



공개특허 10-2020-0070591



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2020-0070591
(43) 공개일자 2020년06월18일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C23C 16/452 (2006.01) *C23C 16/44* (2006.01)
C23C 16/448 (2006.01) *C23C 16/56* (2006.01)
- (52) CPC특허분류
C23C 16/452 (2013.01)
C23C 16/4417 (2013.01)
- (21) 출원번호 10-2018-0157873
- (22) 출원일자 2018년12월10일
심사청구일자 2018년12월10일

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

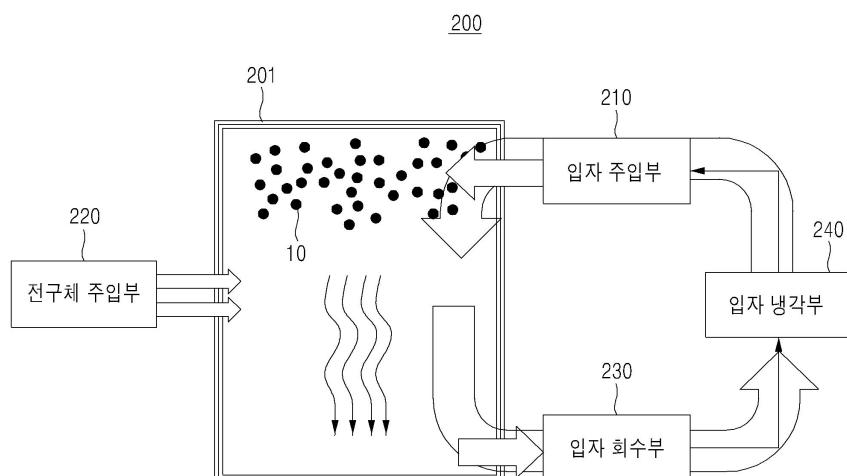
전체 청구항 수 : 총 15 항

(54) 발명의 명칭 입자 표면 코팅을 위한 개시제를 이용한 화학 기상 증착 시스템 및 그 방법

(57) 요 약

본 발명은 챔버 내부에서 표면에 고분자 박막이 증착된 입자를 챔버 외부에서 냉각시켜 다시 챔버로 주입하는 과정을 반복하여 입자의 고분자 두께를 결정하는 입자 표면 코팅을 위한 개시제를 이용한 화학 기상 증착 시스템 및 그 방법에 관한 것으로, 챔버 상부에 위치하며, 챔버의 내부로 입자(particle)를 주입하는 입자 주입부, 챔버 중앙에 위치하며, 상기 챔버의 내부로 단량체(Monomer) 및 개시제(initiator)를 주입하는 전구체 주입부, 챔버 하부에 위치하며, 상기 입자 주입부에 의해 주입되어 중력에 의해 하락하면서 표면에 고분자 박막이 증착된 입자를 회수하는 입자 회수부 및 상기 입자 회수부를 통해 챔버의 외부로 회수된 상기 표면에 고분자 박막이 증착된 입자를 냉각시키는 입자 냉각부를 포함한다.

대 표 도



(52) CPC특허분류

C23C 16/4481 (2013.01)*C23C 16/56* (2013.01)

(72) 발명자

이민석

대전광역시 유성구 대학로 291 (구성동, 한국과학
기술원)

장원태

대전광역시 유성구 대학로 291 (구성동, 한국과학
기술원)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 NRF-2017M3A6A5052509

부처명 미래창조과학부

연구관리전문기관 한국연구재단

연구사업명 원천기술개발사업-나노기반 소프트 일렉트로닉스 연구

연구과제명 기상증착 고분자 기반 고성능 절연소재 개발

기 예 율 1/2

주관기관 한국과학기술원

연구기간 2017.05.01 ~ 2020.08.31

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 2016R1A5A1009926

부처명 미래창조과학부

연구관리전문기관 한국연구재단

연구사업명 이공분야 기초연구사업 - 이공학분야 (S/ERC)

연구과제명 웨어러블 플랫폼소재 기술센터

기 예 율 1/2

주관기관 한국과학기술원

연구기간 2016.06.01 ~ 2019.12.31

명세서

청구범위

청구항 1

입자(particle) 표면 코팅을 위한 개시제를 이용한 화학 기상 증착(initiated Chemical Vapor Deposition; iCVD) 시스템에 있어서,

챔버 상부에 위치하며, 챔버의 내부로 입자(particle)를 주입하는 입자 주입부;

챔버 중앙에 위치하며, 상기 챔버의 내부로 단량체(Monomer) 및 개시제(initiator)를 주입하는 전구체 주입부;

챔버 하부에 위치하며, 상기 입자 주입부에 의해 주입되어 중력에 의해 하락하면서 표면에 고분자 박막이 증착된 입자를 회수하는 입자 회수부; 및

상기 입자 회수부를 통해 챔버의 외부로 회수된 상기 표면에 고분자 박막이 증착된 입자를 냉각시키는 입자 냉각부

를 포함하는 iCVD 시스템.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 iCVD 시스템은

상기 입자 냉각부에 의해 냉각된 상기 표면에 고분자 박막이 증착된 입자를 상기 입자 주입부를 통해 다시 상기 챔버의 내부로 주입시켜, 표면 증착을 반복하여 상기 입자의 고분자 두께를 결정하는 것을 특징으로 하는 iCVD 시스템.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 챔버 상부는

흡착 방지를 위해 열 벽면(hot wall)으로 형성되며,

상기 입자 주입부는

상기 챔버 상부에 형성된 통로를 통해 상기 챔버의 내부로 캐리어 가스(carrier gas)와 함께 상기 입자를 주입하는 iCVD 시스템.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 전구체 주입부는

상기 챔버 중앙으로 상기 단량체 및 상기 개시제의 전구체를 주입하며, 상기 전구체 주입 후, 상기 챔버 상부 및 상기 챔버 하부의 통로를 차단하는 것을 특징으로 하는 iCVD 시스템.

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 입자 회수부는

상기 챔버 하부에 형성된 통로를 오픈하여 상기 표면에 고분자 박막이 증착된 입자를 회수한 후, 상기 챔버 하부의 통로를 차단하여 상기 단량체 및 상기 개시제의 배출을 차단하는 iCVD 시스템.

청구항 6

제5항에 있어서,

상기 표면에 고분자 박막이 증착된 입자는

상기 입자 주입부를 통해 상기 챔버의 내부로 주입된 상기 입자가 중력에 의해 하락하면서 상기 단량체 및 상기 개시제에 의해 표면 상에 고분자 증착된 것을 특징으로 하는 iCVD 시스템.

청구항 7

제1항에 있어서,

상기 입자 냉각부는

상기 표면에 고분자 박막이 증착된 입자를 기 설정된 온도 범위에 도달되도록 냉각시키는 것을 특징으로 하는 iCVD 시스템.

청구항 8

제7항에 있어서,

상기 입자 주입부는

상기 입자 냉각부에 의해 냉각된 상기 표면에 고분자 박막이 증착된 입자를 상기 챔버 상부에 형성된 통로를 통해 상기 챔버의 내부로 캐리어 가스(carrier gas)와 함께 주입한 후, 상기 챔버 상부의 통로를 차단하는 iCVD 시스템.

청구항 9

입자(particle) 표면 코팅을 위한 개시제를 이용한 화학 기상 증착(initiated Chemical Vapor Deposition; iCVD) 방법에 있어서,

챔버 상부에 위치하며, 챔버의 내부로 입자(particle)를 주입하는 제1 단계;

챔버 중앙에 위치하며, 상기 챔버의 내부로 단량체(Monomer) 및 개시제(initiator)를 주입하는 제2 단계;

챔버 하부에 위치하며, 상기 제1 단계에 의해 주입되어 중력에 의해 하락하면서 표면에 고분자 박막이 증착된 입자를 회수하는 제3 단계; 및

상기 제3 단계를 통해 챔버의 외부로 회수된 상기 표면에 고분자 박막이 증착된 입자를 냉각시키는 제4 단계를 포함하는 iCVD 방법.

청구항 10

제9항에 있어서,

상기 제4 단계에 의해 냉각된 상기 표면에 고분자 박막이 증착된 입자를 상기 제1 단계를 통해 다시 상기 챔버의 내부로 주입시켜, 상기 입자의 표면 증착을 반복하는 제5 단계

를 더 포함하는 iCVD 방법.

청구항 11

제10항에 있어서,

상기 제5 단계는

반복 횟수에 따라 상기 입자의 고분자 두께를 결정하는 것을 특징으로 하는 iCVD 방법.

청구항 12

제9항에 있어서,

상기 챔버 상부는

흡착 방지를 위해 열 벽면(hot wall)으로 형성되며,

상기 제1 단계는

상기 챔버 상부에 형성된 통로를 통해 상기 챔버의 내부로 캐리어 가스(carrier gas)와 함께 상기 입자를 주입하는 iCVD 방법.

청구항 13

제9항에 있어서,

상기 제2 단계는

상기 챔버 중앙으로 상기 단량체 및 상기 개시제의 전구체를 주입하며, 상기 전구체 주입 후, 상기 챔버 상부 및 상기 챔버 하부의 통로를 차단하는 것을 특징으로 하는 iCVD 방법.

청구항 14

제9항에 있어서,

상기 제3 단계는

상기 챔버 하부에 형성된 통로를 오픈하여 상기 표면에 고분자 박막이 증착된 입자를 회수한 후, 상기 챔버 하부의 통로를 차단하여 상기 단량체 및 상기 개시제의 배출을 차단하는 iCVD 방법.

청구항 15

제9항에 있어서,

상기 제4 단계는

상기 표면에 고분자 박막이 증착된 입자를 기 설정된 온도 범위에 도달되도록 냉각시키는 것을 특징으로 하는 iCVD 방법.

발명의 설명**기술 분야**

[0001]

본 발명은 입자 표면 코팅을 위한 개시제를 이용한 화학 기상 증착 시스템 및 그 방법에 관한 것으로, 보다 상세하게는 챔버 내부에서 표면에 고분자 박막이 증착된 입자를 챔버 외부에서 냉각시켜 다시 챔버로 주입하는 과정을 반복하여 입자의 고분자 두께를 결정하는 화학 기상 증착 시스템 및 그 방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002]

기준에 사용되는 대표적인 박막 증착 기술은 화학 기상 증착(Chemical Vapor Deposition; CVD) 방법, 플라즈마 촉진 화학증착(Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition; PECVD) 방법 또는 원자층 증착(Atom Layer deposition; ALD) 방법 등이 있다.

[0003]

그 중에서, 원자층 증착법(ALD)은 게이트 유전막, 커페시터 유전막 등에서 정밀 박막을 형성하는데에 주로 이용되어 왔다. 그러나, 최근에는 유동층 원자층 증착법을 이용하여 3차원 구조를 갖는 다양한 나노 구조체들에 대해서도 나노급의 코팅을 수행할 수 있는 방안들이 제시되고 있다.

[0004]

종래의 한국공개특허 제10-2015-0008667호, “나노코팅 입자 제조를 위한 유동층 원자층 증착 장치”는 원자층 증착법(ALD)을 이용하여 입자 상에 나노급의 층을 균일하게 증착한다. 다만, 종래 기술은 챔버 내부에 입자(particle)가 날아다니기 때문에, 입자의 온도만 조절할 수 있고, 주변 환경과 비슷한 온도가 챔버 내부에 형성되어야 한다는 한계가 존재한다. 이로 인하여, 종래 기술은 입자 외에 챔버 내벽에 불필요한 흡착이 발생된다.

[0005]

최근에는 화학 기상 증착 방법 중 하나인 개시제를 이용하는 화학 기상 증착 방법(initiated chemical vapor deposition; iCVD)이 각광받고 있다. iCVD 공정은 이미 액상 공정에서 잘 알려져 있는 자유 라디칼(free

radical)을 이용한 연쇄 중합 반응을 이용한다. iCVD 공정은 개시제와 단량체를 기화시켜 기상에서 고분자 반응이 이루어지게 함으로써 고분자 박막을 기판의 표면에 증착하는 공정이다. 개시제와 단량체는 단순히 혼합을 했을 때에는 중합 반응이 일어나지 않으나, 기상 반응기 내에 위치한 고온의 필라멘트에 의해 개시제가 분해되어 라디칼이 생성되면 이에 의해 단량체가 활성화되어 연쇄 중합 반응이 이루어진다.

- [0006] 이로 인하여, 원자층 증착법(ALD)의 한계 및 문제점을 극복하기 위해, 개시제를 이용한 화학 기상 증착 방법(iCVD)을 이용하는 기술이 요구된다.

선행기술문헌

특허문헌

- [0007] (특허문헌 0001) 한국공개특허 제10-2015-0008667호(2015.01.23. 공개), “나노코팅 입자 제조를 위한 유동층 원자층 증착 장치”

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0008] 본 발명의 목적은 입자를 냉각시키는 과정을 거쳐 입자의 온도를 균일하게 유지하고자 한다.
- [0009] 또한, 본 발명의 목적은 챔버 내부에서 진행되는 입자의 표면 증착 과정과 챔버 외부에서 진행되는 입자의 냉각 과정을 반복적으로 수행함으로써, 입자의 표면 증착 고분자 두께를 결정하고자 한다.

과제의 해결 수단

- [0010] 본 발명의 실시예에 따른 입자(particle) 표면 코팅을 위한 개시제를 이용한 화학 기상 증착(initiated Chemical Vapor Deposition; iCVD) 시스템에 있어서, 챔버 상부에 위치하며, 챔버의 내부로 입자(particle)를 주입하는 입자 주입부, 챔버 중앙에 위치하며, 상기 챔버의 내부로 단량체(Monomer) 및 개시제(initiator)를 주입하는 전구체 주입부, 챔버 하부에 위치하며, 상기 입자 주입부에 의해 주입되어 중력에 의해 하락하면서 표면에 고분자 박막이 증착된 입자를 회수하는 입자 회수부 및 상기 입자 회수부를 통해 챔버의 외부로 회수된 상기 표면에 고분자 박막이 증착된 입자를 냉각시키는 입자 냉각부를 포함한다.
- [0011] 상기 iCVD 시스템은 상기 입자 냉각부에 의해 냉각된 상기 표면에 고분자 박막이 증착된 입자를 상기 입자 주입부를 통해 다시 상기 챔버의 내부로 주입시켜, 표면 증착을 반복하여 상기 입자의 고분자 두께를 결정할 수 있다.
- [0012] 상기 챔버 상부는 흡착 방지를 위해 열 벽면(hot wall)으로 형성되며, 상기 입자 주입부는 상기 챔버 상부에 형성된 통로를 통해 상기 챔버의 내부로 캐리어 가스(carrier gas)와 함께 상기 입자를 주입할 수 있다.
- [0013] 상기 전구체 주입부는 상기 챔버 중앙으로 상기 단량체 및 상기 개시제의 전구체를 주입하며, 상기 전구체 주입 후, 상기 챔버 상부 및 상기 챔버 하부의 통로를 차단할 수 있다.
- [0014] 상기 입자 회수부는 상기 챔버 하부에 형성된 통로를 오픈하여 상기 표면에 고분자 박막이 증착된 입자를 회수한 후, 상기 챔버 하부의 통로를 차단하여 상기 단량체 및 상기 개시제의 배출을 차단할 수 있다.
- [0015] 상기 표면에 고분자 박막이 증착된 입자는 상기 입자 주입부를 통해 상기 챔버의 내부로 주입된 상기 입자가 중력에 의해 하락하면서 상기 단량체 및 상기 개시제에 의해 표면 상에 고분자 증착된 것일 수 있다.
- [0016] 상기 입자 냉각부는 상기 표면에 고분자 박막이 증착된 입자를 기 설정된 온도 범위에 도달되도록 냉각시킬 수 있다.
- [0017] 상기 입자 주입부는 상기 입자 냉각부에 의해 냉각된 상기 표면에 고분자 박막이 증착된 입자를 상기 챔버 상부에 형성된 통로를 통해 상기 챔버의 내부로 캐리어 가스(carrier gas)와 함께 주입한 후, 상기 챔버 상부의 통로를 차단할 수 있다.
- [0018] 본 발명의 실시예에 따른 입자(particle) 표면 코팅을 위한 개시제를 이용한 화학 기상 증착(initiated Chemical Vapor Deposition; iCVD) 방법에 있어서, 챔버 상부에 위치하며, 챔버의 내부로 입자(particle)를 주

입하는 제1 단계, 챔버 중앙에 위치하며, 상기 챔버의 내부로 단량체(Monomer) 및 개시제(initiator)를 주입하는 제2 단계, 챔버 하부에 위치하며, 상기 제1 단계에 의해 주입되어 중력에 의해 하락하면서 표면에 고분자 박막이 증착된 입자를 회수하는 제3 단계 및 상기 제3 단계를 통해 챔버의 외부로 회수된 상기 표면에 고분자 박막이 증착된 입자를 냉각시키는 제4 단계를 포함한다.

[0019] 또한, 본 발명의 실시예에 따른 입자(particle) 표면 코팅을 위한 개시제를 이용한 화학 기상 증착(initiated Chemical Vapor Deposition; iCVD) 방법은 상기 제4 단계에 의해 냉각된 상기 표면에 고분자 박막이 증착된 입자를 상기 제1 단계를 통해 다시 상기 챔버의 내부로 주입시켜, 상기 입자의 표면 증착을 반복하는 제5 단계를 더 포함할 수 있다.

[0020] 상기 제5 단계는 반복 횟수에 따라 상기 입자의 고분자 두께를 결정할 수 있다.

[0021] 상기 챔버 상부는 흡착 방지를 위해 열 벽면(hot wall)으로 형성되며, 상기 제1 단계는 상기 챔버 상부에 형성된 통로를 통해 상기 챔버의 내부로 캐리어 가스(carrier gas)와 함께 상기 입자를 주입할 수 있다.

[0022] 상기 제2 단계는 상기 챔버 중앙으로 상기 단량체 및 상기 개시제의 전구체를 주입하며, 상기 전구체 주입 후, 상기 챔버 상부 및 상기 챔버 하부의 통로를 차단할 수 있다.

[0023] 상기 제3 단계는 상기 챔버 하부에 형성된 통로를 오픈하여 상기 표면에 고분자 박막이 증착된 입자를 회수한 후, 상기 챔버 하부의 통로를 차단하여 상기 단량체 및 상기 개시제의 배출을 차단할 수 있다.

[0024] 상기 제4 단계는 상기 표면에 고분자 박막이 증착된 입자를 기 설정된 온도 범위에 도달되도록 냉각시킬 수 있다.

발명의 효과

[0025] 본 발명의 실시예에 따르면, 입자를 냉각시키는 과정을 거쳐 입자의 온도를 균일하게 유지하여 입자 표면에 균일하게 고분자 증착할 수 있다.

[0026] 또한, 본 발명의 실시예에 따르면, 챔버 내부에서 진행되는 입자의 표면 증착 과정과 챔버 외부에서 진행되는 입자의 냉각 과정을 반복적으로 수행함으로써, 입자의 표면 증착 고분자 두께를 결정할 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0027] 도 1은 개시제를 이용한 화학 기상 증착(initiated Chemical Vapor Deposition; iCVD)을 설명하기 위한 도면이다.

도 2는 본 발명의 실시예에 따른 입자 표면 코팅을 위한 iCVD 시스템의 개념도를 도시한 것이다.

도 3은 본 발명의 실시예에 따른 입자 표면 코팅을 위한 iCVD 방법의 흐름도를 도시한 것이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0028] 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.

[0029] 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.

[0031] 본 발명의 입자 표면 코팅을 위한 개시제를 이용한 화학 기상 증착 시스템 및 그 방법은 화학 기상 증착 방법(Chemical Vapor Deposition; CVD)을 변형 및 응용하여 입자 표면에 고분자 증착할 수 있도록 고안한 방법이다.

[0032] 박막 증착 공정은 크게 물리적 증착(physical vapor deposition, PVD) 공정과 화학 기상 증착(chemical vapor deposition; CVD) 공정으로 구분된다.

[0033] PVD 공정은 화학 반응을 수반하지 않는 증착 기술로서 주로 금속 박막 증착에 사용되며, 이에는 진공 증착 방법(vacuum evaporation)과 스팍터링 방법(sputtering) 등이 있다. 반면 CVD 공정은 화학 반응을 수반하는 증착 기술로서 반응을 유도하기 위해 극한(harsh) 조건 하에서 수행되어야 하므로 무기물의 증착에 이용되어 왔다.

- [0034] CVD 공정들은 모두 반응기 내에서 매우 복잡한 과정을 통해 진행되고, 반응기 내 유체 흐름, 물질 전달 등이 복합적으로 작용하여 증착되는 박막의 특성을 결정한다. 따라서 공급되는 물질의 화학적 반응 특성 및 반응기의 구조도 박막 형성에 중요한 변수로 작용할 수 있다. 본 발명은 이러한 복잡한 공정을 이용하지 않고, 적절한 단량체의 종류 및 조건을 결정함으로써 유기 고분자 박막 증착을 가능하게 하였다.
- [0035] 본 발명의 발명은 기상 증착 공정인 바, 용매, 특히 유기 용매를 사용하지 않고 기상 조건에서 단량체와 개시제로 목적하는 고분자 박막을 증착시킬 수 있으므로 하부에 기판을 포함하더라도 용매로 인한 기판의 손상 우려를 배제할 수 있다.
- [0037] 도 1은 개시제를 이용한 화학 기상 증착(initiated Chemical Vapor Deposition; iCVD)을 설명하기 위한 도면이다.
- [0038] I는 개시제(initiator), M은 단량체(monomer), R은 자유 라디칼(free radical)을 의미하며, P는 자유 라디칼에 의해 단량체의 중합이 일어났음을 의미한다. 개시제의 열분해에 의해 자유 라디칼이 형성되면 자유 라디칼이 단량체를 활성화시켜 이후 주변 단량체들의 중합을 유도하게 되고, 이 반응이 계속되어 유기 고분자 박막을 형성하게 된다.
- [0039] 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.
- [0040] 공정을 통해 획득되는 고분자 박막의 물성은 개시제를 이용한 화학 기상 증착법(iCVD)의 공정 변수를 제어함으로써 쉽게 조절할 수 있다. 즉, 공정 압력, 시간, 온도, 개시제 및 단량체의 유량, 필라멘트 온도 및 기판 온도 등을 목적하는 바에 따라 당업자가 조절함으로써 고분자 박막의 분자량, 목적하는 박막의 두께, 조성, 증착 속도 등과 같은 물성 조절이 가능하다.
- [0041] 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.
- [0042] 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.
- [0043] 일 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 있으며, 본 발명의 일실시예에 따른 고분자 박막은 폴리글리시딜메타크릴레이트(poly glycidylmethacrylate, PGMA)일 수 있다.
- [0045] 도 2는 본 발명의 실시예에 따른 입자 표면 코팅을 위한 iCVD 시스템의 개념도를 도시한 것이다.
- [0046] 도 2를 참조하면, 본 발명의 실시예에 따른 입자 표면 코팅을 위한 개시제를 이용한 화학 기상 증착(initiated Chemical Vapor Deposition; iCVD) 시스템은 챔버 내부에서 표면에 고분자 박막이 증착된 입자를 챔버 외부에서 냉각시켜 다시 챔버로 주입하는 과정을 반복하여 입자의 고분자 두께를 결정한다.
- [0047] 이를 위해, 본 발명의 실시예에 따른 입자 표면 코팅을 위한 개시제를 이용한 화학 기상 증착 시스템(200)은 입자 주입부(210), 전구체 주입부(220), 입자 회수부(230) 및 입자 냉각부(240)를 포함한다.
- [0048] 입자 주입부(210)는 챔버 상부에 위치하며, 챔버(201)의 내부로 입자(particle)를 주입한다.

- [0049] 챔버(201)의 상부는 입자의 흡착 방지를 위해 열처리된 열 벽면(hot wall)으로 형성되어 있으며, 일측면에는 입자(10)의 주입 또는 차단을 위한 통로가 형성된 형태일 수 있다. 예를 들면, 챔버(201)의 천장 및 천장과 연결된 타측면 중 적어도 어느 하나 이상이 열 벽면으로 형성된 것일 수 있다.
- [0050] 입자 주입부(210)는 챔버 상부에 형성된 통로를 통해 챔버(201)의 내부로 캐리어 가스(carrier gas)와 함께 입자(10)를 주입할 수 있다. 이 때, 입자 주입부(210)는 복수의 입자(10)를 손상없이 유동적으로 챔버(201)의 내부로 주입하기 위해 캐리어 가스를 함께 사용할 수 있으며, 상기 캐리어 가스의 종류는 한정하지 않는다.
- [0051] 입자(10)는 피코팅 입자 즉, 표면에 코팅이 이루어질 수 있는 입자일 수 있다. 입자(10)의 종류는 특정되지 않으며 예를 들어, 카본, 백금(Pt), 금(Au), 니켈(Ni), 실리카 젤 등의 입자일 수 있다. 입자(10)의 크기는 나노급 내지 마이크로급 크기일 수 있다.
- [0052] 도 2에 도시된 바와 같이, 입자(10)는 챔버 상부로 주입되어 챔버(201) 내에서 중력에 의해 하락하며, 하락하는 동시에 챔버 중앙에서 주입되는 전구체들과의 반응을 통해 표면에 코팅막이 형성될 수 있다.
- [0053] 전구체 주입부(220)는 챔버 중앙에 위치하며, 챔버(201)의 내부로 단량체(Monomer) 및 개시제(initiator)를 주입한다.
- [0054] 전구체 주입부(220)는 챔버(201)의 중앙으로 단량체(Monomer) 및 개시제(initiator)의 전구체를 주입할 수 있으며, 본 발명의 실시예에 따른 입자 표면 코팅을 위한 개시제를 이용한 화학 기상 증착 시스템(200)은 챔버(201) 내부로의 전구체 주입 이후에, 입자(10)가 주입되는 챔버 상부와 입자(10)가 회수되는 챔버 하부의 통로를 차단할 수 있다.
- [0055] 본 발명의 실시예에 따른 입자 표면 코팅을 위한 개시제를 이용한 화학 기상 증착 시스템(200)은 전구체 주입부(220)를 통한 챔버(201) 내부로의 전구체 주입 이후에, 챔버 상부 및 챔버 하부의 통로를 차단함으로써, 일정한 양으로 챔버(201) 내부에 주입된 입자(10) 및 전구체를 밀폐시킬 수 있다.
- [0056] 전구체 주입부(220)는 챔버(201) 내에 단량체(monomer)를 주입한다. 단량체란, 기판 상에 박막 형성을 위하여 사용될 수 있는 단위체를 의미한다. 단량체는 개시제가 열분해되어 형성된 자유 라디칼과 반응하여 폴리머 즉, 박막을 형성한다. 단량체의 예로서, PMA(propargyl methacrylate), GMA(glycidyl methacrylate), PFM(pentafluorophenylmethacrylate), FMA(furfuryl methacrylate), HEMA(hydroxyethyl methacrylate), VP(vinyl pyrrolidone), DMAMS(dimethylaminomethyl styrene), CHMA(cyclohexyl methacrylate), PFA(perfluorodecyl acrylate), V3D3(trivinyltrimethyl cyclotrisiloxane), AS(4-aminostyrene), NIPAAm(N-isopropylacrylamide), MA-alt-St(maleic anhydride-alt-styrene), MAA-co-EA(methacrylic acid-co-ethyl acrylate), EGDMA(ethyleneglycoldimethacrylate), DVB(divinylbenzene), DEGDVE(di(ethyleneglycol)di(vinyl ether)) 등이 있으나, 이에 제한되지 않는다.
- [0057] 전구체 주입부(220)는 챔버(201) 내에 개시제(initiator)를 주입한다. 개시제란, 본 발명의 공정에서 단량체들이 고분자를 형성할 수 있도록 첫 반응의 활성화를 유도하는 물질이다. 개시제는 단량체가 열분해되는 온도보다 낮은 온도에서 열분해되어 자유 라디칼을 형성할 수 있는 물질일 수 있다. 개시제는 챔버(201) 내에 주입되고, 가열부에 의해 열분해되어 자유 라디칼을 형성한다. 개시제의 예로서, 개시제는 과산화물일 수 있으며, 터트-부틸 폐록사이드(tert-butylperoxide; TBPO) 또는 벤조페논(Benzophenone) 등일 수 있으나, 상기 예에 의해 본 발명의 방법에서 사용될 수 있는 개시제의 종류가 제한되는 것은 아니다.
- [0058] 이 때, 전구체 주입부(220)는 단량체(Monomer)와 개시제(initiator)를 순차적으로 도포할 수 있고, 동시에 도포 할 수도 있다.
- [0059] 여기서, 터트-부틸 폐록사이드는 약 110°C의 끓는점을 갖는 휘발성 물질로서 150°C 전후에서 열분해를 하는 물질이다. 한편 개시제의 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.
- [0060] 본 발명의 실시예에 따른 입자 표면 코팅을 위한 개시제를 이용한 화학 기상 증착 시스템(200)은 도 2의 챔버(201) 내부에 가열부(미도시)를 더 포함할 수 있다. 상기 가열부는 챔버(201) 내로 주입되는 개시제를 열분해하여 자유 라디칼을 형성하기 위해 챔버(201) 내에 열을 제공하는 장치로서, 예를 들어, 열 필라멘트일 수 있다. 가열부에 의해 제공되는 열의 온도 범위는 150°C 내지 250°C일 수 있다.
- [0061] 공정을 통해 획득되는 고분자 박막의 물성을 개시제를 이용한 화학 기상 증착법(initiative chemical vapor

deposition, iCVD)의 공정 변수를 제어함으로써 쉽게 조절할 수 있다. 즉, 공정 압력, 시간, 온도, 개시제 및 단량체의 유량, 필라멘트 온도 등을 목적하는 바에 따라 당업자가 조절함으로써 고분자 박막의 분자량, 목적하는 박막의 두께, 조성, 증착 속도 등과 같은 물성 조절이 가능하다.

- [0062] 상기 가열부가 챔버(201) 내 온도를 150°C 내지 250°C로 유지하면 기상 반응을 유도할 수 있는데, 가열부가 제공하는 온도는 터트-부틸 폐록사이드의 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.
- [0063] 이 때, 상기 가열부는 챔버(201)의 천장 및 천장과 연결된 타측면 중 적어도 어느 하나 이상에 위치할 수 있으나, 가열부의 위치 및 개수는 한정하지 않는다.
- [0064] 도 2를 참조하면, 입자 주입부(210)를 통해 챔버(201)의 내부로 주입된 입자(10)는 중력에 의해 하락하며, 챔버 상부에서 하락하는 입자(10)는 챔버 중앙에서 주입되는 단량체(Monomer) 및 개시제(initiator)에 의해 표면 상에 고분자 증착될 수 있다. 상기 표면에 고분자 박막이 증착된 입자는 중력에 의해 챔버 하부로 하락하게 되며, 입자 회수부(230)는 챔버(201) 내부에서 중력에 의해 하락하는 상기 표면에 고분자 박막이 증착된 입자를 회수한다.
- [0065] 입자 회수부(230)는 챔버 하부에 위치한다. 챔버 하부의 일측면에는 상기 표면에 고분자 박막이 증착된 입자를 회수하고, 챔버(201) 내부에 위치하는 단량체 및 개시제의 배출을 차단하기 위한 통로가 형성된 형태일 수 있다.
- [0066] 입자 회수부(230)는 챔버 하부에 형성된 통로를 오픈하여 상기 표면에 고분자 박막이 증착된 입자를 회수한 후, 상기 챔버 하부에 형성된 통로를 차단하여 챔버(201) 내부에 위치하는 단량체 및 개시제의 배출을 차단할 수 있다.
- [0067] 입자 냉각부(240)는 입자 회수부(230)를 통해 챔버(201)의 외부로 회수된 상기 표면에 고분자 박막이 증착된 입자를 냉각시킨다.
- [0068] 본 발명은 입자 냉각부(240)를 포함하는 것을 특징으로 한다. 예를 들어, 표면에 고분자 박막이 증착된 입자에 대한 냉각 없이, 입자를 반복적으로 코팅하게 되면, 코팅 사이클 반복에 따라 히팅된 외벽 등에 의해 입자 표면 온도가 높아지게 된다. 개시제를 이용한 화학 기상 증착(Initialized Chemical Vapor Deposition; iCVD) 공정은 단량체의 흡착과 중합으로 코팅이 이루어지기 때문에 입자의 표면 온도가 입자의 표면에 증착되는 코팅 두께에 영향을 미칠 수 있다. 이에 따라서, 본 발명의 실시예에 따른 입자 표면 코팅을 위한 개시제를 이용한 화학 기상 증착 시스템(200)은 입자 표면에 증착되는 코팅 두께의 신뢰성을 향상시키기 위해, 각 사이클마다 표면에 고분자 박막이 증착된 입자를 냉각시키는 것을 필수로 한다.
- [0069] 입자 냉각부(240)는 입자 회수부(230)에 의해 챔버(201)의 외부로 회수된 상기 표면에 고분자 박막이 증착된 입자를 기 설정된 온도 범위에 도달되도록 냉각시킬 수 있다. 입자 냉각부(240)는 챔버(201)의 외부 또는 일부 영역에 배치되어 상기 표면에 고분자 박막이 증착된 입자의 온도를 낮출 수 있다. 전술한 바와 같은 냉각 과정으로 인하여, 입자(10) 즉, 표면에 고분자 박막이 증착된 입자는 일정한 온도를 유지할 수 있게 된다. 이 때, 상기 기 설정된 온도 범위는 본 발명이 적용되는 실시예에 따라 변동 가능하므로, 한정하지 않는다.
- [0070] 입자 냉각부(240)에 의해 상기 표면에 고분자 박막이 증착된 입자가 기 설정된 온도 범위에 도달한 경우에, 본 발명의 실시예에 따른 입자 표면 코팅을 위한 개시제를 이용한 화학 기상 증착 시스템(200)은 냉각된 상기 표면에 고분자 박막이 증착된 입자를 입자 주입부(210)를 통해 다시 챔버(201)의 내부로 주입시킬 수 있다. 이 때, 입자 주입부(210)는 입자 냉각부(240)에 의해 냉각된 상기 표면에 고분자 박막이 증착된 입자를 챔버 상부에 형성된 통로를 통해 챔버(201)의 내부로 캐리어 가스(carrier gas)와 함께 주입한 후, 챔버 상부의 통로를 차단할 수 있다.
- [0071] 즉, 본 발명의 실시예에 따른 입자 표면 코팅을 위한 개시제를 이용한 화학 기상 증착 시스템(200)은 챔버(201) 내부에서 진행되는 입자의 표면 증착 과정과 챔버 외부에서 진행되는 입자의 냉각 과정을 반복적으로 수행함으로써, 표면 증착을 반복하여 입자(10)의 고분자 두께를 결정할 수 있다.
- [0072] 입자(10)의 고분자 두께는 본 발명의 실시예에 따른 입자 표면 코팅을 위한 개시제를 이용한 화학 기상 증착 시스템(200)이 반복 수행하는 사이클(cycle) 수 또는 챔버(201)의 높이에 따라 결정될 수 있다.
- [0073] 일 예로, 챔버(201)의 높이가 높을수록 입자 주입부(210)를 통해 주입되는 입자(10)가 하락하는 동안의 체공시

간이 길어지며, 챔버 내부에서 주입되는 단량체 및 개시제에 의한 증착 과정의 시간이 길어지게 된다. 이로 인하여, 챔버(201)의 높이가 높은 경우가 챔버(201)의 높이가 낮은 경우에 비해 입자(10) 표면에 두꺼운 고분자 증착이 가능할 수 있다.

[0074] 다른 예로, 챔버(201)의 내부로 입자(10)를 주입하고, 표면에 고분자 박막이 증착된 입자를 회수하여 냉각한 후, 재 주입하는 사이클(cycle)을 복수 번 반복한 경우가 사이클(cycle)을 한 번 반복한 경우에 비해 입자(10) 표면에 두꺼운 고분자 증착이 가능할 수 있다.

[0076] 도 3은 본 발명의 실시예에 따른 입자 표면 코팅을 위한 iCVD 방법의 흐름도를 도시한 것이다.

[0077] 도 3의 방법은 도 2에 도시된 본 발명의 실시예에 따른 입자 표면 코팅을 위한 iCVD 시스템에 의해 수행된다.

[0078] 도 3을 참조하면, 단계 310에서, 챔버 상부에 위치하며, 챔버의 내부로 입자(particle)를 주입한다.

[0079] 상기 챔버 상부는 입자의 흡착 방지를 위해 열처리된 열 벽면(hot wall)으로 형성되어 있으며, 일측면에는 입자의 주입 또는 차단을 위한 통로가 형성된 형태일 수 있다. 예를 들면, 챔버의 천장 및 천장과 연결된 타측면 중 적어도 어느 하나 이상이 열 벽면으로 형성된 것일 수 있다.

[0080] 단계 310은 챔버 상부에 형성된 통로를 통해 챔버의 내부로 캐리어 가스(carrier gas)와 함께 입자를 주입할 수 있다. 이 때, 단계 310은 복수의 입자를 손상없이 유동적으로 챔버의 내부로 주입하기 위해 캐리어 가스를 함께 사용할 수 있으며, 상기 캐리어 가스의 종류는 한정하지 않는다.

[0081] 입자는 피코팅 입자 즉, 표면에 코팅이 이루어질 수 있는 입자일 수 있다. 입자의 종류는 특정되지 않으며 예를 들어, 카본, 백금(Pt), 금(Au), 니켈(Ni), 실리카 젤 등의 입자일 수 있다. 입자의 크기는 나노급 내지 마이크로급 크기일 수 있다.

[0082] 도 2에 도시된 바와 같이, 입자는 챔버 상부로 주입되어 챔버 내에서 중력에 의해 하락하며, 하락하는 동시에 챔버 중앙에서 주입되는 전구체들과의 반응을 통해 표면에 코팅막이 형성될 수 있다.

[0083] 단계 320에서, 챔버 중앙에 위치하며, 챔버의 내부로 단량체(Monomer) 및 개시제(initiator)를 주입한다.

[0084] 단계 320은 챔버 중앙으로 단량체 및 개시제의 전구체를 주입하며, 챔버 내부로의 전구체 주입 이후에, 입자가 주입되는 챔버 상부와 입자가 회수되는 챔버 하부의 통로를 차단할 수 있다.

[0085] 단계 320은 단계 310을 통한 챔버 내부로의 전구체 주입 이후에, 챔버 상부 및 챔버 하부의 통로를 차단함으로써, 일정한 양으로 챔버 내부에 주입된 입자 및 전구체를 밀폐시킬 수 있다.

[0086] 단계 320은 챔버 내에 단량체(monomer)를 주입한다. 단량체란, 기판 상에 박막 형성을 위하여 사용될 수 있는 단위체를 의미한다. 단량체는 개시제가 열분해되어 형성된 자유 라디칼과 반응하여 폴리머 즉, 박막을 형성한다. 단량체의 예로서, PMA(propargyl methacrylate), GMA(glycidyl methacrylate), PFM(pentafluorophenylmethacrylate), FMA(furfuryl methacrylate), HEMA(hydroxyethyl methacrylate), VP(vinyl pyrrolidone), DMAMS(dimethylaminomethyl styrene), CHMA(cyclohexyl methacrylate), PFA(perfluorodecyl acrylate), V3D3(trivinyltrimethyl cyclotrisiloxane), AS(4-aminostyrene), NIPAAm(N-isopropylacrylamide), MA-alt-St(maleic anhydride-alt-styrene), MAA-co-EA(methacrylic acid-co-ethyl acrylate), EGDMA(ethyleneglycoldimethacrylate), DVB(divinylbenzene), DEGDVE(di(ethyleneglycol)di(vinyl ether)) 등이 있으나, 이에 제한되지 않는다.

[0087] 단계 320은 챔버 내에 개시제(initiator)를 주입한다. 개시제란, 본 발명의 공정에서 단량체들이 고분자를 형성할 수 있도록 첫 반응의 활성화를 유도하는 물질이다. 개시제는 단량체가 열분해되는 온도보다 낮은 온도에서 열분해되어 자유 라디칼을 형성할 수 있는 물질일 수 있다. 개시제는 챔버 내에 주입되고, 가열부에 의해 열분해되어 자유 라디칼을 형성한다. 개시제의 예로서, 개시제는 과산화물일 수 있으며, 터트-부틸 폐록사이드(tert-butylperoxide; TBPO) 또는 벤조페논(Benzophenone) 등일 수 있으나, 상기 예에 의해 본 발명의 방법에서 사용될 수 있는 개시제의 종류가 제한되는 것은 아니다.

[0088] 이 때, 단계 320은 반응기 내 단량체(Monomer)와 개시제(initiator)를 순차적으로 도포할 수 있고, 동시에 도포 할 수도 있다.

[0089] 여기서, 터트-부틸 폐록사이드는 약 110°C의 끓는점을 갖는 휘발성 물질로서 150°C 전후에서 열분해를 하는 물

질이다. 한편 개시제의 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.

[0090] 단계 330에서, 챔버 하부에 위치하며, 단계 310에 의해 주입되어 중력에 의해 하락하면서 표면에 고분자 박막이 증착된 입자를 회수한다.

[0091] 보다 상세하게, 단계 310을 통해 챔버의 내부로 주입된 입자는 중력에 의해 하락하며, 챔버 상부에서 하락하는 입자는 챔버 중앙에서 주입되는 단량체(Monomer) 및 개시제(initiator)에 의해 표면 상에 고분자 증착될 수 있다. 상기 표면에 고분자 박막이 증착된 입자는 중력에 의해 챔버 하부로 하락하게 되며, 단계 330은 챔버 내부에서 중력에 의해 하락하는 상기 표면에 고분자 박막이 증착된 입자를 회수한다.

[0092] 상기 챔버 하부의 일측면에는 상기 표면에 고분자 박막이 증착된 입자를 회수하고, 챔버 내부에 위치하는 단량체 및 개시제의 배출을 차단하기 위한 통로가 형성된 형태일 수 있다. 단계 330은 챔버 하부에 형성된 통로를 오픈하여 상기 표면에 고분자 박막이 증착된 입자를 회수한 후, 상기 챔버 하부에 형성된 통로를 차단하여 챔버 내부에 위치하는 단량체 및 개시제의 배출을 차단할 수 있다.

[0093] 단계 340에서, 단계 330를 통해 챔버의 외부로 회수된 상기 표면에 고분자 박막이 증착된 입자를 냉각시킨다.

[0094] 단계 340은 단계 330에 의해 챔버의 외부로 회수된 상기 표면에 고분자 박막이 증착된 입자를 기 설정된 온도 범위에 도달되도록 냉각시킬 수 있다. 단계 340은 챔버의 외부 또는 일부 영역에 배치되어 상기 표면에 고분자 박막이 증착된 입자의 온도를 낮출 수 있다. 전술한 바와 같은 냉각 과정으로 인하여, 입자 즉, 표면에 고분자 박막이 증착된 입자는 일정한 온도를 유지할 수 있게 된다. 이 때, 상기 기 설정된 온도 범위는 본 발명이 적용되는 실시예에 따라 변동 가능하므로, 한정하지 않는다.

[0095] 단계 340에 의해 냉각된 상기 표면에 고분자 박막이 증착된 입자의 두께가 기 설정된 범위에 도달하지 못하는 경우, 단계 350에서, 냉각된 상기 표면에 고분자 박막이 증착된 입자를 단계 310을 통해 다시 챔버의 내부로 주입시켜, 입자의 표면 증착을 반복할 수 있다. 이 때, 단계 310은 단계 340에 의해 냉각된 상기 표면에 고분자 박막이 증착된 입자를 챔버 상부에 형성된 통로를 통해 챔버의 내부로 캐리어 가스(carrier gas)와 함께 주입한 후, 챔버 상부의 통로를 차단할 수 있다.

[0096] 즉, 본 발명의 실시예에 따른 입자 표면 코팅을 위한 개시제를 이용한 화학 기상 증착 방법은 챔버 내부에서 진행되는 입자의 표면 증착 과정과 챔버 외부에서 진행되는 입자의 냉각 과정을 반복적으로 수행함으로써, 표면 증착을 반복하여 입자의 고분자 두께를 결정할 수 있다.

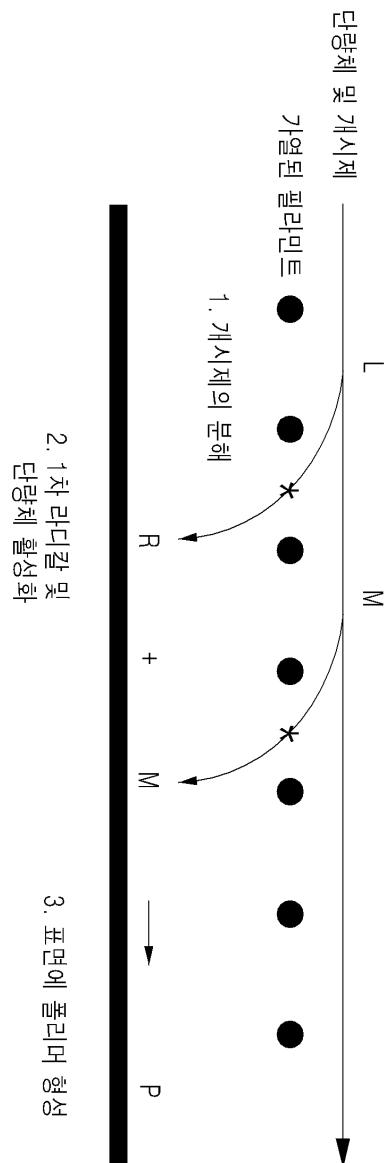
[0097] 입자의 고분자 두께는 단계 350이 반복 수행하는 사이클(cycle) 수 또는 챔버의 높이에 따라 결정될 수 있다.

[0099] 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.

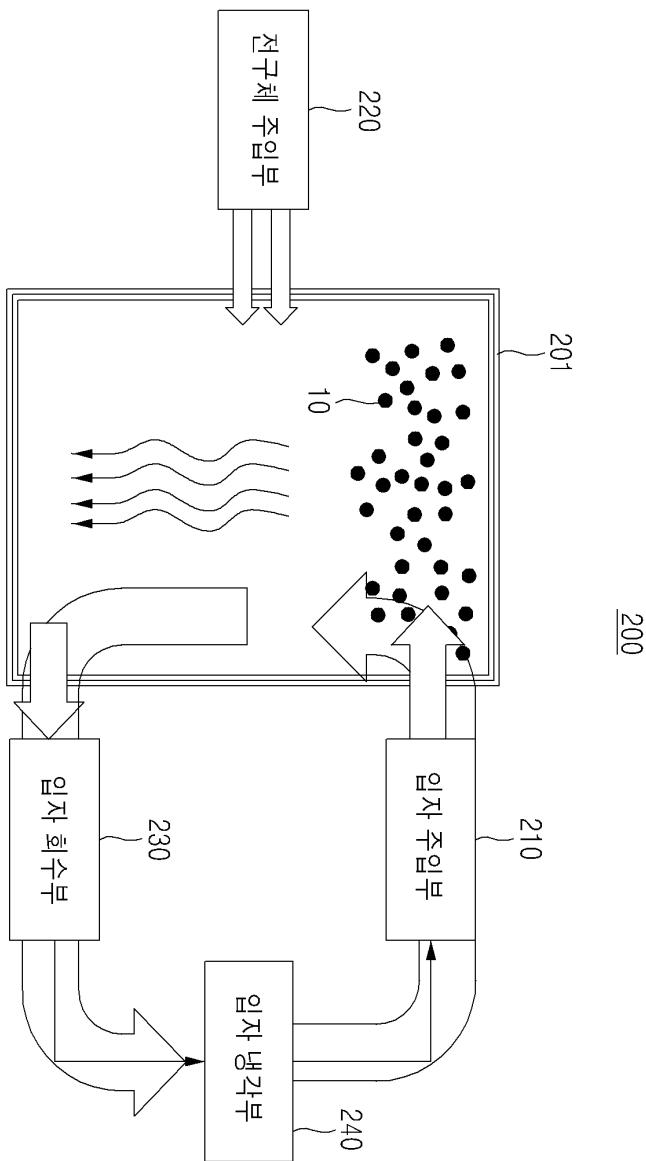
[0101] 그러므로, 다른 구현들, 다른 실시예들 및 특허청구범위와 균등한 것들도 후술하는 특허청구범위의 범위에 속한다.

도면

도면1



도면2



도면3

