



공개특허 10-2020-0068188



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2020-0068188
(43) 공개일자 2020년06월15일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C09J 133/10 (2006.01) *B05D 1/00* (2006.01)
C08F 2/48 (2006.01)
- (52) CPC특허분류
C09J 133/10 (2013.01)
B05D 1/60 (2013.01)
- (21) 출원번호 10-2018-0154870
- (22) 출원일자 2018년12월05일
심사청구일자 2018년12월05일

- (71) 출원인
한국과학기술원
대전광역시 유성구 대학로 291(구성동)
- (72) 발명자
임성갑
대전광역시 유성구 대학로 291 (구성동, 한국과학
기술원)
문희연
대전광역시 유성구 대학로 291 (구성동, 한국과학
기술원)
(뒷면에 계속)
- (74) 대리인
양성보

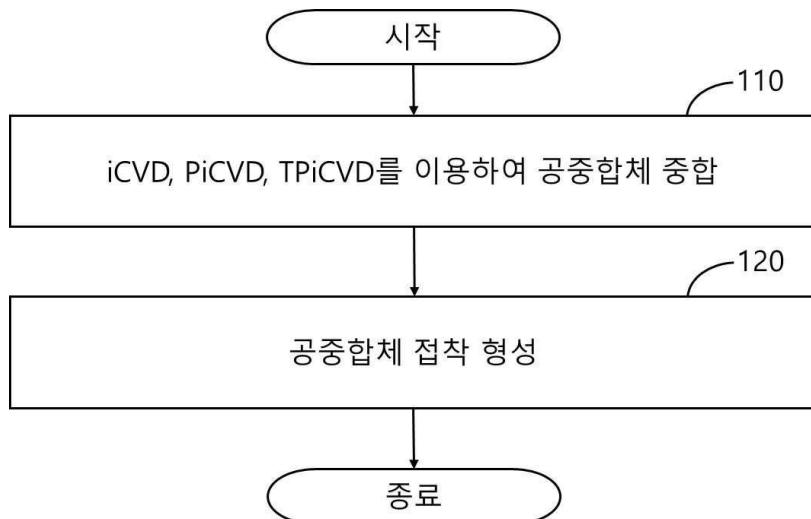
전체 청구항 수 : 총 8 항

(54) 발명의 명칭 용매를 사용하지 않고 점탄성 특성 조절이 가능한 공중합체 점착제의 형성 방법 및 그로 인해
형성된 공중합체 점착제

(57) 요 약

본 발명은 개시제를 사용하는 화학 기상 증착 방법(initiated Chemical Vapor Deposition; iCVD), 광개시 화학
기상 증착 방법(Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; PiCVD) 및 UV를 이용하여 광개시 반응 및 열 개시
반응을 동시에 사용하는 화학 기상 증착 방법(Thermal and Photo-initiated Chemical Vapor Deposition;
TPiCVD)을 이용하여 기판 상에 중합되는 공중합체에 의해 공중합체 점착제를 형성하는 방법에 관한 것이다.

대 표 도 - 도1



(52) CPC특허분류
C08F 2/48 (2013.01)
C09J 2205/31 (2013.01)

(72) 발명자

정기훈대전광역시 유성구 대학로 291 (구성동, 한국과학
기술원)**곽무진**대전광역시 유성구 대학로 291 (구성동, 한국과학
기술원)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 2016R1A5A1009926

부처명 과학기술정보통신부

연구관리전문기관 한국연구재단

연구사업명 선도연구센터지원사업

연구과제명 웨어러블 플랫폼소재 기술센터

기 예 율 1/2

주관기관 한국과학기술원

연구기간 2018.01.01 ~ 2018.12.31

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 2017M3A6A5052509

부처명 과학기술정보통신부

연구관리전문기관 한국연구재단 (포항공과대학교 산학협력단)

연구사업명 글로벌프론티어사업

연구과제명 기상증착 고분자 기반 고성능 절연소재 개발

기 예 율 1/2

주관기관 한국과학기술원

연구기간 2018.03.01 ~ 2018.12.31

명세서

청구범위

청구항 1

기판 상에 개시제를 사용하는 화학 기상 증착 방법(initiated Chemical Vapor Deposition; iCVD), 광개시 화학 기상 증착 방법(Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; PiCVD) 및 UV를 이용하여 광개시 반응 및 열 개시 반응을 동시에 사용하는 화학 기상 증착 방법(Thermal and Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; TPiCVD)의 분율 조절에 따른 가교 밀도를 조절하여 점탄성 특성의 공중합체를 중합하는 단계; 및

상기 기판 상에 증착된 상기 중합된 공중합체의 접착을 형성하는 단계

를 포함하는 공중합체 접착제의 형성 방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 공중합체를 중합하는 단계는

상기 개시제를 사용하는 화학 기상 증착 방법과 자외선(UV)를 이용한 상기 광개시 화학 기상 증착 방법 및 상기 UV를 이용하여 광개시 반응 및 열 개시 반응을 동시에 사용하는 화학 기상 증착 방법을 이용하여 pHEA(poly(2-hydroxyethyl acrylate)) 및 pEHA(poly(ethylhexyl acrylate))를 공중합체로 중합하는 것을 특징으로 하는, 공중합체 점착제의 형성 방법.

청구항 3

제2항에 있어서,

상기 공중합체를 중합하는 단계는

상기 광개시 화학 기상 증착 방법 및 상기 UV를 이용하여 광개시 반응 및 열 개시 반응을 동시에 사용하는 화학 기상 증착 방법을 이용하여 자외선(UV)을 챔버 내부로 조사하고, 상기 UV를 이용하여 광개시 반응 및 열 개시 반응을 동시에 사용하는 화학 기상 증착 방법을 이용하여 자외선(UV) 조사와 열 개시제를 동시에 사용하는, 공중합체 점착제의 형성 방법.

청구항 4

제2항에 있어서,

상기 공중합체를 중합하는 단계는

열개시제인 TBPO(tert-butyl peroxide)를 이용하는 상기 개시제를 사용하는 화학 기상 증착 방법, UV에 의하여 스스로 개시제 역할을 수행하는 HEA의 특성을 이용하는 상기 광개시 화학 기상 증착 방법, 및 상기 개시제를 사용하는 화학 기상 증착 방법과 상기 광개시 화학 기상 증착 방법을 동시에 사용하는 상기 UV를 이용하여 광개시 반응 및 열 개시 반응을 동시에 사용하는 화학 기상 증착 방법을 이용하여 가교 밀도를 조절하여 공중합체의 점탄성 특성을 조절하는, 공중합체 점착제의 형성 방법.

청구항 5

제4항에 있어서,

상기 개시제를 사용하는 화학 기상 증착 방법, 상기 광개시 화학 기상 증착 방법 및 상기 UV를 이용하여 광개시 반응 및 열 개시 반응을 동시에 사용하는 화학 기상 증착 방법은 공중합체의 분율 제어가 가능한 것을 특징으로 하는, 공중합체 점착제의 형성 방법.

청구항 6

제1항에 있어서,

상기 공중합체를 중합하는 단계는

상기 개시제를 사용하는 화학 기상 증착 방법(initiated Chemical Vapor Deposition; iCVD), 상기 광개시 화학 기상 증착 방법(Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; PiCVD) 및 상기 UV를 이용하여 광개시 반응 및 열 개시 반응을 동시에 사용하는 화학 기상 증착 방법(Thermal and Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; TPiCVD)의 공정 시간에 따라 상기 기판 상에 중착되는 상기 공중합체 점착제의 두께를 조절하는 것을 특징으로 하는, 공중합체 점착제의 형성 방법.

청구항 7

제1항에 있어서,

상기 공중합체의 점착을 형성하는 단계는

상기 기판 상에 상기 중합된 공중합체가 중착된 후, 상온에서 가해지는 일정 압력으로 공중합체의 점착을 형성하는, 공중합체 점착제의 형성 방법.

청구항 8

개시제를 사용하는 화학 기상 증착 방법(initiated Chemical Vapor Deposition; iCVD), 광개시 화학 기상 증착 방법(Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; PiCVD) 및 UV를 이용하여 광개시 반응 및 열 개시 반응을 동시에 사용하는 화학 기상 증착 방법(Thermal and Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; TPiCVD)의 분율 조절에 따라 조절되는 가교 밀도에 의해 기판 상에 중착되는 공중합체에 의해 형성되는 공중합체 점착제.

발명의 설명

기술 분야

[0001]

본 발명은 용매를 사용하지 않고 점탄성 특성 조절이 가능한 공중합체 점착제의 형성 방법 및 그로 인해 형성된 공중합체 점착제에 관한 것으로, 보다 상세하게는 개시제를 사용하는 화학 기상 증착 방법(initiated Chemical Vapor Deposition; iCVD), 광개시 화학 기상 증착 방법(Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; PiCVD) 및 UV를 이용하여 광개시 반응 및 열 개시 반응을 동시에 사용하는 화학 기상 증착 방법(Thermal and Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; TPiCVD)을 이용하여 기판 상에 중합되는 공중합체에 의해 공중합체 점착제를 형성하는 방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002]

점착제는 점탄성을 가진 물질로 상온에서 다양한 기재에 약한 압력으로 붙을 수 있는 물질로 계면에서의 응력을 흡수할 수 있어 전자기기, 디스플레이, 봉지막, 바이오 의학 기기 등 다양한 분야에 사용되고 있다. 특히, 전자소자에 유연성을 부여하는 연구에 관심이 집중됨에 따라 얇고 유연하며 투명하고 소자에 손상을 주지 않는 점착제가 요구되고 있다.

[0003]

기존의 점착제는 높은 점도로 인하여 매우 얇은 두께로 적용하기가 힘들고 열을 사용해야 하는 경우도 있어 이는 소재에 손상을 줄 수 있다. 얇은 점착제를 만들기 위하여 용매를 이용하여 스판 코팅을 하기도 하는데 이 때 사용되는 용매로 인하여 전자 소자가 손상될 수 있으며 잔류 용매로 인하여 접착 특성이 떨어지는 경우 등의 문제를 야기할 수 있다.

[0004]

특히, 점착제의 성능을 최적화하기 위한 방법으로 가교 밀도를 조절하여 접착 특성 및 접착 특성 등을 조절할 수 있으며, 가교 밀도가 직접적으로 점착제의 중요한 특성인 박리 특성, 천단 특성, 접착 특성 등에 영향을 끼치는 바에 대한 연구가 있다. 하지만 가교 밀도가 높아질수록 가공성의 하락을 동반하기 때문에 공정 단계가 많아지고 후처리가 필요해지는 단점이 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0005]

본 발의 목적은 기상에서 고분자를 중착하는 개시제를 사용하는 화학 기상 증착 방법(initiated Chemical Vapor

Deposition; iCVD), 광개시 화학 기상 증착 방법(Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; PiCVD) 및 UV를 이용하여 광개시 반응 및 열 개시 반응을 동시에 사용하는 화학 기상 증착 방법(Thermal and Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; TPiCVD)을 이용하여 용매를 사용하지 않고 낮은 온도에서 공중합체를 중합하고자 한다.

[0006] 또한, 본 발명의 목적은 개시제를 사용하는 화학 기상 증착 방법(initiated Chemical Vapor Deposition; iCVD), 광개시 화학 기상 증착 방법(Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; PiCVD) 및 UV를 이용하여 광개시 반응 및 열 개시 반응을 동시에 사용하는 화학 기상 증착 방법(Thermal and Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; TPiCVD)의 분율 조절에 따라 가교 밀도를 조절하여 공중합체 점착제의 점탄성 특성을 조절하고자 한다.

[0007] 또한, 본 발명의 목적은 추가 공정 없이 자외선(UV)을 이용하여 가교된 고분자를 증착하고자 한다.

과제의 해결 수단

[0008] 본 발명의 실시예에 따른 공중합체 점착제의 형성 방법은 기판 상에 개시제를 사용하는 화학 기상 증착 방법(initiated Chemical Vapor Deposition; iCVD), 광개시 화학 기상 증착 방법(Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; PiCVD) 및 UV를 이용하여 광개시 반응 및 열 개시 반응을 동시에 사용하는 화학 기상 증착 방법(Thermal and Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; TPiCVD)의 분율 조절에 따른 가교 밀도를 조절하여 점탄성 특성의 공중합체를 중합하는 단계 및 상기 기판 상에 증착된 상기 중합된 공중합체의 접착을 형성하는 단계를 포함한다.

[0009] 상기 공중합체를 중합하는 단계는 상기 개시제를 사용하는 화학 기상 증착 방법과 자외선(UV)을 이용한 상기 광개시 화학 기상 증착 방법 및 상기 UV를 이용하여 광개시 반응 및 열 개시 반응을 동시에 사용하는 화학 기상 증착 방법을 이용하여 pHEA(poly(2-hydroxyethyl acrylate)) 및 pEHA(poly(ethylhexyl acrylate))를 공중합체로 중합할 수 있다.

[0010] 상기 공중합체를 중합하는 단계는 상기 광개시 화학 기상 증착 방법 및 상기 UV를 이용하여 광개시 반응 및 열 개시 반응을 동시에 사용하는 화학 기상 증착 방법을 이용하여 자외선(UV)을 챔버 내부로 조사하고, 상기 UV를 이용하여 광개시 반응 및 열 개시 반응을 동시에 사용하는 화학 기상 증착 방법을 이용하여 자외선(UV) 조사와 열 개시제를 동시에 사용할 수 있다.

[0011] 상기 공중합체를 중합하는 단계는 열개시제인 TBPO(tert-butyl peroxide)를 이용하는 상기 개시제를 사용하는 화학 기상 증착 방법, UV에 의하여 스스로 개시제 역할을 수행하는 HEA의 특성을 이용하는 상기 광개시 화학 기상 증착 방법, 및 상기 개시제를 사용하는 화학 기상 증착 방법과 상기 광개시 화학 기상 증착 방법을 동시에 사용하는 상기 UV를 이용하여 광개시 반응 및 열 개시 반응을 동시에 사용하는 화학 기상 증착 방법을 이용하여 가교 밀도를 조절하여 공중합체의 점탄성 특성을 조절할 수 있다.

[0012] 상기 개시제를 사용하는 화학 기상 증착 방법, 상기 광개시 화학 기상 증착 방법 및 상기 UV를 이용하여 광개시 반응 및 열 개시 반응을 동시에 사용하는 화학 기상 증착 방법은 공중합체의 분율 제어가 가능할 수 있다.

[0013] 상기 공중합체를 중합하는 단계는 상기 개시제를 사용하는 화학 기상 증착 방법(initiated Chemical Vapor Deposition; iCVD), 상기 광개시 화학 기상 증착 방법(Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; PiCVD) 및 상기 UV를 이용하여 광개시 반응 및 열 개시 반응을 동시에 사용하는 화학 기상 증착 방법(Thermal and Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; TPiCVD)의 공정 시간에 따라 상기 기판 상에 증착되는 상기 공중합체 점착제의 두께를 조절할 수 있다.

[0014] 상기 공중합체의 접착을 형성하는 단계는 상기 기판 상에 상기 중합된 공중합체가 증착된 후, 상온에서 가해지는 일정 압력으로 공중합체의 접착을 형성할 수 있다.

[0015] 본 발명의 실시예에 따른 공중합체 점착제는 개시제를 사용하는 화학 기상 증착 방법(initiated Chemical Vapor Deposition; iCVD), 광개시 화학 기상 증착 방법(Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; PiCVD) 및 UV를 이용하여 광개시 반응 및 열 개시 반응을 동시에 사용하는 화학 기상 증착 방법(Thermal and Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; TPiCVD)의 분율 조절에 따라 조절되는 가교 밀도에 의해 기판 상에 증착되는 공중합체에 의해 형성된다.

발명의 효과

[0016] 본 발의 실시예에 따르면, 개시제를 사용하는 화학 기상 증착 방법(initiated Chemical Vapor Deposition; iCVD), 광개시 화학 기상 증착 방법(Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; PiCVD) 및 UV를 이용하여 광개시 반응 및 열 개시 반응을 동시에 사용하는 화학 기상 증착 방법(Thermal and Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; TPiCVD)을 이용하여 용매를 사용하지 않고 낮은 온도에서 고분자를 증착함으로써, 기재 손상과 접착력 손실이 없어 섬유나 얇은 고분자 필름 및 종이와 같은 기계적, 화학적 요인에 의해 손상받기 쉬운 기판에 손상 없이 증착이 가능할 수 있다.

[0017] 또한, 본 발명의 실시예에 따르면, 기상 증착 방법을 사용하므로, 액상에서 구성 물질의 표면 에너지 차이로 인해 섞이지 않는 단량체들을 균일하게 혼합하여 공중합체로 증합할 수 있다.

[0018] 또한, 본 발명의 실시예에 따르면, 개시제를 사용하는 화학 기상 증착 방법(initiated Chemical Vapor Deposition; iCVD), 광개시 화학 기상 증착 방법(Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; PiCVD) 및 UV를 이용하여 광개시 반응 및 열 개시 반응을 동시에 사용하는 화학 기상 증착 방법(Thermal and Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; TPiCVD)의 분율 조절에 따라 가교 밀도를 조절하여 공중합체 접착제의 점탄성 특성을 조절할 수 있다.

[0019] 또한, 본 발명의 실시예에 따르면, 추가 공정 없이 자외선(UV)을 이용하여 가교된 고분자를 증착할 수 있다.

[0020] 또한, 본 발명의 실시예에 따르면, 충분한 접착 성능과 강한 전단 강도를 나타내는 공중합체 접착제를 형성함으로써, 다양한 유연 기판에 적용 가능하여 기존의 접착제를 대신해 다양한 분야에 적용될 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0021] 도 1은 본 발명의 실시예에 따른 공중합체 접착제를 형성하는 방법의 흐름도를 도시한 것이다.

도 2는 개시제를 사용하는 화학 기상 증착(initiated Chemical Vapor Deposition; iCVD)을 설명하기 위한 도면이다.

도 3은 본 발명의 실시예에 따른 공정 조건에 의해 형성되는 공중합체 접착제의 개략도를 도시한 것이다.

도 4는 본 발명의 실시예에 따른 공정 조건의 공중합체 비율 조절에 따른 실험 결과 그래프를 도시한 것이다.

도 5는 본 발명의 실시예에 따른 최적의 공중합체 분율을 획득하기 위한 유연 물성과 박리강도 측정에 대한 실험 결과 그래프를 도시한 것이다.

도 6은 본 발명의 실시예에 따른 최적의 공중합체 분율에 의해 조절되는 가교 밀도에 대한 실험 결과 그래프를 도시한 것이다.

도 7은 본 발명의 실시예에 따른 최적화된 공중합체의 가교 밀도를 조절하여 박리 특성, 전단 특성, 접착 특성에 대한 실험 결과 그래프를 도시한 것이다.

도 8은 본 발명의 실시예에 따른 공정 조건별로 온도에 따른 유연 물성과 광학 특성에 대한 실험 결과 그래프 및 이미지를 도시한 것이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0022] 이하, 본 발명에 따른 실시예들을 첨부된 도면을 참조하여 상세하게 설명한다. 그러나 본 발명이 실시예들에 의해 제한되거나 한정되는 것은 아니다. 또한, 각 도면에 제시된 동일한 참조 부호는 동일한 부재를 나타낸다.

[0023] 또한, 본 명세서에서 사용되는 용어(terminology)들은 본 발명의 바람직한 실시예를 적절히 표현하기 위해 사용된 용어들로서, 이는 시청자, 운용자의 의도 또는 본 발명이 속하는 분야의 관례 등에 따라 달라질 수 있다. 따라서, 본 용어들에 대한 정의는 본 명세서 전반에 걸친 내용을 토대로 내려져야 할 것이다.

[0025] 도 1은 본 발명의 실시예에 따른 공중합체 접착제를 형성하는 방법의 흐름도를 도시한 것이다.

[0026] 도 1을 참조하면, 단계 110에서, 기판 상에 개시제를 사용하는 화학 기상 증착 방법(initiated Chemical Vapor Deposition; iCVD), 광개시 화학 기상 증착 방법(Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; PiCVD) 및 UV를 이용하여 광개시 반응 및 열 개시 반응을 동시에 사용하는 화학 기상 증착 방법(Thermal and Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; TPiCVD)의 분율 조절에 따른 가교 밀도를 조절하여 점탄성 특성의 공중합체를 중합

한다.

[0027] 이하에서는 도 2를 참조하여 개시제를 사용하는 화학 기상 증착 방법(initiated Chemical Vapor Deposition; iCVD)에 대해 상세히 설명하고자 한다.

[0029] 도 2는 개시제를 사용하는 화학 기상 증착(initiated Chemical Vapor Deposition; iCVD)을 설명하기 위한 도면이다.

[0030] 본 발명은 개시제를 사용하는 화학 기상 증착 방법(initiated Chemical Vapor Deposition; iCVD), 광개시 화학 기상 증착 방법(Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; PiCVD) 및 UV를 이용하여 광개시 반응 및 열 개시 반응을 동시에 사용하는 화학 기상 증착 방법(Thermal and Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; TPiCVD)의 공정 조건을 이용한 공중합체 점착제의 형성 방법 및 그에 의해 형성된 공중합체 점착제에 관한 것으로, 도 2를 참조하여 개시제를 사용한 화학 기상 증착(initiated Chemical Vapor Deposition; iCVD)에 대해 설명하자면, I는 개시제(initiator), M은 단량체(monomer), R은 자유 라디칼(free radical)을 의미하며, P는 자유 라디칼에 의해 단량체의 중합이 일어났음을 의미한다.

[0031] 개시제의 열분해에 의해 자유 라디칼이 형성되면 자유 라디칼이 단량체를 활성화시켜 이후 주변 단량체들의 중합을 유도하게 되고, 이 반응이 계속되어 유기 고분자 박막을 형성하게 된다.

[0032] 개시제를 자유 라디칼화 하는 반응에 사용되는 온도는 기상 반응기 필라멘트로부터 가해진 열만으로 충분하다. 따라서, 본 발명의 실시예들에서 사용되는 공정들은 낮은 전력으로도 충분히 수행될 수 있다. 아울러 기상 반응기의 반응 압력은 50 내지 2000 mTorr 범위인 바, 엄격한 고진공 조건이 필요하지 않으므로, 고진공 펌프가 아닌 단수 로터리 펌프만으로도 공정을 수행할 수 있다.

[0033] 공정을 통해 획득되는 고분자 박막의 물성은 개시제를 사용한 화학 기상 증착법(iCVD)의 공정 변수를 제어함으로써 쉽게 조절할 수 있다. 즉, 공정 압력, 시간, 온도, 개시제 및 단량체의 유량, 필라멘트 온도 및 기관 온도 등을 목적하는 바에 따라 당업자가 조절함으로써 고분자 박막의 분자량, 목적하는 박막의 두께, 조성, 증착 속도 등과 같은 물성 조절이 가능하다.

[0034] 본 발명의 ‘개시제’는 반응기에서 열의 공급에 의해 분해되어 자유 라디칼(free radical)을 형성하는 물질로서 단량체를 활성화시킬 수 있는 물질이면 특별히 한정되지 않는다. 바람직하게, 개시제는 과산화물일 수 있으며, 예로써 개시제는 TBPO(tert-butyl peroxide, 터트-부틸 폐록사이드)일 수 있다. TBPO는 약 110°C의 끓는 점을 갖는 휘발성 물질로서 150°C 전후에서 열분해를 하는 물질이다. 한편 개시제 부가량은 통상의 중합 반응에 필요한 양으로 당업계에 공지되어 있는 양을 첨가할 수 있으며, 예를 들어 0.5 내지 5mol%로 첨가될 수 있으나, 상기 범위에 한정되지 않고 상기 범위보다 많거나 적을 수 있다.

[0035] 본 발명의 ‘단량체’는 화학 기상 증착법에서 휘발성을 가지며, 개시제에 의해 활성화될 수 있는 물질이다. 감압 및 승온 상태에서 기화될 수 있으며, 본 발명의 단량체는 글리시딜 메타크릴레이트(glycidylmethacrylate, GMA)일 수 있다.

[0036] 실시 예로, 본 발명의 반응기 내 고온 필라멘트를 150°C 내지 250°C로 유지하면 기상 반응을 유도할 수 있는데, 상기 필라멘트의 온도는 TBPO 열분해에 있어서는 충분히 높은 온도이나, 다른 단량체를 포함한 대부분 유기물은 열분해 되지 않는 온도로서, 다양한 종류의 단량체들이 화학적 손상 없이 고분자 박막으로 전환될 수 있다.

[0038] 다시 도 1을 참조하면, 전술한 바와 같이, 개시제를 사용하는 화학 기상 증착 방법(initiated Chemical Vapor Deposition; iCVD)은 단량체 및 개시제의 분율을 조절하며, 필라멘트(filament)를 가열하여 증착한 후, 필라멘트를 오프(off)하는 공정 과정을 나타낸다. 또한, 본 발명의 실시예에 따른 UV를 이용하여 광개시 반응 및 열 개시 반응을 동시에 사용하는 화학 기상 증착 방법(Thermal and Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; TPiCVD)은 단량체 및 개시제의 분율을 조절하며, 필라멘트(filament) 및 자외선(UV)을 가열 및 조사하여 증착한 후, 필라멘트 및 자외선 램프(lamp)를 오프(off)하는 공정 과정을 나타낸다. 또한, 본 발명의 실시예에 따른 광개시 화학 기상 증착 방법(Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; PiCVD)은 공중합체 점착제 형성에서 열 개시제를 사용하지 않고, 자외선(UV) 노광에 의한 단량체의 개시 및 가교 반응만으로 공중합체 점착제를 형성하는 방법으로, 단량체의 분율을 조절하며, 자외선(UV)을 조사하여 증착한 후, 자외선 램프(lamp)를 오프

(off)하는 공정 과정을 나타낸다.

- [0039] 본 발명의 실시예에 따른 공중합체 접착제의 형성 방법의 단계 110은 개시제를 사용하는 화학 기상 증착 방법(iCVD)과 자외선(UV)을 이용한 광개시 화학 기상 증착 방법(PiCVD) 및 UV를 이용하여 광개시 반응 및 열 개시 반응을 동시에 사용하는 화학 기상 증착 방법(TPiCVD)을 이용하여 pHEA(poly(2-hydroxyethyl acrylate)) 및 pEHA(poly(ethylhexyl acrylate))를 공중합체로 중합할 수 있다.
- [0040] 보다 구체적으로, 단계 110은 전술한 개시제를 사용하는 화학 기상 증착 방법(initiated Chemical Vapor Deposition; iCVD), 광개시 화학 기상 증착 방법(Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; PiCVD) 및 UV를 이용하여 광개시 반응 및 열 개시 반응을 동시에 사용하는 화학 기상 증착 방법(Thermal and Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; TPiCVD) 각각의 공중합 분율을 제어할 수 있다.
- [0041] 이로 인하여, 단계 110은 각 공정의 분율 제어에 따른 열개시제인 TBPO(tert-butyl peroxide)를 이용하는 개시제를 사용하는 화학 기상 증착 방법(iCVD), 자외선(UV)에 의하여 스스로 개시제 역할을 수행하는 HEA의 특성을 이용하는 광개시 화학 기상 증착 방법(PiCVD), 및 개시제를 사용하는 화학 기상 증착 방법(iCVD)과 광개시 화학 기상 증착 방법(PiCVD)을 동시에 사용하는 UV를 이용하여 광개시 반응 및 열 개시 반응을 동시에 사용하는 화학 기상 증착 방법(TPiCVD)을 이용하여 가교 밀도를 조절하여 중합되는 pHEA(poly(2-hydroxyethyl acrylate)) 및 pEHA(poly(ethylhexyl acrylate))의 공중합체에 대한 점탄성 특성을 조절할 수 있다.
- [0042] 이 때, 단계 110은 광개시 화학 기상 증착 방법(PiCVD) 및 UV를 이용하여 광개시 반응 및 열 개시 반응을 동시에 사용하는 화학 기상 증착 방법(TPiCVD)의 공정에서는 공정 시작과 동시에 자외선(UV)을 챔버(chamber) 내부로 조사하며, UV를 이용하여 광개시 반응 및 열 개시 반응을 동시에 사용하는 화학 기상 증착 방법(TPiCVD)의 경우에는 자외선(UV) 조사(광개시)와 열 개시제(열개시)를 동시에 사용할 수 있다.
- [0043] 단계 110은 개시제를 사용하는 화학 기상 증착 방법(initiated Chemical Vapor Deposition; iCVD), 광개시 화학 기상 증착 방법(Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; PiCVD) 및 UV를 이용하여 광개시 반응 및 열 개시 반응을 동시에 사용하는 화학 기상 증착 방법(Thermal and Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; TPiCVD)의 공정 시간에 따라 기판 상에 증착되는 공중합체 접착제의 두께를 조절할 수 있다.
- [0044] 예를 들면, 단계 110은 개시제를 사용하는 화학 기상 증착 방법(initiated Chemical Vapor Deposition; iCVD), 광개시 화학 기상 증착 방법(Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; PiCVD) 및 UV를 이용하여 광개시 반응 및 열 개시 반응을 동시에 사용하는 화학 기상 증착 방법(Thermal and Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; TPiCVD) 각각의 공정 시간이 증가됨에 따라 보다 두꺼운 공중합체 접착제의 두께를 형성할 수 있다.
- [0045] 단계 120에서, 기판 상에 증착된 중합된 공중합체에 의해 공중합체의 접착을 형성한다. 예를 들면, 단계 120은 기판 상에 중합된 공중합체가 증착된 후, 상온에서 가해지는 일정 압력으로 공중합체의 접착을 형성할 수 있다.
- [0046] 본 발명의 실시예에 따라 기판 상에 증착되는 공중합체 접착제는 매우 얇은 두께로 증착 가능하며, 우수한 접착 특성을 나타내므로, 200°C까지 열안정성과 다양한 유연성 기재에서의 접착 및 투명함을 나타낸다.
- [0048] 도 3은 본 발명의 실시예에 따른 공정 조건에 의해 형성되는 공중합체 접착제의 개략도를 도시한 것이다.
- [0049] 도 3을 참조하면, 본 발명은 개시제를 사용하는 화학 기상 증착 방법(initiated Chemical Vapor Deposition; iCVD)의 챔버(chamber) 내부로 PET 샘플을 주입하고, 개시제를 사용하는 화학 기상 증착 방법(initiated Chemical Vapor Deposition; iCVD), 광개시 화학 기상 증착 방법(Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; PiCVD) 및 UV를 이용하여 광개시 반응 및 열 개시 반응을 동시에 사용하는 화학 기상 증착 방법(Thermal and Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; TPiCVD)의 공정 조건을 변화시켜가며 가교 밀도를 조절하여 pHEA 와 pEHA의 공중합체를 합성하였다.
- [0050] 이 때, 본 발명은 각 공정 조건의 분율 조절 및 공정 시간에 따라 가교 밀도를 조절하여 공중합체의 점탄성 특성 및 두께를 조절할 수 있다.
- [0051] 도 3에 도시된 바와 같이, 본 발명은 기판의 한쪽 면에 전술한 세가지 공정 조건을 바꿔가며 pHEA와 pEHA의 공중합체를 증착한 후, 상온에서 일정 정도의 압력을 가해 공중합체를 접착제로써 접착할 수 있다. 이 때, 본 발명의 실시예에 따른 공중합체 접착제의 형성 방법은 추가 공정 없이, 단순히 자외선(UV)을 이용하는 것만으로

가교된 고분자를 증착할 수 있다.

[0053] 도 4는 본 발명의 실시예에 따른 공정 조건의 공중합체 비율 조절에 따른 실험 결과 그래프를 도시한 것이다.

[0054] 보다 상세하게는, 도 4는 개시제를 사용하는 화학 기상 증착 방법(initiated Chemical Vapor Deposition; iCVD), 광개시 화학 기상 증착 방법(Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; PiCVD) 및 UV를 이용하여 광개시 반응 및 열 개시 반응을 동시에 사용하는 화학 기상 증착 방법(Thermal and Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; TPiCVD) 각각의 공정 조건을 조절하여 최적의 공중합체 비율을 추출하기 위한 FT-IR(적외선을 이용한 분광분석법), XPS(X-선 광전자 분광분석법) 및 DSC(시차주사열량법)의 실험 결과를 도시한 것이다.

[0055] 본 발명은 우선으로 개시제를 사용하는 화학 기상 증착 방법(initiated Chemical Vapor Deposition; iCVD)을 이용하여 여러 분율의 공중합체 접착제를 형성하고, 이에 관련하여 물리적 특성을 측정하여 한 조성에 대해 광개시 화학 기상 증착 방법(Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; PiCVD) 및 UV를 이용하여 광개시 반응 및 열 개시 반응을 동시에 사용하는 화학 기상 증착 방법(Thermal and Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; TPiCVD) 공정을 적용하였다.

[0056] 이 때, 본 발명은 광개시 화학 기상 증착 방법(Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; PiCVD) 및 UV를 이용하여 광개시 반응 및 열 개시 반응을 동시에 사용하는 화학 기상 증착 방법(Thermal and Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; TPiCVD) 공정에서는 공정 시작과 동시에 자외선(UV)을 챔버 내부로 조사하였으며, UV를 이용하여 광개시 반응 및 열 개시 반응을 동시에 사용하는 화학 기상 증착 방법(Thermal and Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; TPiCVD)의 경우 자외선 조사(광개시)와 열 개시제(열개시)를 동시에 사용하였다. 더욱이, 개시제를 사용하는 화학 기상 증착 방법(initiated Chemical Vapor Deposition; iCVD), 광개시 화학 기상 증착 방법(Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; PiCVD) 및 UV를 이용하여 광개시 반응 및 열 개시 반응을 동시에 사용하는 화학 기상 증착 방법(Thermal and Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; TPiCVD)의 세가지 공정은 모두 공중합체의 분율 제어(control)가 가능하다.

[0057] 도 4A는 전술한 바와 같은 공정 조건을 적용한 FT-IR 실험 결과를 나타내고, 도 4B는 XPS 실험 결과를 나타내며, 도 4C는 DSC 실험 결과를 나타낸다.

[0058] 도 4의 A를 참조하면, 단량체의 유량(flow rate) 조절을 통해 공중합체 분율이 조절된 것을 확인할 수 있고, 도 4의 B를 참조하면, 산소(Oxygen)의 아토믹 atomic %로 공중합체 분율 조절이 된 것을 확인할 수 있다. 또한, 도 4의 C를 참조하면, 분율 조절에 따라 유리전이온도(Glass transition temp.) 또한 조절된 것을 확인할 수 있다.

[0059] 본 발명은 공정 조건에 따라 가교 밀도를 조절하기 전에 최적의 공중합체 비율을 조절하며, 이를 FT-IR, XPS, DSC를 이용하여 확인할 수 있다. 도 4에 도시된 바와 같이, HEA 분율이 증가할수록 유리전이온도가 높아지는 것을 확인할 수 있다.

[0061] 도 5는 본 발명의 실시예에 따른 최적의 공중합체 분율을 획득하기 위한 유연 물성과 박리강도 측정에 대한 실험 결과 그래프를 도시한 것이며, 도 6은 본 발명의 실시예에 따른 최적의 공중합체 분율에 의해 조절되는 가교 밀도에 대한 실험 결과 그래프를 도시한 것이다.

[0062] 보다 상세하게는, 도 5는 pH1E2, pH1E4, pH1E6의 분율에 대한 유연 물성(Modular Compact)과 박리강도(Peel strength/Shear strength)를 측정한 실험 결과 그래프를 도시한 것이고, 도 6은 pH1E4의 분율로 개시제를 사용하는 화학 기상 증착 방법(initiated Chemical Vapor Deposition; iCVD), 광개시 화학 기상 증착 방법(Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; PiCVD) 및 UV를 이용하여 광개시 반응 및 열 개시 반응을 동시에 사용하는 화학 기상 증착 방법(Thermal and Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; TPiCVD)의 공정 조건에 따라 변화되는 가교 밀도에 대한 실험 결과 그래프를 도시한 것이다.

[0063] 도 5를 참조하면, 본 발명은 최적의 공중합체 분율을 획득하기 위해 pH1E2, pH1E4, pH1E6의 분율에 대한 유연 물성과 박리강도를 측정하였으며, pH1E4의 분율로 도 6의 실험을 진행하였다.

[0064] 본 발명은 도 6에서, 개시제를 사용하는 화학 기상 증착 방법(initiated Chemical Vapor Deposition; iCVD), 광개시 화학 기상 증착 방법(Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; PiCVD) 및 UV를 이용하여 광개시 반

응 및 열 개시 반응을 동시에 사용하는 화학 기상 증착 방법(Thermal and Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; TPiCVD)의 공정 조건을 바꿔가며 최적화된 공중합체의 가교 밀도를 조절하였으며, DSC와 유변 물성 측정기를 통해 열 물성(Heat Flow)과 유변 물성(Modular Compact)을 측정하였다.

[0065] 도 6을 참조하면, 자외선(UV)을 통해 가교를 많이 유도할수록 유리전이온도(Temperature)가 높게 측정되는 것을 확인할 수 있으며, 저장 탄성률과 손실 탄성률(Storage modulus/Loss modulus)도 광개시 화학 기상 증착 방법(Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; PiCVD)의 경우가 가장 높게 측정되고, 손실률(Loss factor)을 보았을 때도 다른 두가지 공정 조건(iCVD, TPiCVD)에 비해 더욱 고체 거동을 하는 것을 알 수 있다.

[0066] 반면에, 개시제를 사용하는 화학 기상 증착 방법(initiated Chemical Vapor Deposition; iCVD)을 이용한, 가교를 전혀 유도하지 않은 경우에 유리전이온도(Temperature)가 가장 낮게 측정된 것을 확인할 수 있으며, 저장 탄성률과 손실 탄성률(Storage modulus/Loss modulus)이 낮게 측정되고, 손실률(Loss factor)을 보았을 때도 세 가지 공정 조건 중 가장 액체에 가까운 거동을 하는 것을 알 수 있다.

[0067] 또한, UV를 이용하여 광개시 반응 및 열 개시 반응을 동시에 사용하는 화학 기상 증착 방법(Thermal and Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; TPiCVD)을 통해 종합된 공중합체 접착제의 경우, 유리전이온도(Temperature), 유변 물성(Modular Compact)이 다른 두 가지 공정 조건(iCVD, PiCVD)을 통해 종합된 공중합체들의 사이 값을 갖는 것을 알 수 있다. 이로 인해, UV를 이용하여 광개시 반응 및 열 개시 반응을 동시에 사용하는 화학 기상 증착 방법(Thermal and Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; TPiCVD)에서 두 가지 공정 조건(iCVD, PiCVD)의 비율을 조절하여 가교 밀도를 조절할 수 있음을 알 수 있다.

[0069] 도 7은 본 발명의 실시예에 따른 최적화된 공중합체의 가교 밀도를 조절하여 박리 특성, 전단 특성, 점착 특성에 대한 실험 결과 그래프를 도시한 것이다.

[0070] 본 발명은 개시제를 사용하는 화학 기상 증착 방법(initiated Chemical Vapor Deposition; iCVD), 광개시 화학 기상 증착 방법(Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; PiCVD) 및 UV를 이용하여 광개시 반응 및 열 개시 반응을 동시에 사용하는 화학 기상 증착 방법(Thermal and Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; TPiCVD)의 공정 조건을 바꿔가며 최적화된 공중합체의 가교 밀도를 조절하여 공중합체 접착제에 대한 박리 특성, 전단 특성, 점착 특성을 비교하였다.

[0071] 도 7을 참조하면, 본 발명의 실시예에 따라 형성된 공중합체 접착제는 다른 접착제에 비해 적지 않은 박리 특성을 나타내며, 특히 광개시 화학 기상 증착 방법(Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; PiCVD)으로 증착한 경우 500nm의 두께에서도 보통 3M 테이프($26\text{N}/\text{cm}^2$)보다 강한 전단 강도($85.2 \pm 5\text{N}/\text{cm}^2$)를 나타내는 것을 확인할 수 있다.

[0072] 이 때, 공중합체 접착제의 두께는 개시제를 사용하는 화학 기상 증착 방법(initiated Chemical Vapor Deposition; iCVD), 광개시 화학 기상 증착 방법(Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; PiCVD) 및 UV를 이용하여 광개시 반응 및 열 개시 반응을 동시에 사용하는 화학 기상 증착 방법(Thermal and Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; TPiCVD) 각각의 공정 시간에 따라 조절 가능할 수 있다.

[0074] 도 8은 본 발명의 실시예에 따른 공정 조건별로 온도에 따른 유변 물성과 광학 특성에 대한 실험 결과 그래프 및 이미지를 도시한 것이다.

[0075] 본 발명은 개시제를 사용하는 화학 기상 증착 방법(initiated Chemical Vapor Deposition; iCVD), 광개시 화학 기상 증착 방법(Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; PiCVD) 및 UV를 이용하여 광개시 반응 및 열 개시 반응을 동시에 사용하는 화학 기상 증착 방법(Thermal and Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; TPiCVD)의 공정 조건별로 온도에 따른 유변 물성(Modular Compact)과 광학 특성을 측정하였다.

[0076] 도 8을 참조하면, 광개시 화학 기상 증착 방법(Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; PiCVD)으로 증착되어 가교가 많이 이루어진 공중합체 접착제의 경우, 200°C 온도에서도 저장 탄성률 및 손실 탄성률(Storage modulus/Loss modulus)이 크게 떨어지지 않는 것을 확인할 수 있다. 또한, 광개시 화학 기상 증착 방법(Photo-initiated Chemical Vapor Deposition; PiCVD)로 증착되어 가교가 많이 이루어진 공중합체 접착제의 경우, 거의 100%에 해당하는 투과도(Transmittance)를 나타내는 것을 확인할 수 있다. 나아가, PET에 500nm의 두께로

증착한 공중합체 점착제의 샘플을 구리와 니켈-철 합금에 붙여 3mm의 곡률반경까지 휘어도 떨어지지 않고 붙어있는 것을 확인할 수 있다.

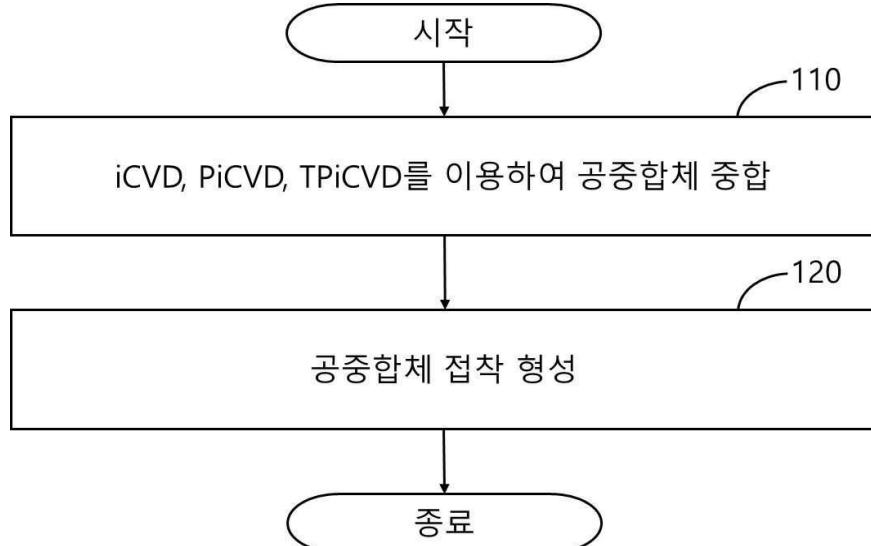
[0078] 본 발명의 실시예에 따른 공중합체 점착제를 형성하는 방법은 개시제를 사용하는 화학 기상 증착 방법 (initiated Chemical Vapor Deposition; iCVD)에서 자외선(UV) 조사를 통한 HEA의 광개시와 TBPO를 이용한 개시를 이용하여 점착제의 가교 밀도를 조절하고, 얇으면서 최적의 접착 성능을 가지는 공중합체 점착제를 형성할 수 있다. 공중합체 점착제는 충분한 접착 성능과 강한 전단 강도를 나타내며, 동시에 다양한 유연 기판에 적용할 수 있으므로, 기존의 점착제를 대신하여 다양한 분야에 적용 가능하다.

[0080] 이상과 같이 실시예들이 비록 한정된 실시예와 도면에 의해 설명되었으나, 해당 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자라면 상기의 기재로부터 다양한 수정 및 변형이 가능하다. 예를 들어, 설명된 기술들이 설명된 방법과 다른 순서로 수행되거나, 및/또는 설명된 시스템, 구조, 장치, 회로 등의 구성요소들이 설명된 방법과 다른 형태로 결합 또는 조합되거나, 다른 구성요소 또는 균등물에 의하여 대치되거나 치환되더라도 적절한 결과가 달성될 수 있다.

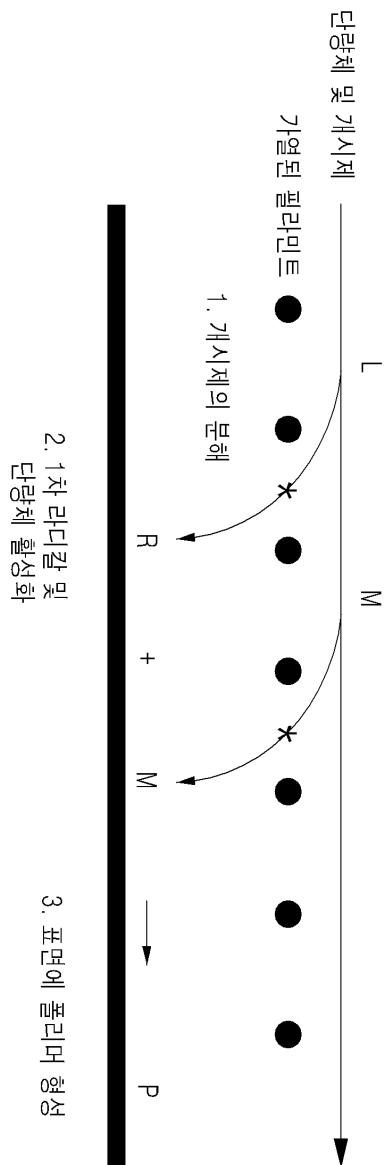
[0082] 그러므로, 다른 구현들, 다른 실시예들 및 특허청구범위와 균등한 것들도 후술하는 특허청구범위의 범위에 속한다.

도면

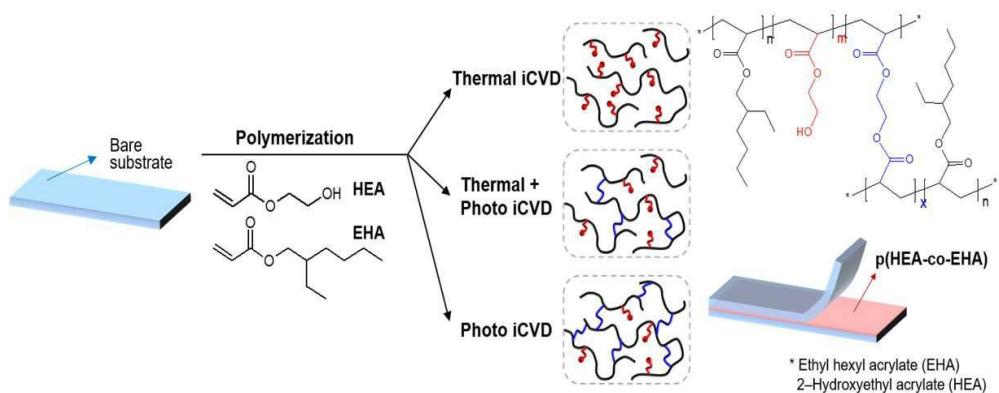
도면1



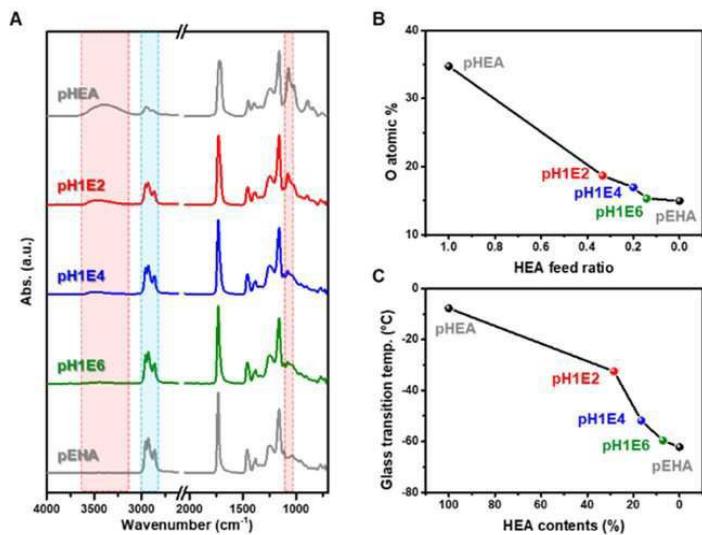
도면2



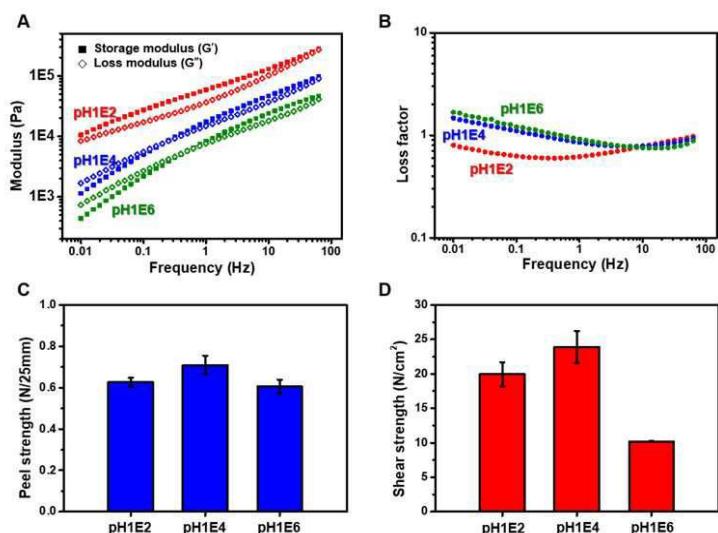
도면3



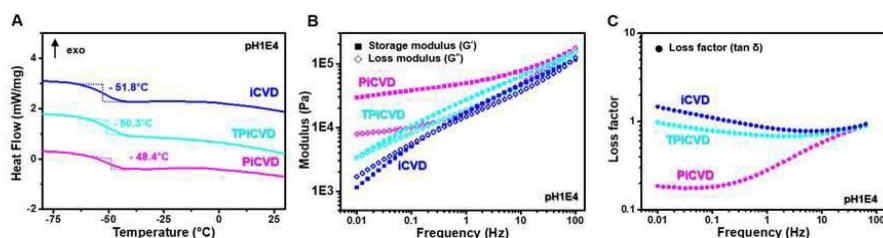
도면4



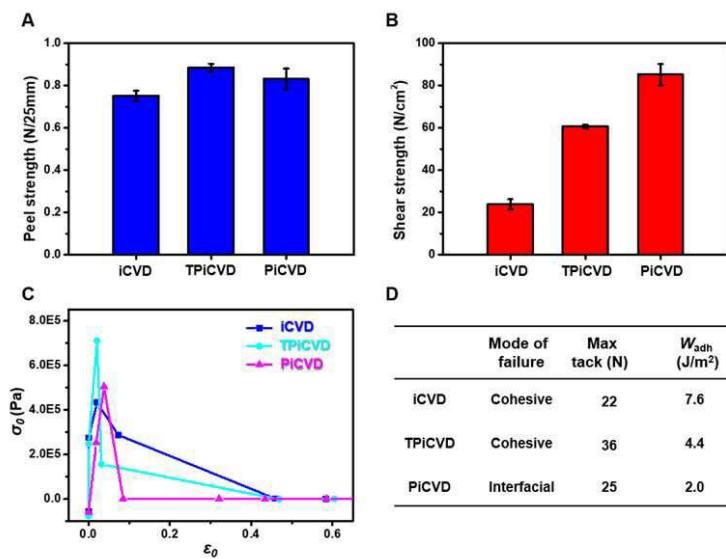
도면5



도면6



도면7



도면8

