[0049] 제 1 실시예: 고체 산화박막으로 이루어진 고분자 박막의 제조 및 형성 여부 확인

[0050] 탄성중합체와 가교제를 10:1의 비율로 혼합한 PDMS를 열가교시켜 기관을 마련하고, 탄성중합체만으로 이루어진 액상 PDMS를 기관에 도포하여 기관 상에 액상 PDMS 기질을 형성하였다. 이후, 플라즈마 챔버에 액상 PDMS 기질이 형성된 고체 기관을 넣고 산소플라즈마 처리하였다. 산소플라즈마 처리 장치로는 펄토사이언스사의 Cute B를 이용하였다. 산소플라즈마 처리 시 플라즈마 처리 강도는 70W, 공기 주입량은 600cc/min로 동일하게 하고, 처리 시간을 여러 가지로 달리하여 액상 PDMS 기질의 표면 일부를 고체 산화박막으로 전이시켰다. 그리고 산화박막을 포함한 기관에 기계적 스트레스를 인가하여, 산화박막의 주름을 유발한 후 이를 실체현미경(SZ stereo microscope(Olympus))으로 관찰하였다.

[0051] 도 4는 산소플라즈마 처리 시간에 따른 고체 산화박막의 형성 여부를 확인한 실체현미경 사진이다. 도 4의 (a)는 산소플라즈마 처리 시간을 10초로 한 경우, (b)는 산소플라즈마 처리 시간을 30초로 한 경우, (c)는 산소플라즈마 처리 시간을 60초로 한 경우, (d)는 산소플라즈마 처리 시간을 180초로 한 경우, (e)는 산소플라즈마 처리 시간을 300초로 한 경우이다. 관찰 결과, 모든 경우에 대해 고체 산화박막에 형성된 주름을 확인할 수 있었고, 이를 통해 성공적으로 고체 산화박막이 형성되었음을 확인할 수 있었다.

[0052] 제 2 실시예: 산소플라즈마 처리를 통해 형성된 고체 산화박막을 용매를 사용하여 액상 PDMS 기질로부터 분리하는 방법을 이용한 고분자 박막의 제조

[0053] 탄성중합체와 가교제를 10:1의 비율로 혼합한 PDMS를 열가교시켜 기관을 마련하고, 탄성중합체만으로 이루어진 액상 PDMS를 기관에 도포하여 기관 상에 액상 PDMS 기질을 형성하였다. 이후, 플라즈마 챔버에 액상 PDMS 기질이 형성된 고체 기관을 넣고 산소플라즈마 처리하여, 액상 PDMS 기질 위에 고체 산화박막을 형성하였다. 산소플라즈마 처리 장치로는 펄토사이언스사의 Cute B를 이용하였다. 산소플라즈마 처리 시 플라즈마 처리 강도는 70W, 공기 주입량은 600cc/min, 처리 시간은 20분으로 하였다.

[0054] 이후, 고체 산화박막이 형성된 기관을 용매인 n-hexane 속에 담가 고체 산화박막과 고체 산화박막 사이의 액상

PDMS 기질을 용해시켜 고체 산화박막을 기관으로부터 분리하고, 분리된 고체 산화박막을 피펫을 이용하여 물과 공기의 계면으로 전사하였다.

[0055] 도 5는 고체 산화박막을 형성한 후 물과 공기의 계면으로 전사하기까지의 실제현미경 사진으로, 도 5의 (a)는 액상 PDMS 기질 위에 형성된 고체 산화박막을 나타낸 것이고, (b)는 용매 속에서 분리된 고체 산화박막을 나타낸 것이며, (c)는 물과 공기의 계면으로 전사된 고체 산화박막을 나타낸 것이다. 이를 통해 액상 PDMS 기질 상에 형성된 고체 산화박막을 성공적으로 다른 곳으로 전사할 수 있음을 확인할 수 있었다.

[0056] 또한 도 6은 앞서 설명한 것과 같은 방법으로 기관으로부터 분리한 고체 산화박막을 슬라이드 글라스에 전사하고 그 모습을 주사전자현미경으로 관찰한 결과를 나타낸 것으로, 도 6의 (a)는 저배율 사진이고, (b)는 고배율 사진이다. 이를 통해 형성된 고체 산화박막을 다른 기관으로 성공적으로 전사할 수 있음을 확인할 수 있었다.

[0057] 또한 도 7은 산소플라즈마 처리 시간을 다르게 하여 형성한 고분자 박막의 두께 차이를 비교하여 나타낸 것이다. 산소플라즈마 처리 시 플라즈마 처리 강도는 70W이고, 공기 주입량은 600cc/min로 동일하게 하였다. 앞서 설명한 것과 같은 방법을 이용하되, 산소플라즈마 처리 시간을 20분으로 한 경우와, 5분으로 한 두 가지 경우에 대해 고체 산화박막을 각각 형성하고, 이를 용매인 물을 이용하여 기관으로부터 분리하여 슬라이드 글라스로 전사한 후 이를 관찰하였다.

[0058] 도 7의 (a)는 산소플라즈마 처리 시간을 20분으로 한 경우의 CCD 이미지이고, (b)는 산소플라즈마 처리 시간을 5분으로 한 경우의 CCD 이미지이다. 또한 각각에 대해 원자간력현미경으로 확인한 결과, 산소플라즈마 처리 시간을 20분으로 한 경우의 고체 산화박막의 두께는 약 900nm로 나타났고, 산소플라즈마 처리 시간을 5분으로 한 경우의 고체 산화박막의 두께는 약 200nm로 나타났다. 이를 통해 산소플라즈마 처리 시간을 증가시킴에 따라 형성되는 고체 산화박막의 두께가 두꺼워짐을 알 수 있었다.

[0059] 제 3 실시예: 산소플라즈마 처리를 통해 형성된 고체 산화박막을 다른 고체 기관으로 전사하는 방법을 이용한 고분자 박막의 제조

[0060] 산소플라즈마 처리 시 처리 시간에 따른 고체 산화박막의 두께 관찰

[0061] 탄성중합체와 가교제를 10:1의 비율로 혼합한 PDMS를 열가교시켜 기관을 마련하고, 탄성중합체만으로 이루어진 액상 PDMS를 기관에 도포하여 기관 상에 액상 PDMS 기질을 형성하였다. 이후, 플라즈마 챔버에 액상 PDMS 기질이 형성된 고체 기관을 넣고 산소플라즈마 처리하여, 액상 PDMS 기질 위에 고체 산화박막을 형성하였다. 산소플라즈마 처리 시 플라즈마 처리 강도는 70W, 공기 주입량은 600cc/min로 동일하게 하고, 산소플라즈마 처리 시간을 달리한 여러 가지 경우에 대해 고체 산화박막을 형성하였다. 산소플라즈마 처리 장치로는 펄토사이언스사의 Cute B를 이용하였다.

[0062] 산소플라즈마 처리 시간을 달리하여 고체 산화박막의 형성 후, 도 3에 나타낸 것과 같은 방법으로 형성된 고체 산화박막에 칼날을 이용하여 스크래치를 형성하고, 고체 산화박막이 형성된 기관을 물에 넣었다가 빼는 과정을 통해 고체 산화박막을 물과 공기의 계면으로 전사시켰다. 그리고 물과 공기의 계면으로 전사된 고체 산화박막을 고체 PDMS 기관으로 떼내었다. 이후, 전사된 고체 산화박막에 남아있는 잔여 액상 PDMS를 제거하였다.

[0063] 그리고 고체 기관으로 전사된 각각의 고체 산화박막을 원자간력현미경으로 확인하여 각 고체 산화박막의 두께를 측정하였으며, 그 결과는 도 8에 나타낸 그래프와 같다. 산소플라즈마 처리 시간은 10초, 30초, 60초, 180초 및 300초이며, 도 8에 나타낸 결과는 이들 각각에 대해 3회 반복 실험을 하여 분석한 결과이다. 도 8을 간단히 살펴보면, 산소플라즈마 처리 시간을 10초로 하였을 때, 형성되는 고체 산화박막의 두께는 약 140nm 수준이고, 산소플라즈마 처리 시간이 늘어남에 따라 형성되는 고체 산화박막의 두께도 두꺼워짐을 확인할 수 있다.

[0064] 산소플라즈마 처리 시 처리 강도 및 공기 주입량에 따른 고체 산화박막의 두께 관찰

[0065] 상술한 것과 같은 동일한 방법으로 고체 기관으로 전사된 고체 산화박막을 마련하되, 산소플라즈마 처리 시 처리 강도와 공기 주입량을 변화시키고, 각각의 처리 조건에 따라 형성된 고체 산화박막을 원자간력현미경으로 분석하였다. 먼저, 처리 강도를 10%(10W), 30%(30W), 50%(50W) 및 70%(70W)의 네 가지 경우로 달리하여 고체 산화박막을 형성하고 이들 각각에 대한 두께를 관찰하였다. 처리 강도를 실험 변수로 할 때, 처리 시간은 1분, 공기 주입량은 500cc/min으로 동일하게 하였다. 관찰 결과, 처리 강도가 10%(10W)와 30%(30W)일 경우에는 고체 산

화박막이 형성되지 않았다. 처리 조건 중 공기 주입량은 100cc/min, 300cc/min 및 500cc/min의 세 가지 경우로 달리하였다. 이렇게 공기 주입량을 실험 변수로 할 때, 처리 시간은 1분으로 동일하게 하였고, 처리 강도는 50%(50W) 및 70%(70W)의 두 가지 경우로 달리하였다. 분석 결과는 아래의 [표1]에 나타난 것과 같다.

표 1

Film thickness depend on the plasma condition

Power	10%	30%	50%	70%
500cc/min	generation : ×	generation : ×	generation : ○	generation : ○
1 min				

Gas	100 cc/min	300 cc/min	500 cc/min
P.W. 70%	87 nm	242 nm	274 nm
1 min			

Gas	100 cc/min	300 cc/min	500 cc/min
P.W. 50%	80 nm	260 nm	145 nm
1 min			

[0066]

[0067]

[표1]을 보면, 산소플라즈마 처리 시간이 1분, 처리 강도가 70W인 경우, 공기 주입량을 100cc/min에서 500cc/min으로 증가시키에 따라 형성되는 고체 산화박막의 두께는 87nm에서 274nm로 두꺼워짐을 확인할 수 있었다. 그리고 산소플라즈마 처리 시간이 1분, 처리 강도가 50W인 경우, 공기 주입량을 100cc/min에서 500cc/min으로 증가시키에 따라 형성되는 고체 산화박막의 두께는 80nm에서 145nm로 두꺼워짐을 확인할 수 있었다. 이러한 결과를 통해, 처리 시간과 더불어 처리 강도와 공기 주입량을 늘림으로써 형성되는 고체 산화박막의 두께를 증가시킬 수 있음을 알 수 있었다.

[0068]

한편, 도 9는 상술한 것과 같은 동일한 방법으로 고체 기판으로 전사된 고체 산화박막을 마련하되, 산소플라즈마 처리 강도 및 처리 시간을 최소로 하여 형성한 고체 산화박막을 원자간력현미경으로 분석한 이미지이다. 이때, 처리 시간은 5초, 처리 강도는 50W, 공기 주입량은 100cc/min이다. 도 9에 나타난 것과 같이, 동일한 조건으로 세 번 실험한 결과, 형성된 고체 산화박막의 평균 두께는 61.6nm로 나타났다.

[0069]

제 4 실시예: 미립자가 혼합된 고분자 박막의 제조

[0070]

탄성중합체와 가교제를 10:1의 비율로 혼합한 PDMS를 열가교시켜 기판을 마련하고, 탄성중합체만으로 이루어진 액상 PDMS를 기판에 도포한 후, 1~3 μ m 크기의 실리카 입자를 포함한 에탄올 용액을 액상 PDMS 도포층 위에 떨어뜨리고 에탄올 용액을 증발시켜 미립자를 함유한 액상 PDMS 기질을 형성하였다. 이후, 플라즈마 챔버에 액상 PDMS 기질이 형성된 고체 기판을 넣고 산소플라즈마 처리하여, 액상 PDMS 기질 위에 고체 산화박막을 형성하였다. 산소플라즈마 처리 시 플라즈마 처리 강도는 70W, 공기 주입량은 600cc/min, 처리 시간은 1분으로 하였다. 산소플라즈마 처리 장치로는 펨토사이언스사의 Cute B를 이용하였다.

[0071]

이후, 도 3에 나타난 것과 같이 형성된 고체 산화박막에 칼날을 이용하여 스크래치를 형성하고, 고체 산화박막이 형성된 기판을 물에 넣었다가 빼는 과정을 통해 고체 산화박막을 물과 공기의 계면으로 전사시켰다. 그리고 물과 공기의 계면으로 전사된 고체 산화박막을 고체 PDMS 기판으로 떼내었다. 이후, 전사된 고체 산화박막에 남아있는 잔여 액상 PDMS를 제거하고, 이를 원자간력현미경(XE-70(Park Systems))으로 관찰하였다.

[0072] 도 10은 형성된 고체 산화박막을 원자간력현미경으로 분석한 결과를 나타낸 것이다. 분석 결과, 도 10에 나타낸 것과 같이 형성된 고체 산화박막 중 실리카 입자가 존재하는 곳의 위상이 상대적으로 낮게 나타남을 알 수 있었고, 이를 통해 실리카 입자들이 혼합된 고분자 박막이 성공적으로 형성되었음을 확인할 수 있었다.

[0073] 이러한 제 4 실시예를 통해, 실리카 입자 등 다양한 종류의 입자들을 액상 PDMS에 혼합하여 고분자 박막을 제조할 수 있음을 확인할 수 있었다. 다양한 종류의 첨가제를 추가하면 분리막으로 사용되는 고분자 박막의 선택도를 증가시키거나, 고분자 박막 형성 후 첨가제로 포함된 미립자를 물리적 또는 화학적 방법으로 제거함으로써 미세 구멍의 크기가 다양한 다공성의 고분자 박막을 제조할 수 있다.

[0074] 앞에서 설명되고 도면에 도시된 본 발명의 실시예는 본 발명의 기술적 사상을 한정하는 것으로 해석되어서는 안 된다. 본 발명의 보호범위는 특허청구범위에 기재된 사항에 의해서만 제한되고, 본 발명의 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자는 본 발명의 기술적 사상을 다양한 형태로 개량 및 변경하는 것이 가능하다. 따라서, 이러한 개량 및 변경은 해당 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 자명한 것인 한 본 발명의 보호범위에 속하게 될 것이다.

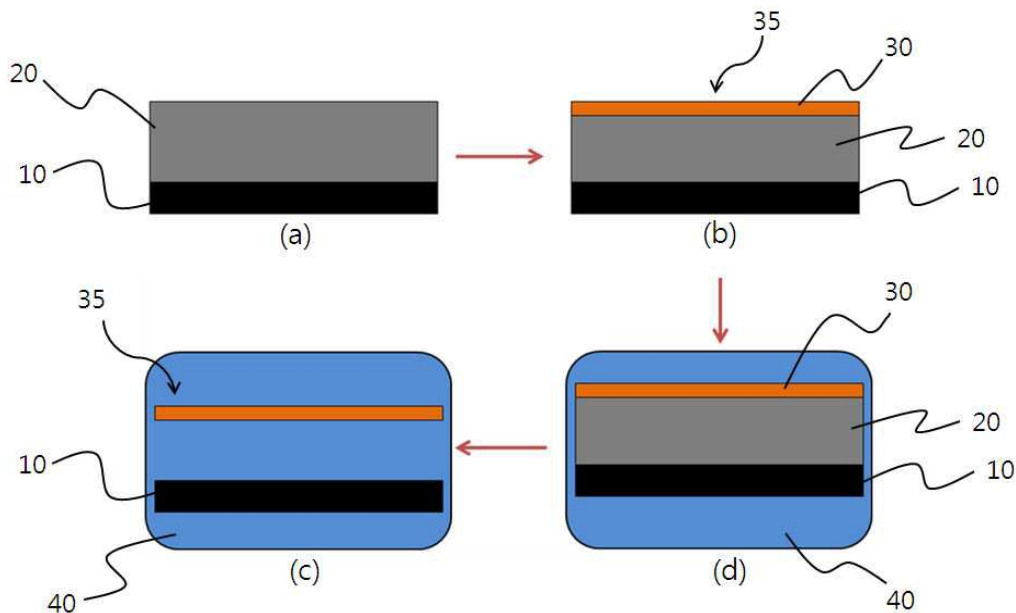
부호의 설명

[0075]

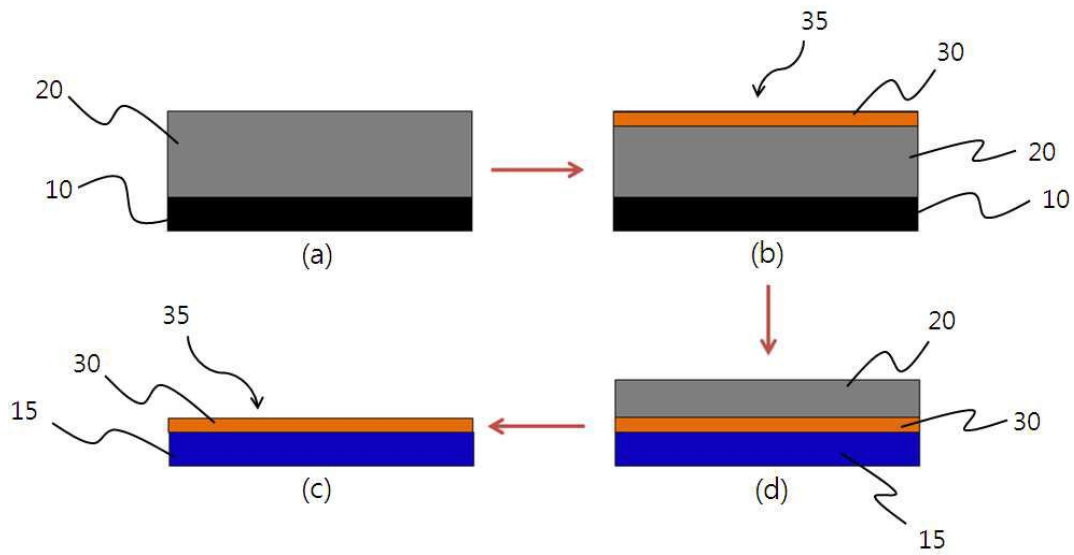
10, 15 : 기관	20 : 액상 PDMS 기질
30 : 산화박막	35 : 고분자 박막
40 : 용매	50 : 용액

도면

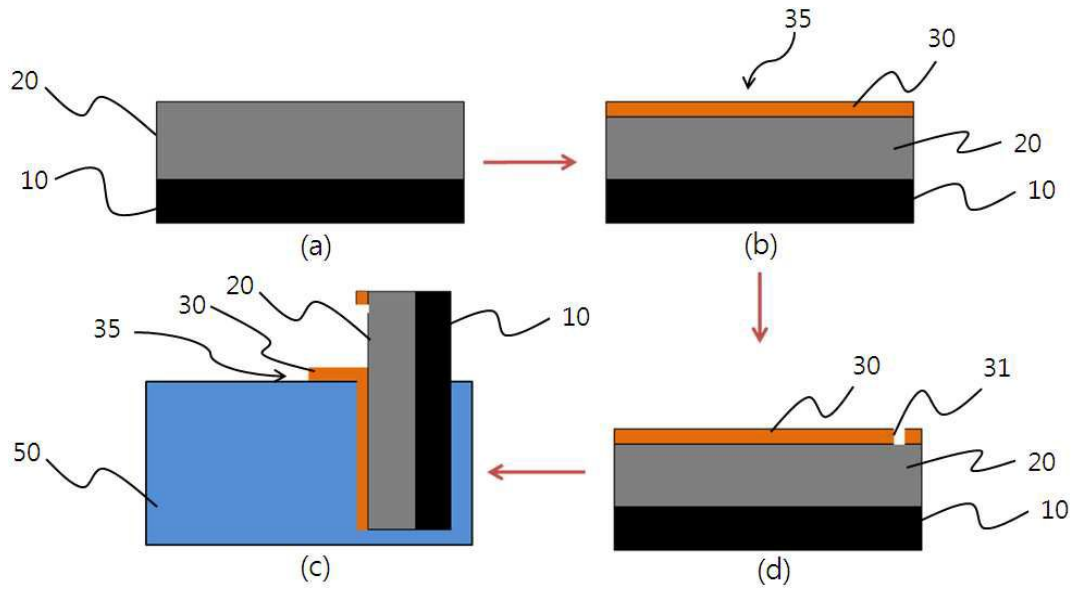
도면1



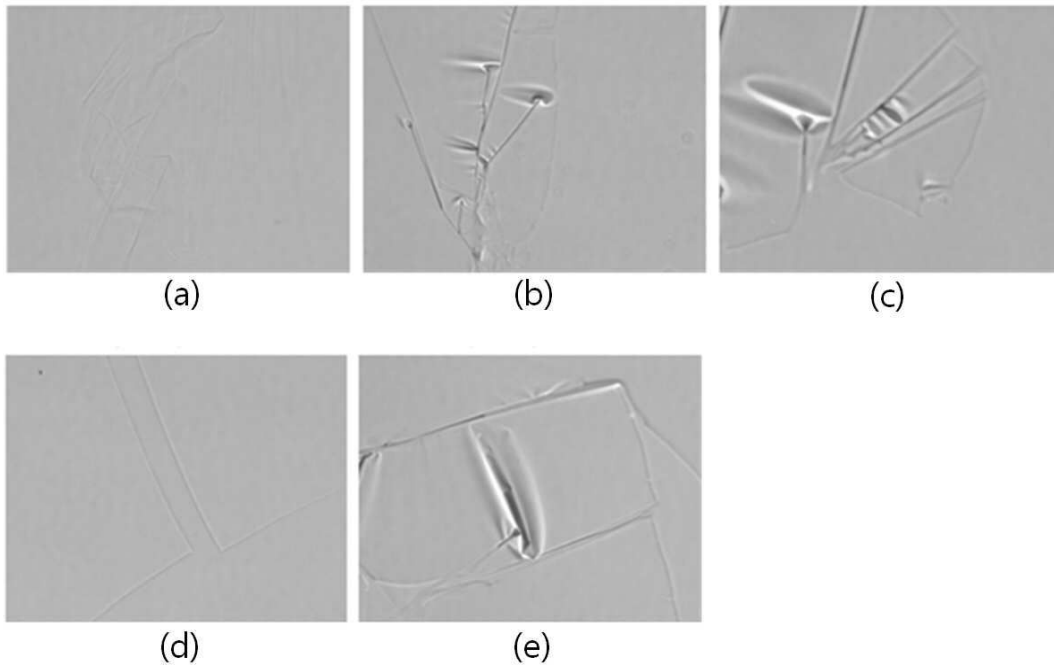
도면2



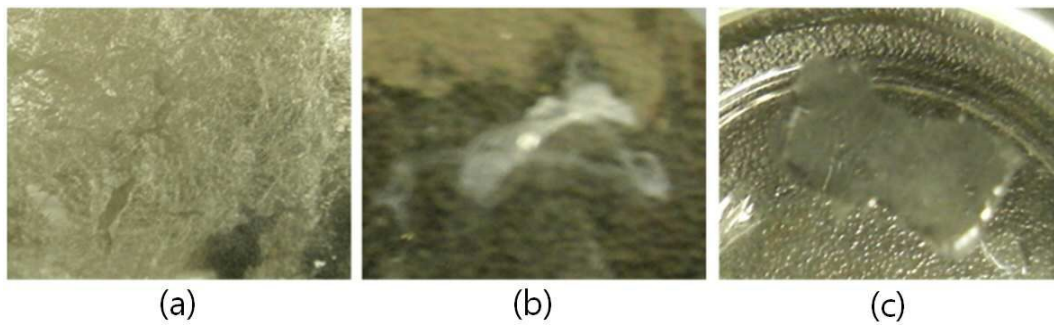
도면3



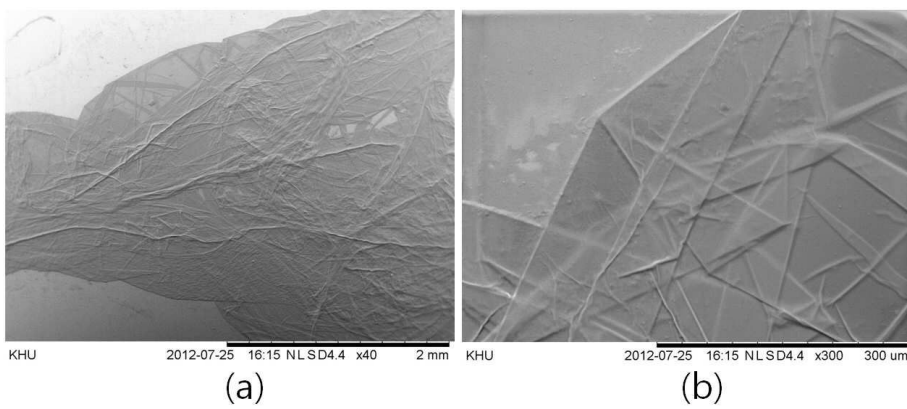
도면4



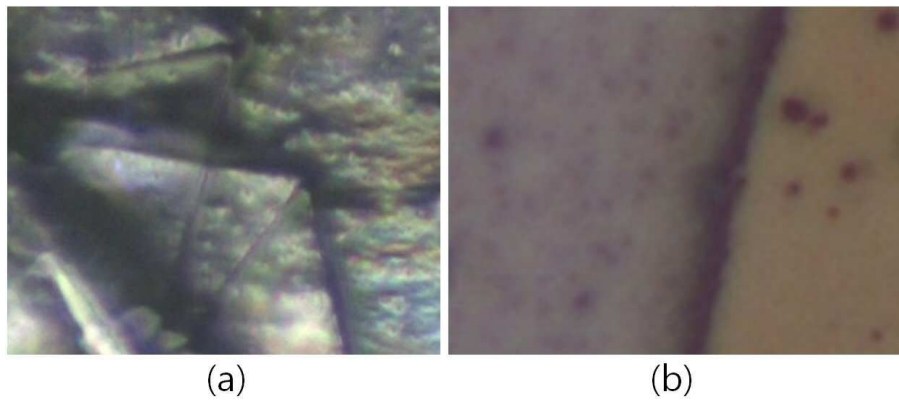
도면5



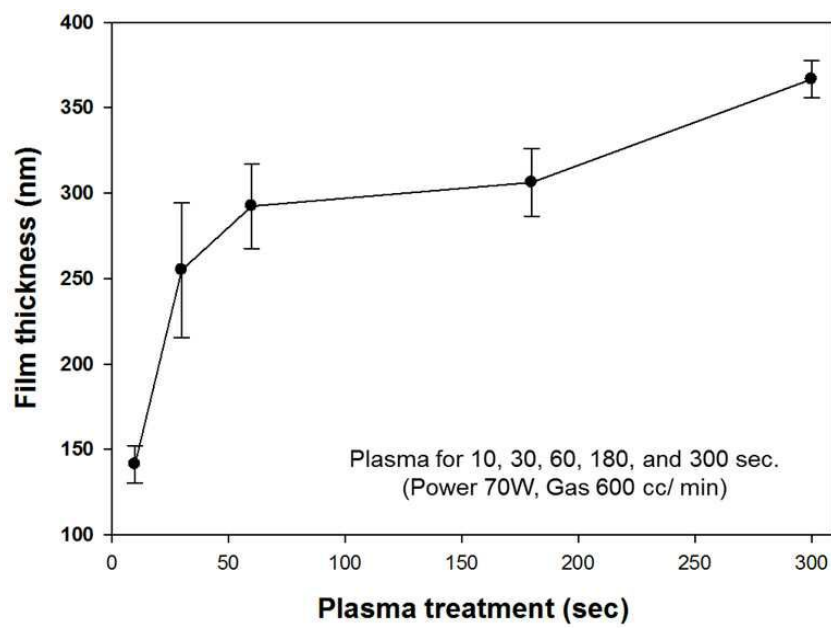
도면6



도면7

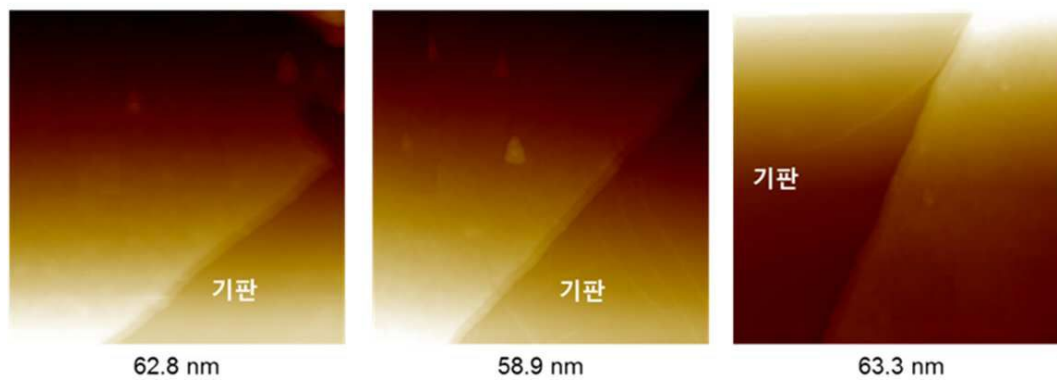


도면8



도면9

Film thickness depend on the plasma condition
(Generation : 5 sec, Power : 50%, Gas : 100 cc/min)



도면10

