(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2023년08월18일
(11) 등록번호 10-2568858
(24) 등록일자 2023년08월16일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C09D 11/03 (2014.01)
(52) CPC특허분류
C09D 11/03 (2013.01)
B41M 1/22 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2019-7026339
(22) 출원일자(국제) 2018년02월08일
심사청구일자 2021년02월04일
(85) 번역문제출일자 2019년09월06일
(65) 공개번호 10-2019-0111126
(43) 공개일자 2019년10월01일
(86) 국제출원번호 PCT/IB2018/050791
(87) 국제공개번호 WO 2018/146619
국제공개일자 2018년08월16일
(30) 우선권주장
62/456,322 2017년02월08일 미국(US)
(56) 선행기술조사문헌
KR1020110002022 A*
US20160168408 A1*
WO2015192248 A1*
*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
내션얼 리서치 카운슬 오브 캐나다
캐나다, 케이1에이 0알6 온타리오, 오타와, 룸 2 9씨, 빌딩 엠-55, 몬트리올 로드 1200
(72) 발명자
리우, 샹양
캐나다 케이2제이 5와이1, 온타리오 오타와, 하이베리 파크 드라이브 115
파퀘, 샨탈
캐나다 케이0에이 1엘0, 온타리오 오타와, 델라니 드라이브 130
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
특허법인위더피플

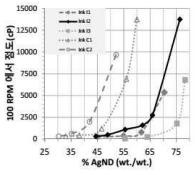
전체 청구항 수 : 총 15 항 심사관 : 조혜인

(54) 발명의 명칭 **낮은 점도 및 낮은 처리 온도를 갖는 실버 분자 잉크**

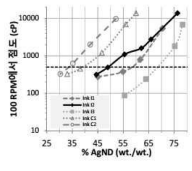
(57) 요 약

분자 잉크는 실버 카복실레이트; 유기 아민; 및 중합체 결합제가 유기 아민과 양립하도록 유도하는 기능기를 갖는 폴리에스테르, 폴리이미드, 폴리에테르 이미드 또는 그들의 임의의 혼합물을 포함하는 중합체 결합제를 포함한다. 상기 잉크는 현재 존재하는 실버 잉크 보대 더 높은 실버 로딩양, 더 낮은 점도 및 더 낮은 처리 온도를 가질 수 있다.

대 표 도 - 도1



도. 1A



도. 1B

(52) CPC특허분류
C09D 11/037 (2013.01)
C09D 11/52 (2013.01)
(72) 발명자
켈, 아놀드 제이.
캐나다 케이1더블유 1이7, 온타리오 오타와, 노블 우드 웨이 2211
말렌판트, 패트릭 롤랜드 루시엔
캐나다 케이4에이 0엘4, 온타리오 오타와, 오크크레스트 웨이 304
디오르, 바바나
캐나다 케이1엔 1케이7, 온타리오 오타와, 볼튼 스트리트 125-205

명 세 서

청구범위

청구항 1

실버 카복실레이트; 유기 아민; 중합체 결합제가 유기 아민과 양립하도록 유도하는 기능기를 갖는 폴리에스테르, 폴리이미드, 폴리에테르 이미드 또는 그들의 임의의 혼합물을 포함하는 중합체 결합제를 포함하는 분자 잉크로서,

잉크 내에 상기 실버 카복실레이트는 실버 네오데카노에이트를 잉크의 전체 중량을 기준으로 23 wt% 이상의 양으로 포함하고,

상기 유기 아민은 알킬아민, 히드록시알킬아민 또는 환형 아민을 포함하며 잉크의 전체 중량을 기준으로 5 내지 50 wt%의 양으로 존재하고,

상기 중합체 결합제는 잉크의 전체 중량을 기준으로 0.1 내지 10 wt%의 양으로 포함되며,

상기 기능기는 히드록실, 카복실, 아미노 및 설포닐기로 구성된 군으로부터 선택되는 하나 또는 그 이상인 잉크.

청구항 2

삭제

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 실버 네오데카노에이트는 잉크의 전체 중량을 기준으로 70 wt% 이상의 양으로 존재하는 것인, 잉크.

청구항 4

삭제

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 유기 아민은 피리딘, 피리미딘, 피롤, 피롤리딘, 옥사졸린, 피페리딘, 이소옥사졸레 또는 몰포린을 포함하는 것인, 잉크.

청구항 6

제1항에 있어서,

상기 유기 아민은 아미노-2-프로판올, 2-에틸-1-헥실아민 또는 2-에틸-2-옥사졸린을 포함하는 것인, 잉크.

청구항 7

삭제

청구항 8

제1항에 있어서,

상기 중합체 결합제는 히드록실- 및/또는 카복실-말단 폴리에스테르를 포함하는 것인, 잉크.

청구항 9

제8항에 있어서,

상기 중합체 결합제는 잉크의 전체 중량을 기준으로 0.5 wt% 내지 10 wt%의 양으로 존재하는 것인, 잉크.

청구항 10

제9항에 있어서,

용매를 잉크의 전체 중량을 기준으로 5 wt% 내지 40 wt%의 양으로 추가로 포함하는 것인, 잉크.

청구항 11

제10항에 있어서,

상기 용매는 옥탄올인 것인, 잉크.

청구항 12

제1항에 있어서,

1 cP 내지 15,000 cP의 점도를 갖는 것인, 잉크.

청구항 13

기판 상에 전도성 실버 트레이스를 생성하는 방법으로, 상기 방법은:

기판 상에 제1항, 제3항, 제5항, 제6항 및 제8항 내지 제12항 중 어느 한 항에 따른 잉크를 증착시켜 기판 상에 잉크의 비-전도성 트레이스를 형성하는 단계, 및

기판 상에 잉크의 비-전도성 트레이스를 소결하여 전도성 실버 트레이스를 형성하는 단계를 포함하는 것인, 방법.

청구항 14

제13항에 있어서,

상기 소결은 150℃ 내지 175℃의 온도에서 1분 내지 120분의 시간 동안 수행되는 것인, 방법.

청구항 15

제13항에 있어서,

상기 기판은 폴리에틸렌 테레프탈레이트, 폴리올레핀, 폴리디메틸실록산, 폴리스티렌, 아크릴로니트릴/부타디엔/스티렌, 폴리카보네이트, 폴리이미드, 열가소성 폴리우레탄, 실리콘 멤브레인, 울, 실크, 면, 아마, 황마, 모드, 대나무, 나일론, 폴리에스테르, 아크릴, 아라미드, 스판덱스, 폴리락티드, 종이, 유리, 금속 또는 유전 코팅을 포함하는 것인, 방법.

청구항 16

제13항에 있어서,

상기 증착은 인쇄를 포함하는 것인, 방법.

청구항 17

제1항, 제3항, 제5항, 제6항 및 제8항 내지 제12항 중 어느 한 항에 따른 잉크로부터 생성된 전도성 실버 트레이스를 포함하는 기판.

청구항 18

제17항에 따른 기판을 포함하는 전기 장치.

청구항 19

삭제

청구항 20

삭제

청구항 21

삭제

청구항 22

삭제

청구항 23

삭제

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 출원은 잉크, 특히 높은 실버 로딩양을 갖고 비교적 낮은 온도에서 소결될 수 있는 저-점도 인쇄가능한 분자 잉크에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 실버 네오데카노에이트를 기반으로 하는 분자 잉크가 스트린 인쇄를 위해 제작되어 왔다. 상기 잉크는 우수한 기계적 및 전기적 특성을 가지면서도 우수한 인쇄 품질을 갖고 있음이 입증되어 있지만, 적어도 2개의 한계가 존재한다.

[0003] 첫째, 용매 또는 담체 내의 그들의 낮은 용해성으로 인하여, 실버 염은 균일한 잉크를 형성하기 위해 많이 희석되어야만 한다. 낮은 농도의 실버 염은 일단 인쇄되면 얇은 실버 증착을 초래한다. 생성된 잉크는 또한 많은 인쇄 기술(에어로졸 제트, 잉크젯 인쇄, 플렉소-그라비어 인쇄)에서 요구되는 것 보다 큰, 비교적 높은 점도를 가진다. 실버 네오데카노에이트 잉크의 두꺼운 트레이스를 인쇄하기 위하여, 다중 층이 인쇄된다(잉크젯 또는 에어로졸 제트). 만약 인쇄 기술이 낮은 점도의 잉크를 요구하는 경우, 실버 네오데카노에이트 잉크는 교대로 매우 얇은 증착을 산출하기 위하여 잉크의 상대적 실버 함량을 감소시키면서 희석되어야 한다. 또한, 다중 층의 인쇄는 시간 소모적이고 열악한 인쇄 품질을 야기할 수 있다.

[0004] 둘째, 상기 잉크는 약 220-240℃의 처리 온도를 요구하기 때문에, 가장 높은 전도성을 가지기 위해서는 열적 소결이 일반적으로 Kapton™와 같은 비싼 기판하고만 양립가능하다. 실버 네오데카노에이트의 트레이스는 더 긴 처리 시간이 사용되는 경우에만 저온에서 소결될 수 있다.

[0005] 따라서, 실버 염 잉크 제제, 특히 실버 염의 더 많은 로딩량을 가능하게 하고 실버가 더 낮은 온도에서도 소결될 수 있도록 하는 실버 네오데카노에이트의 제제에 대한 필요성이 존재한다.

발명의 내용

[0006] 분자 실버 잉크는 잉크 내 실버 염의 분산성(용해도)를 증가시켜 잉크 내의 실버 로딩량이 증가되도록 배합된다. 배합된 잉크는 실버 함량의 절충 없이 현재 존재하는 실버 잉크 보다 더 낮은 점도를 가진다. 상기 실버 잉크는 또한 현재 존재하는 실버 잉크에 비해 낮은 처리 온도를 요구할 수 있다.

[0007] 일 측면에서, 실버 카복실레이트; 유기 아민; 및 중합체 결합제가 유기 아민과 양립하도록 유도하는 기능기를 갖는 폴리에스테르, 폴리이미드, 폴리에테르 이미드 또는 그들의 임의의 혼합물을 포함하는 중합체 결합제를 포함하는 분자 잉크가 제공된다.

[0008] 다른 측면에서, 기판 상에 전도성 실버 트레이스를 생성하는 방법이 제공되고, 상기 방법은 기판 상에 분자 잉크를 증착시켜 기판 상에 잉크의 비-전도성 트레이스를 형성하는 단계, 및 기판 상에 잉크의 비-전도성 트레이스를 소결하여 전도성 실버 트레이스를 형성하는 단계를 포함한다.

[0009] 다른 측면서, 상기 기술된 방법에 의해 생성된 전도성 실버 트레이스를 포함하는 기판이 제공된다.

[0010] 다른 측면에서, 상기 기술된 방법에 의해 생성된 전도성 실버 트레이스를 갖는 기판을 포함하는 전기 장치가 제공된다.

[0011] 추가의 특징이 다음의 상세한 설명의 과정에 기재되거나 명백해질 것이다. 본 명세서에 기재된 각각의 특징은 임의의 하나 이상의 기재된 다른 특징과 임의의 조합으로 사용 될 수 있고, 각각의 특징은 당업자에게 명백한것을 제외하고는 다른 특징의 존재에 반드시 의존하지 않는다는 것을 이해해야 한다.

도면의 간단한 설명

[0012] 명확한 이해를 위해, 첨부된 도면을 참조하여 바람직한 구체예를 상세히 설명할 것이다:

도 1A 및 도 1B는 선형 스케일(도 1A) 및 반대수 스케일(도 1B)로 나타낸 실버 네오데카노에이트(AgND) 중량 부분(wt/wt)으로서 다양한 잉크의 점도(cP) 그래프를 나타낸다. 도 1B 내의 500 cP 점도에서 검정색의 평행한 점선은 잉크 I1, 잉크 I2 및 잉크 I3이 잉크 C1 및 잉크 C2 보다 500 cP에서 더 많은 AgND 로딩량을 가짐을 나타낸다.

도 2는 본 발명에 따른 실버 네오데카노에이트(AgND) 잉크(잉크 I1, 잉크 I2 및 잉크 I3)에 대한 소결 온도(℃)의 함수로서 다양한 배합을 갖는 다른 AgND 잉크(잉크 C1 및 잉크 C2)와 비교한 공칭 20 mil 라인의 시트 저항(mΩ/sq/mil)에 대한 그래프를 나타내고, 여기서 상기 잉크는 45분 동안 소결된 것이다.

도 3은 45분 동안 200℃에서 다양한 잉크(잉크 I1, 잉크 I2, 잉크 I3, 잉크 C1 및 잉크 C2)의 트레이스를 가열한 이후에 AgND 중량 부분(wt/wt)에 대한 함수로서 공칭 20 mil 라인의 단면적(mm^2)에 대한 그래프를 나타낸다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0013] 실버 카복실레이트는 실버 이온 및 카복실산 모이어티를 함유하는 유기기를 포함한다. 상기 카복실레이트는 바람직하기는 1 내지 20개의 탄소 원자, 더욱 바람직하기는 6 내지 15개의 탄소 원자, 더욱더 바람직하기는 8 내지 12개의 탄소 원자, 예를 들면 10개의 탄소 원자를 포함한다. 상기 카복실레이트는 바람직하기는 알카노에이트이다. 상기 실버 카복실레이트는 바람직하기는 알카노인산의 실버 염이다. 바람직한 실버 카복실레이트의 몇몇 비-제한적 예로는 실버 에틸헥사노이에트, 실버 네오데카노에이트, 실버 벤조에이트, 실버 페닐아세테이트, 실버 이소부틸일아세테이트, 실버 벤조일아세테이트, 실버 옥살레이트, 실버 피발레이트 및 그들의 혼합물이 있다. 실버 네오데카노에이트가 특히 바람직하다. 하나 또는 그 이상의 실버 카복실레이트가 잉크에 존재할 수 있다. 상기 실버 카복실레이트는 바람직하기는 잉크 내에 분산된다. 바람직하기는, 상기 잉크는 금속 실버 물질의 프레이트 또는 그밖의 입자를 함유하지 않는다.

[0014] 상기 실버 카복실레이트는 바람직하기는 잉크의 전체 중량을 기준으로 잉크 내에 약 23 wt% 이상의 실버 로딩을 제공하기 위한 양으로 존재한다. 더욱 바람직하기는 약 23.5 wt% 이상, 또는 약 25 wt% 이상, 또는 약 26.5 wt% 이상, 또는 약 27 wt% 이상의 실버 로딩을 제공한다. 상기 실버 카복실레이트가 실버 네오데카노에이트인 경우, 상기 실버 네오데카노에이트는 바람직하기는 잉크의 전체 중량을 기준으로 약 61 wt% 이상, 또는 약 65 wt% 이상, 또는 약 68 wt%이상, 또는 약 70 wt% 이상의 양으로 잉크 내에 존재할 수 있다.

[0015] 상기 유기 아민은 바람직하기는 알킬아민, 히드록시알킬아민 또는 환형 아민이다. 상기 유기 아민은 바람직하기는 2 내지 12개의 탄소 원자, 더욱 바람직하기는 2 내지 8개의 탄소 원자를 포함한다. 알킬아민의 몇몇 비-제한적 예로는 2-에탈 -1-헥실아민, 1-옥틸아민, 1-헥실아민 등이 있다. 히드록시알킬아민의 몇몇 비-제한적 예로는 1,2-에탄올아민, 1-아미노이소프로판올(아미노-2-프로판올), 1,3-프로판올아민, 1,4-부탄올아민 등이 있다. 환형 아민의 몇몇 비-제한적 예로는 피리딘, 피리미딘, 피롤, 피롤리딘, 옥사졸린, 피페리딘, 이소옥사졸레, 몰포린 등이 있다. 하나 이상의 유기 아민이 잉크 내에 존재할 수 있다.

[0016] 상기 유기 아민은 잉크의 전체 중량을 기준으로 임의의 적합한 양, 바람직하기는 약 5 wt% 이상, 더욱 바람직하기는 약 8 wt% 이상의 양으로, 바람직하기는 약 50 wt% 이하, 더욱 바람직하기는 약 25 wt% 이하, 더욱더 바람직하기는 20 wt% 이하의 양으로 잉크 내에 존재할 수 있다. 바람직한 예의 범위는 약 5 wt% 내지 약 50 wt%, 또는 약 10 wt% 내지 약 50 wt%, 또는 약 5 wt% 내지 약 25 wt%이다.

[0017] 상기 중합체 결합제는 상기 중합체 결합제가 유기 아민과 양립가능하게 유도하는 기능기를 갖는 폴리에스테르, 폴리이미드, 폴리에테르 이미드 또는 그들의 혼합물 포함한다. 따라서, 상기 유기 아민의 혼합물은 상당한 상분리를 야기하지 않는다. 상기 중합체 결합제는 가용성, 예를 들면 용매에서 가용성이다. 상기 중합체 결합제가 유기 아민과 양립가능하게 유도하는 기능기는 수소 결합, 예를 들면 하나 또는 그 이상의 히드록실, 카복실, 아미노 및 설포닐기에 관여할 수 있는 극성기이다. 바람직하기는, 상기 중합체 결합제는 말단 히드록실 및/또는 카복실기를 포함한다. 상기 중합체 결합제는 바람직하기는 상기 폴리에스테르가 유기 아민과 양립가능하게 유도하는 기능기를 갖는 폴리에스테르를 포함한다. 더욱 바람직하기는, 상기 중합체 결합제는 히드록실- 및/또는 카복실-말단 폴리에스테르이다.

[0018] 다른 종류의 중합체 결합제가 사용될 수 있다. 상기 다른 종류의 중합체 결합제는 호모폴리머 또는 코폴리머일 수 있다. 상기 다른 종류의 중합체 결합제는 열가소성 또는 탄성중합체일 수 있다.

[0019] 상기 중합체 결합제는 잉크의 전체 중량을 기준으로 임의의 적합한 양, 바람직하기는 약 0.1 wt% 내지 약 10 wt%의 양으로 잉크 내에 존재할 수 있다. 더욱 바람직하기는 약 0.5 wt% 내지 약 10 wt%, 또는 약 0.1 wt% 내지 5 wt%, 또는 0.5 wt% 내지 약 3 wt%, 또는 약 1 wt% 내지 약 2 wt%의 양으로 잉크 내에 존재할 수 있다.

[0020] 특히 바람직한 구현예에서, 상기 분자 잉크는 잉크의 전체 중량을 기준으로 약 61 wt% 이상의 실버 네오데카노에이트; 약 5 wt% 내지 약 50 wt%의 아미노-2-프로판올, 2-에틸-1-헥실아민 또는 2-에틸-2-옥사졸린; 및 약 0.5 wt% 내지 약 3 wt%의 히드록실- 및/또는 카복실-말단 폴리에스테르를 포함한다.

[0021] 상기 분자 잉크는 임의적으로 용매를 포함할 수 있다. 상기 용매는 바람직하기는 유기 아민 또는 중합체 결합제 중 하나 또는 둘 다와 양립할 수 있다. 상기 용매는 바람직하기는 상기 유기 아민 또는 중합체 결합제 모두와 양립가능하다. 상기 유기 아민 및/또는 중합체 결합제는 바람직하게는 가용성, 예를 들면 용매에서 가용성이다. 상기 용매는 바람직하기는 유기 용매, 더욱 바람직하기는 비-방향족 유기 용매이다. 비-방향족 유기 용매는 예를 들면, 글리콜 에테르(예를 들면, 디프로필렌 글리콜 메틸 에테르), 알코올(예를 들면, 메틸시클로헥사놀, 옥타놀, 헵타놀), 카르비톨(예를 들면, 2-(2-에톡시에톡시)에탄올) 또는 그들의 혼합물을 포함한다. 알코올, 바람직하기는 C_1-C_{10} 알칸올, 더욱 바람직하기는 C_6-C_8 알칸올, 예를 들면 옥탄올이 특히 바람직하다. 사용되는 경우, 상기 용매는 잉크의 전체 중량을 기준으로 임의의 적합한 양, 바람직하기는 약 1 wt% 내지 약 50 wt%으로 잉크 내에 존재할 수 있다. 더욱 바람직하기는 약 2 wt% 내지 약 50 wt%, 또는 약 5 wt% 내지 약 50 wt%, 또는 약 5 wt% 내지 약 40 wt%, 또는 약 5 wt% 내지 약 20 wt%의 양으로 존재한다. 존재하는 경우, 상기 용매는 일반적으로 잉크의 잔부를 구성한다.

[0022] 상기 잉크는 약 1 cP 내지 약 50,000 cP의 점도를 가질 수 있다. 예를 들면, 상기 잉크의 점도는 약 1 cP 내지 약 15,000 cP일 수 있다.

[0023] 잉크의 각 성분들의 상대적인 양은 현재 알려진 실버 네오데카노에이트 잉크 보다 낮은 점성 및 저처리 온도를 가지면서도, 잉크 내 실버 카복실레이트의 분산성(예를 들면, 용해도)를 변경하는데 있어서 중요한 역할을 할 수 있다. 잉크 내 각 성분들의 함량에 대한 바람직한한 구현예는 잉크가 더 낮은 점도 및 더 높은 실버 로딩양

에서 특히 개선된 처리 온도를 가지도록 유도한다.

[0024] 상기 잉크는 임의의 적합한 방법으로 기판 상에 침작되어 기판 상에 잉크의 비-전도성 트레이스를 형성할 수 있다. 상기 잉크는 인쇄, 예를 들면 스크린 인쇄, 잉크젯 인쇄, 플렉소그래피 인쇄(예를 들면, 스탬프), 그라비어 인쇄, 오프-세트 인쇄, 에어브러싱, 에어로졸 인쇄, 타이프세팅, 또는 임의의 다른 방법에 적합하다. 상기 잉크는 다양한 상이한 인쇄 기술에 대해 고유하게 최적화가능하다.

[0025] 기판 상에 증착된 후, 비-전도성 트레이스 내의 실버 카르복실레이트를 건조 및 분해는 전도성 트레이스를 형성한다. 건조 및 분해는 임의의 적합한 기술에 의해 달성될 수 있으며, 여기서 상기 기술 및 조건들은 트레이스가 침착된 기판의 유형 및 잉크 내의 실버 카르복실레이트의 유형에 의해 안내된다. 예를 들면, 잉크의 건조 및 실버 카르복실레이트의 분해는 가열 및/또는 광자 소결에 의해 달성될 수 있다.

[0026] 하나의 기술에서, 기판의 가열은 트레이스를 건조 및 소결시켜 전도성 트레이스를 형성한다. 소결은 실버 카르복실레이트를 분해하여 실버의 전도성 입자(예를 들면, 나노입자)를 형성한다. 가열은 비교적 낮은 온도 약 185℃, 특히 약 150-185℃ 또는 약 150-175℃에서 수행되면서도 비교적 높은 전도성 실버 트레이스를 형성할 수 있다는 장점이 있다. 저온에서 소결할 수 있는 능력은 잉크의 장점이지만, 가열은 바람직하기는 더 높은 온도, 예를 들면 약 185℃ 또는 그 이상 부터 약 250℃의 온도까지에서 수행될 수 있다.

[0027] 가열은 바람직하기는 약 3 시간 이하, 더욱 바람직하기는 약 2 시간 이하, 예를 들면 약 1-180 분, 또는 약 2-120 분의 시간 동안 수행될 수 있다. 가열은 기판 상의 트레이스를 소결하여 전도성 트레이스를 형성할 수 있는 온도 및 시간 사이의 충분한 균형에서 수행된다. 가열 장치의 유형은 또한 소결에 필요한 온도 및 시간에 영향을 미친다. 소결은 산화 분위기(예를 들면, 공기) 또는 분활성 분위기(예를 들면, 질소 및/또는 아르곤 가스) 하에 기판으로 수행될 수 있다.

[0028] 다른 기술에서, 광자 소결 시스템은 빛의 광대역 스펙트럼을 전달하는 고강도 램프(예를 들면, 펄스형 제논 램프)를 특징으로 할 수 있다. 상기 램프는 트레이스에 약 5 내지 20 J/cm^2의 에너지를 전달할 수 있다. 펄스 폭은 바람직하기는 약 0.58-1.5 ms의 범위이다. 구동 전압은 바람직하게는 약 1.6-2.8kV이다. 광자 소결은 주변 조건(예를 들면, 공기) 하에서 수행될 수 있다. 광자 소결은 폴리에틸렌 테레프탈레이트 및 폴리이미드 기판에 특히 적합하다. 낮은 에너지(예를 들면, 10 J/cm^2이하)의 사용은 폴리에틸렌 테레프탈리에트 및 폴리에틸렌 나프탈레이트와 같은 저온 기판 상의 잉크의 호환성을 증사시키고, 본원에 기술된 바와 같이 아민을 함유하는 실버 네오데카노네이트-기반 잉크를 사용하는 경우 실질적으로 적은 기판 손상을 야기한다.

[0029] 기판 상에 잉크를 건조 및 소결하여 형성된 전도성 트레이스는 임의의 원하는 두께 및 폭을 가질 수 있다. 비교적 높은 전도성(예를 들면, 비교적 낮은 비저항)을 유지하면서 비교적 얇고 및/또는 좁은 전도성 트레이스를 형성하기 위해 잉크가 건조되고 소결될 수 있다는 장점이 있다. 또한, 잉크로부터 형성된 소결된 트레이스는 가요성이므로, 임의의 개방 회로 차단 없이(개방 실패 없이) ASTM F1683-02 굴곡 & 주름 테스트를 통과할 수 있다. 애플리게이션의 제작시에는 저항에서의 가장 적은 간으한 변화가 요구된다. 개방 회로 차단은 전도성(예를 들면, 무한한 저항)에서의 전체 손실로 정의된다.

[0030] 상기 기판은 임의의 적합한 표면, 특히 인쇄가능한 표면일 수 있다. 인쇄가능한 표면은 예를 들면, 폴리에틸렌 테레프탈레이트(PET)(예를 들면, Melinex ™), 폴리에틸렌 나프탈레이트(PEN), 폴리올레핀(예를 들면, 실리카-충전된 폴리올레핀(Teslin™)), 폴리디메틸실록산(PDMS), 폴리스티렌, 아크릴로니트릴/부타디엔/스티렌, 폴리카보네이트, 폴리이미드(예를 들면, Kapton™), 열가소성 폴리우레탄(TPU), 실리콘 멤브레인, 울, 실크, 면, 아마, 황마, 모드, 대나무, 나일론, 폴리에스테르, 아크릴, 아라미드, 스판덱스, 폴리락티드, 종이, 유리, 코팅된 유리(예를 들면, ITO-코팅된 유리), 금속, 유전 코팅 등을 포함한다.

[0031] 기판 상의 증착된 전도성 트레이스는 전자 디바이스, 예를 들면 전기 회로, 전도성 버스 바(예를 들면, 광전지용), 센서(예를 들면, 터치 센서, 웨어러블 센서), 안테나(예를 들면, RFID 안테나), 박막 트랜지스터, 다이오드, 스마트 패키징(예를 들면, 스마트 약물 포장), 장비 및/또는 차량의 적합한 인서트, 저 패스 필터(low pass filter)를 포함하는 다층 회로 및 MIM 장치, 주파수 선택성 표면, 고온에 견딜 수 있는 적합한 표면 상의 트랜지스터 및 안테나와 통합될 수 있다. 상기 잉크는 전자 장치의 소형화를 가능하게 한다.

[0032] 실시예:

[0033] *실시예 1: 실버 네오데카노에이트 잉크*

[0034] 일련의 실버 네오데카노에이트(AgND)-기반 잉크를 하기의 표 1에 따라 배합하였다. 잉크 I1, I2 및 I3는 본 발명에 따라 제조하고, 잉크 C1 및 C2를 AgND-기반 잉크와 다른 배합을 갖는 대조 샘플로 하였다. 상기 잉크들은 잉크의 분해 온도에 영향을 미치는 여러 종류의 담체를 가진다. 각 잉크는 담체의 가장 무거운 부분, 즉 옥탄올(잉크 I1 및 잉크 C2), 아킬아민(잉크 I2), 옥사졸린(잉크 I3) 및 테르펜 알코올(잉크 C1)으로 이루어진 다른 성분을 가진다.

표 1

[0035]

잉크 성분	잉크I1	잉크I2	잉크I3	잉크I4	잉크I5	잉크 C1	잉크 C2
실버 네오데카노에이트 (wt%)	70.4	76.3	74.9	78.3	79.7	60	5
아미노-2-프로판올 (wt%)	10.0	/	/	/	/	/	/
2-에틸-1-헥실아민 (wt%)	/	14.9	/	/	/	/	/
2-에틸-2-옥사졸린	/	/	14.7	12.8	10.7	/	/
Rokrapol™ 7075 (wt%)	1.5	1.6	1.6	1.2	1.6	1.6	/
에틸셀룰로오스 46cp (wt%)	/	/	/	/	/	/	4.0
옥탄올 (wt%)	18.1	7.2	8.8	7.7	8.0	/	34.5
테르피네올 (wt%)	/	/	/	/	/	38.4	/
디에틸벤젠 (wt%)	/	/	/	/	/	/	11.5

[0036] 우선, 1-아미노-2-프로판올(히드록시아민), 2-에틸-1-헥실아민(알킬아민) 및 2-에틸-2-옥사졸린(옥사졸린)을 함유하는 잉크를 옥탄올 내 실버 네오데카노에이트 염의 농축 현탁액으로 제조하였다. 상기 1-아미노-2-프로판올, 2-에틸-1-헥실아민 또는 2-에틸-2-옥사졸린을 그 다음 모르타르를 사용하여 상기 현탁액에 천천히 넣고, 맑은 균질의 점성 용액이 형성될 때까지 교반하였다. 다른 잉크들은 모든 성분을 배합하고 용액이 균질해 질때까지 플러드 믹서로 교반하여 제조하였다. 2개의 중합체 결합제 중 하나를 상기 잉크에 첨가하였다: Rokrapol™ 7075(폴리에스테르) 또는 에틸 셀룰로오스 46cP.

[0037] 상기 잉크의 점도를 AgND 로딩 분획으로 측정하였다. 상기 테스트의 경우, 잉크의 실버 네오데카노에이트 성분을 표 1의 배합에 대한 동일한 비율로 각각의 담체 및 아민으로 희석하였다. 상기 잉크의 점도를 20.5℃에서 UL 어답터가 장착된 Brookfield RV-DV-III ultra Rheometer를 사용하여 측정하였다.

[0038] 상기 4개의 잉크를 400 메시 카운트를 갖는 스크린(19 μm의 스레드 직경 및 45 μm의 메시 개구를 갖는 스테인레스 스틸 스크린)을 사용하여 Kapton™ HPP-ST의 8.5x11" 시트로 스크린 인쇄하였다. 상기 스크린은 선 10 cm의 길이 및 2-20 mil의 폭을 포함하였다. 상기 인쇄된 트레이스 표 2에 기술된 가열 프로그램(표 2의 온도는 오븐의 목표 온도에 해당함)을 사용하여 151℃에서 229℃까지 다양한 리플로우 온도(T)에서 공기 중에 열적 소결하였다. 표 3 및 도 2에 나타낸 저항 데이터를 얻기 위해 사용된 온도는 Kapton™ 기판에 부탁된 열전대로 측정된 것이다.

표 2

[0039]

영역	전방	후방	시간, sec
예비-가열 1	100°C	100°C	300
예비-가열 2	150°C	150°C	300
담그기	160°C	160°C	300
리플로우	160-260°C	160-260°C	2700
냉각	60°C	60°C	300

[0040] 상기 트레이스의 전기적 특성은 ohm 미터로 10 길이의 트레이스를 가로질러 저항을 측정하는 것을 특징으로 한다. 소결 트레이스의 폭 및 두께는 광학 조면계(Cyber Technologies 3D Surface Profiler)를 사용하여 측정하였다. 상기 트레이스의 폭은 각 10-cm 길이의 트레이스 내의 정사각형의 수를 측정하기 위해 사용될 수 있고, 그 다음 시트 저항을 계산하기 위해 사용될 수 있다. 상기 트레이스의 단면적은 트레이스의 측정된 폭과 두께를 곱하여 계산될 수 있다. 두께 측정을 사용하여, 트레이스에 대한 시트 저항값이 계산된다. 소결된 트레이스의 전기적 특성을 도 2에 나타내었다.

[0041] 표 2로부터 본 발명에 따른 잉크 I1, I2, I3, I4 및 I5의 실버 네오데카노에이트 로딩량이 다른 AgND-기반 잉크의 실버 네오데카노에이트 로딩량 보다 상당이 더 클 수 있음이 확인되었다. 더 많은 실버 네오데카노에이트 로딩량은 표 3내 트레이스의 단면적에 의해 입증된 바와 같이 더 높은 실버 증착을 야기한다. 표 3은 45분 동안 200℃에서 가열한 이후의 잉크 I1, 잉크 I2, 잉크 I3, 잉크 C1 및 잉크 C2로부터 만들어진 실버 트레이스 10 cm 길이의 저항, 선 폭, 선 두께, 단면적 및 시트 저항을 비교한 것이다. 도 3은 45분 동안 200℃에서 소결한 이후의 잉크 내 실버 네오데카노에이트 로딩과 실버 트레이스의 단면적 간의 관계를 나타낸다.

[0042] 또한, 도 2를 참고하면, 잉크는 추가적인 아민과 옥탄올을 첨가하여 제조함으로써 낮은 점도(플렉소프래피 인쇄 및 플로터-기반 인쇄에 적합)을 갖고 높은 실버 네오데카토에이트 로딩량(아민에 따라 약 48% 내지 약 67%)을 유지할 수 있음이 입증되었다. 또한 도 2를 참고하면, 잉크 I1, I2 및 I3는 우수한 전도성을 갖는 실버 트레이스를 제공하면서도, 잉크 C1 및 C2 보다 상당히 낮은 온도에서 소결될 수 있음이 확인되었다. 게다가, 저온 기판상에 인쇄된 상기 잉크의 광 경화는 하부 기판에 훨씬 적은 손생을 야기하는 낮은 에너지로 수행될 수 있다.

표 3

[0043]

공칭 선 폭- μm (mil)	잉크	Ω	선 폭 (μm)	선두께 (μm)	단면적 (μm^2)	mΩ/sq/mil
508 (20 mil)	잉크 I1	43	651	1.1	742	12.2
	잉크 I2	13	661	1.1	728	3.7
	잉크 I3	6	556	1.8	984	2.4
	잉크 C1	30	572	0.6	347	4.1
	잉크 C2	32	575	1.0	602	10.6
381 (15 mil)	잉크 I1	52	549	1.1	582	11.5
	잉크 I2	17	631	0.79	499	3.4
	잉크 I3	8	447	1.61	720	2.4
	잉크 C1	42	444	0.67	296	4.8
	잉크 C2	39	473	1.1	498	10.8
254 (10 mil)	잉크 I1	97	461	0.91	420	15.4
	잉크 I2	29	474	0.69	327	3.7
	잉크 I3	13	343	1.33	456	2.3
	잉크 C1	67	326	0.66	214	5.6
	잉크 C2	64	347	0.94	325	11.6
127 (5 mil)	잉크 I1	175	334	0.59	197	13.1
	잉크 I2	78	279	0.33	92	2.8
	잉크 I3	34	201	0.76	152	2.0
	잉크 C1	133	219	0.41	91	4.8
	잉크 C2	228	213	0.68	144	18.7

[0044] 소결 조건 및 기판을 달리하여 잉크 I3으로 3개의 추가적인 실험을 수행하였다.

[0045] 첫번째 실험에서, 잉크 I3를 Kapton® HPP-ST에 스크린 인쇄하고, 200℃에서 45분 대신에 30분 동안 소결을 수행한 것을 제외하고는, 상기 기술한 방법으로 소결하였다. 그 결과를 표 4 및 표 5에 나타내었다.

표 4

[0046]

공칭 선폭 (mil)	선폭 (mil)	슬럼프 (mil)	선폭 (μm)	선두께 (μm)
1	1.88	0.44	46	0.09
2	3.14	0.57	77	0.17
3	4.94	1.50	121	0.36
5	6.82	0.91	167	0.54
10	12.24	1.12	300	1.09
15	16.65	0.83	408	1.24
20	21.39	0.69	524	1.51

표 5

[0047]

공칭 선폭 (mil)	Ω	mΩ/sq	시트 저항 mΩ/sq/mil	부피 저항 (mΩ · cm)
1	1365	628	2.22	5.7
2	384	295.7	1.98	5.0
3	215	260	3.68	9.4
5	91.8	153	3.26	8.3
10	24.1	72	3.10	7.9
15	12.1	49	2.41	6.1
20	8.1	42	2.52	6.4

[0048] 두번째 실험에서, 잉크 I3을 Kapton®에 스크린 인쇄한 후, 200℃ 대신에 180℃의 온도에서 45분 대신에 30분 동안 소결을 수행한 것을 제외하고는 상기 기술된 방법을 이용하여 소결하였다. 그 결과를 표 6 및 표 7에 나타내었다. 표 6 및 표 7은 기계적 특성을 제공한다(ASTM F1683-02 주름 & 굴곡 테스트에 따른 가요성).

표 6

[0049]

		공칭 선폭		
		1 mil	2 mil	3 mil
인장 굴곡	R의 % 변화	1.28±0.06	1.30±0.03	1.58±0.10
	오픈 실패	0/5	0/5	0/5
압축 굴곡	R의 % 변화	0.13±0.05	0.31±0.02	0.34±0.03
	오픈 실패	0/5	0/5	0/5
인장 주름	R의 % 변화	0.52±0.28	0.59±0.05	0.67±0.02
	오픈 실패	0/5	0/5	0/5
압축 굴곡	R의 % 변화	0.55±0.05	0.76±0.08	1.01±0.14
	오픈 실패	0/5	0/5	0/5

표 7

[0050]

		공칭 선폭			
		5 mil	10 mil	15 mil	20 mil
인장 굴곡	R의 % 변화	1.85±0.10	2.44±0.16	2.26±0.17	2.01±0.50
	오픈 실패	0/5	0/5	0/5	0/5
압축 굴곡	R의 % 변화	0.8±0.14	0.57±0.18	0.96±0.1	0.56±0.19
	오픈 실패	0/5	0/5	0/5	0/5
인장 주름	R의 % 변화	0.75±0.08	0.77±0.26	0.7±0.32	1.26±0.55
	오픈 실패	0/5	0/5	0/5	0/5
압축 굴곡	R의 % 변화	1.34±0.24	1.80±0.18	1.99±0.43	1.68±0.55
	오픈 실패	0/5	0/5	0/5	0/5

[0051] 세번째 실험에서, 잉크 I3를 메시 카운트 360 counts/inch(SS360)를 갖는 스테인레스 스틸 스크린을 통해 Melinex®에 스크린 인쇄하고, 160℃의 온도에서 30분 동안 열 소결한 후 IPL 소결(340V/1500 μsec)을 사용하여 광 소결하였다. 결과를 표 8 및 9에 나타내었다.

표 8

[0052]

공칭 선폭 (mil)	선폭 (mil)	슬럼프 (mil)	선폭 (μm)	선두께 (μm)
2	5.6	1.80	137	0.15
3	7.8	1.50	192	0.36
5	10.2	2.62	251	0.94
10	19.0	4.49	465	1.44
15	21.3	3.13	521	1.4
20	27.1	3.53	663	1.81

표 9

[0053]

공칭 선폭 (mil)	Ω	mΩ/sq	시트 저항 mΩ/sq/mil	부피 저항 (mΩ · cm)
2	399	547	3.23	8.2
3	354	680	9.63	24.5
5	54	136	5.02	12.7
10	17	79	4.48	11.4
15	11	57	3.16	8.0
20	9	60	4.25	10.8

[0054] 상기 잉크 I3과 관련하여 표의 데이터는 1-옥탄올 및 2-에틸-옥사졸린의 배합이 고 전도성 트레이스(대부분의 선폭에 대하여 부피 저항값 ~10 μΩ · cm)의 생성을 가능하게 함을 제시한다. 이러한 성능은 아마도 예를 들면 잉크 C1 보다 적은 에너지를 사용하여 트레이스를 전도성 실버로 전환하는 능력 때문일 것이다. 잉크 I3 로부터 유도된 트레이스의 물리적 특성은 매우 우수하고, 상기 굴곡 및 주름 테스트(ASTM 1683-02)에 따른 증가는 3%를 초과하여 증가하지 않았다(표 6 및 표 7).

[0055] 잉크 I4를 메시 카운트 360 counts/inch (SS360) 및 에멀젼 두께 약 7-10 μm을 갖는 스테인레스 스틸 인쇄를 사용하여 0.06 μm의 RMS 거칠기를 갖는 유리 기판에 인쇄한 후, 30분 동안 200℃에서 소결하였다. 스크린-인쇄 패턴은 4B의 십자가를 형성하였다. 결과를 표 10에 나타내었다.

표 10

[0056]

공칭 폭 (μm)	측정 폭 (μm)	슬럼프 (μm)	저항 (mΩ · cm)	전체 선	실패율 (%)
508	523	7.5	10.8	10	0
381	406	12.5	10.1	10	0
254	280	13	8.9	10	0
127	189	31	6.8	10	0
76	127	25.4	1.8	10	0
51	91	20.1	1.8	10	0
25	63	18.8	4.2	10	80

[0057] 상기 데이터는 중합체 결합제 및 잉크 성분의 조합이 매우 부드럽게 유지되면서(RMS 표면 거칠기 ~0.06 μm), 상기 실버 트레이스가 유리 기판에 꽤 잘 부착되는 것을 가능하게 함을 제시한다.

[0058] 잉크 I5을 와이어 직경 13 μm을 갖는 구불거리는 텅스텐 와이어, 메쉬 카운트 430 counts/inch를 갖는 스크린을 포함하는 고 해상 스크린을 통해 Melinex®에 스크린 인쇄하였다. 상기 스크린 인쇄된 잉크를 30분 동안 건조시키고 165℃에서 30분 동안 소결하였다. 표 11에 나타낸 바와 같이, 10-20 μΩ · cm 사이의 부피 저항값 및 50 μm 이하의 선폭을 갖는 트레이스가 쉽게 생성되었다. 이는 상기 잉크가 투명 전도성 전극(TCE) 애플리케이션에 사용될 수 있음을 나타낸다.

표 11

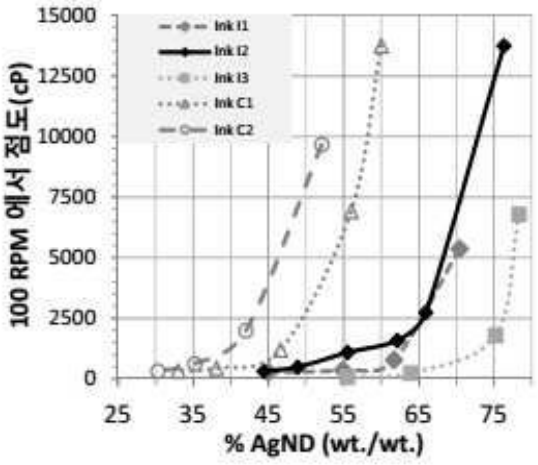
[0059]

공칭 선 폭 (mil)	평균 측정된 선폭 (μm)	평균 측정된 선 두께 (nm)	평균 저항 (μΩ · cm)
1	49	49	20
0.8	41	41	9

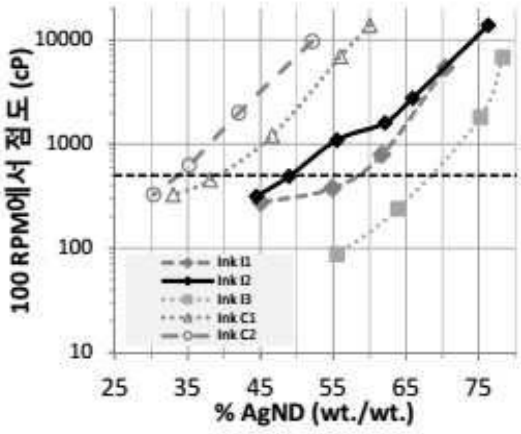
[0060] 본 기술 분야의 통상의 지식을 가진 자에게 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자가 본 발명의 기술적 사상을 용이하게 실시할 수 있을 것임은 자명하다. 그러나, 청구항의 범위는 실시예들에 의해 제한되지 않아야 한다는 것으로 이해되어야 한다,

도면

도면1

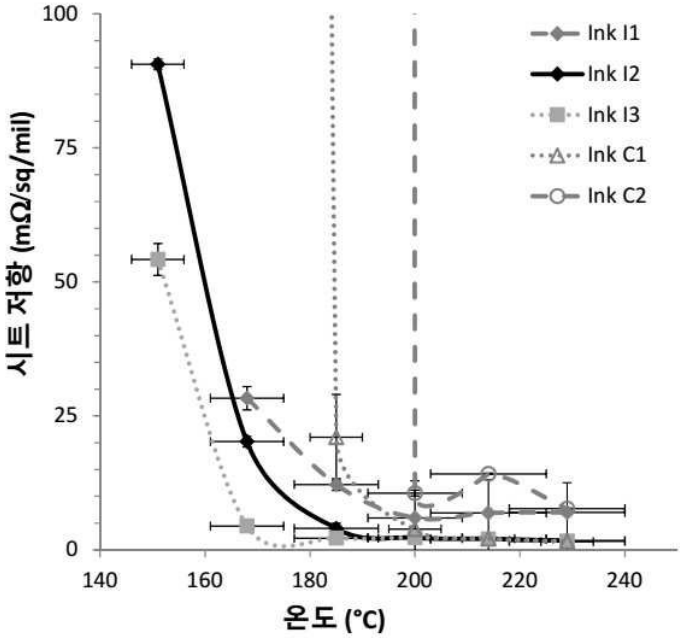


도. 1A

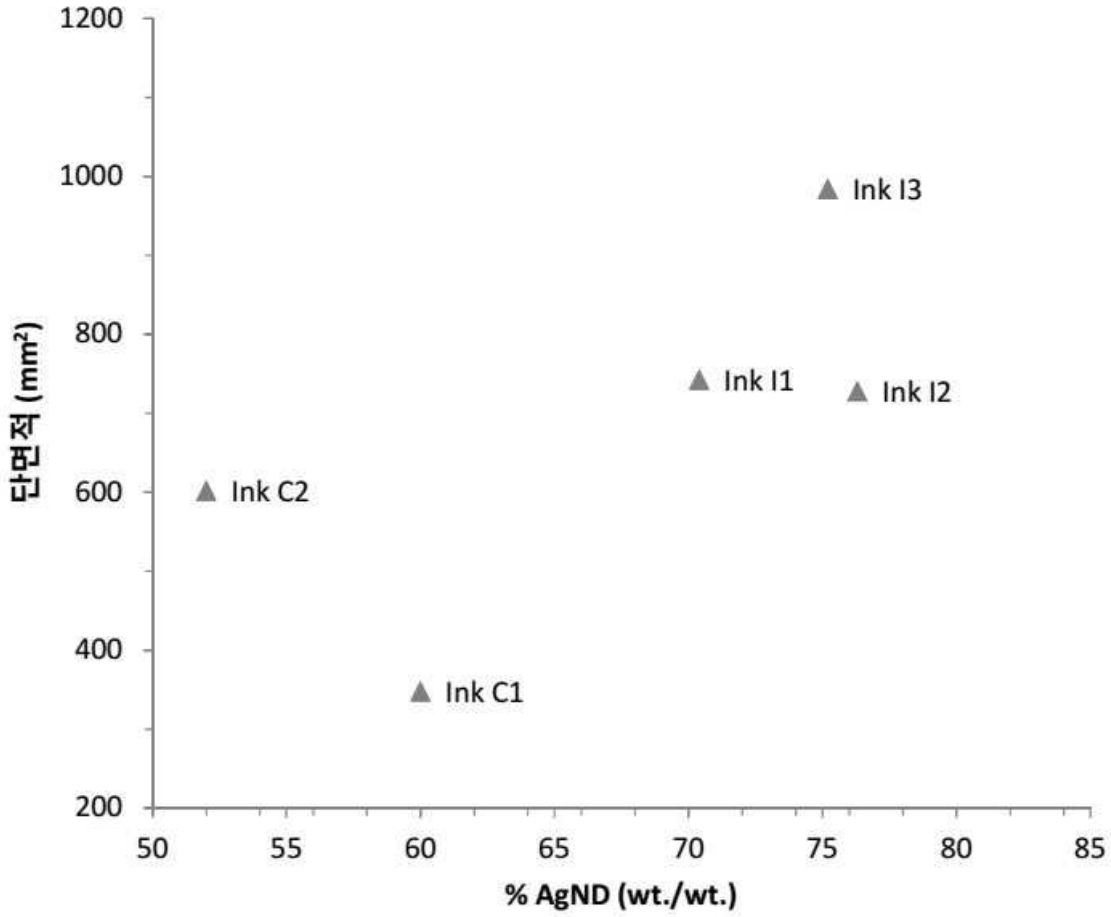


도. 1B

도면2


Ink I1
Ink I2
Ink I3
Ink C1
Ink C2
시트 저항 (mΩ/sq/mil)
100
75
50
25
0
140
160
180
200
220
240
온도 (°C)

도면3


Ink I3
Ink I1
Ink I2
Ink C2
Ink C1
단면적 (mm²)
1200
1000
800
600
400
200
50
55
60
65
70
75
80
85
% AgND (wt./wt.)