



공개특허 10-2021-0032035

(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)(11) 공개번호 10-2021-0032035
(43) 공개일자 2021년03월24일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C23C 16/452 (2006.01) *C08F 2/34* (2006.01)
C08F 220/06 (2006.01) *C08F 220/32* (2006.01)
- (52) CPC특허분류
C23C 16/452 (2013.01)
C08F 2/34 (2013.01)
- (21) 출원번호 10-2019-0113232
- (22) 출원일자 2019년09월16일
- 심사청구일자 2019년09월16일
- (71) 출원인
한국과학기술원
대전광역시 유성구 대학로 291(구성동)
- (72) 발명자
임성갑
대전광역시 유성구 대학로 291 (구성동, 한국과학기술원)
곽무진
대전광역시 유성구 대학로 291 (구성동, 한국과학기술원)
(뒷면에 계속)
- (74) 대리인
양성보

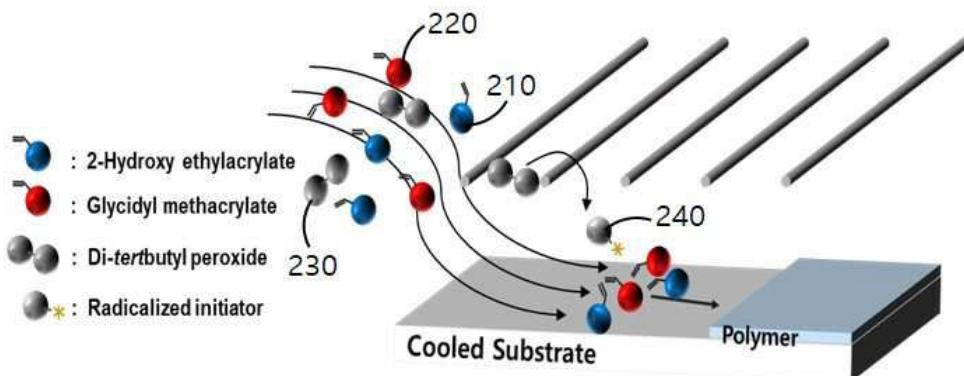
전체 청구항 수 : 총 7 항

(54) 발명의 명칭 개시제를 사용하는 화학 기상 증착 방법을 이용하여 조성에 따라 물성 조절이 가능한 자가 치유 고분자 형성 방법

(57) 요 약

본 발명은 공중합체 조성에 따른 물성을 조절하여 자가 치유 고분자를 형성하는 자가 치유 고분자 형성 방법에 관한 것으로, 개시제를 사용하는 화학 기상 증착 방법(initiated chemical vapor deposition; iCVD)을 기반으로 하여, 글리시딜 메타크릴레이트(glycidyl methacrylate, GMA) 및 2-하이드록시에틸 아크릴산(2-hydroxyethyl acrylate, HEA)의 단량체와 터트-부틸 페록사이드(tert-butyl peroxide, TBPO)의 상기 개시제를 이용한 공중합체 조성에 따른 물성을 조절하여 자가 치유 고분자를 형성하는 단계를 포함한다.

대 표 도 - 도2



(52) CPC특허분류

C08F 220/06 (2013.01)*C08F 220/32* (2013.01)

(72) 발명자

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

이) 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 NRF-2017M3A6A5052509

부처명 미래창조과학부

과제관리(전문)기관명 한국연구재단 ((재)나노기반소프트일렉트로닉스 연구단)

연구사업명 원천기술개발사업-나노기반 소프트 일렉트로닉스 연구

연구과제명 기상증착 고분자 기반 고성능 절연소재 개발

기여율 1/2

과제수행기관명 한국과학기술원

연구기간 2017.05.01 ~ 2020.08.31

이) 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 2019002367

부처명 과학기술정보통신부

과제관리(전문)기관명 한국연구재단

연구사업명 이공분야기초연구사업

연구과제명 (EZBARO)웨어러블 플랫폼소재 기술센터(2019)

기여율 1/2

과제수행기관명 한국과학기술원

연구기간 2019.01.01 ~ 2019.12.31

명세서

청구범위

청구항 1

개시제를 사용하는 화학 기상 증착 방법(initiated chemical vapor deposition; iCVD)을 기반으로 하여, 글리시딜 메타크릴레이트(glycidyl methacrylate, GMA) 및 2-하이드록시에틸 아클릴산(2-hydroxyethyl acrylate, HEA)의 단량체와 터트-부틸 폐록사이드(tert-butyl peroxide, TBPO)의 상기 개시제를 이용한 공중합체 조성에 따른 물성을 조절하여 자가 치유 고분자를 형성하는 단계

를 포함하는, 물성 조절이 가능한 자가 치유 고분자 형성 방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 자가 치유 고분자를 형성하는 단계는

상기 단량체인 상기 글리시딜 메타크릴레이트(GMA) 및 상기 2-하이드록시에틸 아클릴산(HEA) 각각의 유량(flow rate)을 조절하여 공중합체의 조성을 조절하는 것을 특징으로 하는, 물성 조절이 가능한 자가 치유 고분자 형성 방법.

청구항 3

제2항에 있어서,

상기 2-하이드록시에틸 아클릴산(HEA)의 분율이 높은 조성의 공중합체가 상기 글리시딜 메타크릴레이트(GMA)의 분율이 높은 조성의 공중합체에 비해 비교적 빠른 자가 치유 시간을 나타내는, 물성 조절이 가능한 자가 치유 고분자 형성 방법.

청구항 4

제3항에 있어서,

상기 글리시딜 메타크릴레이트(GMA)의 분율이 낮은 조성의 공중합체는

30%의 변형 전후로 기계적 물성의 변화가 거의 없고, 150%의 큰 변형에서는 약 20분 만에 물성을 회복하는 것을 특징으로 하는, 물성 조절이 가능한 자가 치유 고분자 형성 방법.

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 자가 치유 고분자를 형성하는 단계는

상기 자가 치유 고분자 상에 금 전극(gold electrode)를 증착하여 전자기기에 적용시키는 단계를 포함하는, 물성 조절이 가능한 자가 치유 고분자 형성 방법.

청구항 6

제1항에 있어서,

상기 자가 치유 고분자는

공중합체 조성에 무관하게 플랫(flat)하고, 투명한 특성을 나타내는 것을 특징으로 하는, 물성 조절이 가능한 자가 치유 고분자 형성 방법.

청구항 7

개시제를 사용하는 화학 기상 증착 방법(initiated chemical vapor deposition; iCVD)을 기반으로 하여, 글리

시딜 메타크릴레이트(glycidyl methacrylate, GMA) 및 2-하이드록시에틸 아클릴산(2-hydroxyethyl acrylate, HEA)의 단량체와 터트-부틸 폐록사이드(tert-butyl peroxide, TBPO)의 상기 개시제를 이용한 공중합체 조성에 따른 물성 조절로 형성되는 자가 치유 고분자.

발명의 설명

기술 분야

- [0001] 본 발명은 개시제를 사용하는 화학 기상 증착 방법을 이용하여 조성에 따라 물성 조절이 가능한 자가 치유 고분자 형성 방법에 관한 것으로, 보다 상세하게는 공중합체 조성에 따른 물성을 조절하여 자가 치유 고분자를 형성하는 방법에 관한 것이다.

배경 기술

- [0002] 기존에 웨어러블, 스트레처블 또는 플렉서블 기기를 사용하다 보면 구부러지거나 당겨지고 쓸리거나 스크래치가 생기는 등 여러가지 외력에 노출되기 쉬우며 이는 불가피하였다. 그렇기 때문에 외력이 가해진 후에 원래 기기의 상태로 돌아와야 기기의 장기 사용이 가능하나 기존의 재료들로 형성된 기기에서는 손상 후 기기가 원래 상태로 돌아오지 않아 사용이 불가능하였다.
- [0003] 이로 인해 자가 치유 성능이 있는 재료를 웨어러블, 스트레처블 또는 플렉서블 기기에 적용하기 위한 연구가 진행되었으며, 전술한 문제점을 해결하기 위해 노력하고 있다.
- [0004] 다만, 기존의 자가 치유 고분자는 전부 액상에서 중합되며 중합에 여러 과정을 거치면서 촉매와 여러가지 용매를 사용하게 된다. 또한, 기존의 자가 치유 고분자는 액상에서 중합되어 점도가 높기 때문에 얇게 펴내는 데에 한계가 존재하며, 박막(thin film) 형태로 적용되기 힘들다는 한계가 존재하였다.

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0005] 본 발명의 목적은 개시제를 사용하는 화학 기상 증착 방법(iCVD)을 이용하여 단량체를 기상에서 균일하게 혼합된 상태로 중합하여 공중합체의 조성을 조절함으로써, 매우 플랫(flat)하면서 투명하고, 빠른 자가 치유 시간을 나타내는 자가 치유 고분자를 형성하고자 한다.

과제의 해결 수단

- [0006] 본 발명의 실시예에 따른 물성 조절이 가능한 자가 치유 고분자 형성 방법은 개시제를 사용하는 화학 기상 증착 방법(initiated chemical vapor deposition; iCVD)을 기반으로 하여, 글리시딜 메타크릴레이트(glycidyl methacrylate, GMA) 및 2-하이드록시에틸 아클릴산(2-hydroxyethyl acrylate, HEA)의 단량체와 터트-부틸 폐록사이드(tert-butyl peroxide, TBPO)의 상기 개시제를 이용한 공중합체 조성에 따른 물성을 조절하여 자가 치유 고분자를 형성하는 단계를 포함한다.
- [0007] 상기 자가 치유 고분자를 형성하는 단계는 상기 단량체인 상기 글리시딜 메타크릴레이트(GMA) 및 상기 2-하이드록시에틸 아클릴산(HEA) 각각의 유량(flow rate)을 조절하여 공중합체의 조성을 조절할 수 있다.
- [0008] 상기 2-하이드록시에틸 아클릴산(HEA)의 분율이 높은 조성의 공중합체가 상기 글리시딜 메타크릴레이트(GMA)의 분율이 높은 조성의 공중합체에 비해 비교적 빠른 자가 치유 시간을 나타낼 수 있다.
- [0009] 상기 글리시딜 메타크릴레이트(GMA)의 분율이 낮은 조성의 공중합체는 30%의 변형 전후로 기계적 물성의 변화가 거의 없고, 150%의 큰 변형에서는 약 20분 만에 물성을 회복할 수 있다.
- [0010] 상기 자가 치유 고분자를 형성하는 단계는 상기 자가 치유 고분자 상에 금 전극(gold electrode)를 증착하여 전자기기에 적용시키는 단계를 포함할 수 있다.
- [0011] 상기 자가 치유 고분자는 공중합체 조성에 무관하게 플랫(flat)하고, 투명한 특성을 나타낼 수 있다.
- [0012] 본 발명의 실시예에 따른 자가 치유 고분자는 개시제를 사용하는 화학 기상 증착 방법(initiated chemical vapor deposition; iCVD)을 기반으로 하여, 글리시딜 메타크릴레이트(glycidyl methacrylate, GMA) 및 2-하이드록시에틸 아클릴산(2-hydroxyethyl acrylate, HEA)의 단량체와 터트-부틸 폐록사이드(tert-butyl peroxide,

TBPO)의 상기 개시제를 이용한 공중합체 조성에 따른 물성 조절로 형성된다.

발명의 효과

[0013] 본 발명의 실시예에 따르면, 개시제를 사용하는 화학 기상 증착 방법(iCVD)을 이용하여 단량체를 기상에서 균일하게 혼합된 상태로 중합하여 공중합체의 조성을 조절함으로써, 매우 플랫(flat)하면서 투명하고, 빠른 자가 치유 시간을 나타내는 자가 치유 고분자를 형성할 수 있다.

[0014] 또한, 본 발명의 실시예에 따르면, 글리시딜 메타크릴레이트(glycidyl methacrylate, GMA) 및 2-하이드록시에틸 아클릴산(2-hydroxyethyl acrylate, HEA)의 단량체와 터트-부틸 폐록사이드(tert-butyl peroxide, TBPO)의 개시제를 사용함으로써, 각 단량체의 유량(flow rate) 조절을 통해 공중합체의 조성을 조절할 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0015] 도 1은 개시제를 사용한 화학 기상 증착(initiated Chemical Vapor Deposition; iCVD)을 설명하기 위한 도면이다.

도 2는 본 발명의 실시예에 따른 물성 조절이 가능한 자가 치유 고분자를 형성하는 공정을 설명하기 위한 예시도를 도시한 것이다.

도 3a 및 도 3b는 본 발명의 실시예에 따른 공중합체 조성에 대한 실험 결과를 도시한 것이다.

도 4는 본 발명의 실시예에 따른 공중합체 조성에 따른 유리전이 온도, 저장 탄성률, 투과도 및 표면 분석 결과를 도시한 것이다.

도 5는 본 발명의 실시예에 따른 만능 시험기를 이용하여 측정한 로딩-언로딩 실험 결과를 도시한 것이다.

도 6은 본 발명의 실시예에 따른 스크래치된 자가 치유 고분자의 이미지 및 회복되는 자가 치유 시간을 측정하기 위한 실험 결과를 도시한 것이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0016] 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.

[0017] 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.

[0019] 도 1은 개시제를 사용한 화학 기상 증착(initiated Chemical Vapor Deposition; iCVD)을 설명하기 위한 도면이다.

[0020] 도 1을 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.

[0021] 개시제의 열분해에 의해 자유 라디칼(free radical)이 형성되면 자유 라디칼이 표면에 흡착된 단량체(monomer)를 활성화시켜 주변 단량체들의 중합을 유도하게 되고, 이 반응이 계속되어 고분자 박막(polymer)를 형성하게 된다.

[0022] 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 고 진공 조건이 필요하지 않으므로, 고 진공 펌프가 아닌 단수 로터리 펌프만으로도 공정을 수행할 수 있다.

[0023] 공정을 통해 획득되는 자가 치유 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(flow rate), 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.

[0024] 일 예로, 본 발명의 반응기 내 고온 필라멘트를 120°C 내지 200°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.

[0026] 도 2는 본 발명의 실시예에 따른 물성 조절이 가능한 자가 치유 고분자를 형성하는 공정을 설명하기 위한 예시도를 도시한 것이다.

[0027] 본 발명의 실시예에 따른 물성 조절이 가능한 자가 치유 고분자 형성 방법은 개시제를 사용하는 화학 기상 증착 방법(initiated chemical vapor deposition; iCVD)을 기반으로 하여, 글리시딜 메타크릴레이트(glycidyl methacrylate, GMA) 및 2-하이드록시에틸 아클릴산(2-hydroxyethyl acrylate, HEA)의 단량체와 터트-부틸 폐록사이드(tert-butyl peroxide, TBPO)의 개시제를 이용한 공중합체 조성에 따른 물성을 조절하여 자가 치유 고분자(polymer)를 형성한다.

[0028] 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 개시제(Radicalized initiator)는 TBPO(tert-butyl peroxide, 터트-부틸 폐록사이드, 230, 240)일 수 있다. TBPO(230)는 약 110°C의 끓는점을 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.

[0029] 본 발명의 ‘단량체’는 화학 기상 증착법에서 휘발성을 가지며, 개시제에 의해 활성화될 수 있는 물질이다. 감압 및 승온 상태에서 기화될 수 있으며, 예를 들어 글리시딜 메타크릴레이트(glycidyl methacrylate, GMA, 220) 및 2-하이드록시에틸 아클릴산(2-hydroxyethyl acrylate, HEA, 210)일 수 있다.

[0030] 본 발명의 실시예에 따른 물성 조절이 가능한 자가 치유 고분자 형성 방법은 기상에서 고분자를 중합하는 iCVD 방법을 사용하기 때문에, 단량체가 기상에서 매우 균일하게 혼합된 상태로 중합되며, 각 단량체의 유량 조절을 통해 공중합체 조성에 따른 물성 조절로 인해 자가 치유 고분자를 형성한다.

[0031] 보다 구체적으로, 본 발명의 실시예에 따른 물성 조절이 가능한 자가 치유 고분자 형성 방법은 단량체인 글리시딜 메타크릴레이트(GMA, 220) 및 2-하이드록시에틸 아클릴산(HEA, 210) 각각의 유량(flow rate)을 조절하여 공중합체의 조성을 조절할 수 있다. 이에, 2-하이드록시에틸 아클릴산(HEA, 210)의 분율이 높은 조성의 공중합체가 글리시딜 메타크릴레이트(GMA, 220)의 분율이 높은 조성의 공중합체에 비해 비교적 빠른 자가 치유 시간을 나타낼 수 있다.

[0032] 예를 들면, 2-하이드록시에틸 아클릴산(HEA, 210)의 분율이 높은 조성의 공중합체는 30%의 변형 전 후로 기계적 물성의 변화가 거의 없고, 150%의 큰 변형에서는 약 20분 만에 대부분의 물성을 회복하나, 2-하이드록시에틸 아클릴산(HEA, 210)의 분율이 적은 조성 즉, 글리시딜 메타크릴레이트(GMA, 220)의 분율이 높은 조성의 공중합체에서는 60%의 변형에서도 물성 회복에 약 한 시간이 소요될 수 있다.

[0033] 본 발명의 실시예에 따른 물성 조절이 가능한 자가 치유 고분자 형성 방법은 형성된 자가 치유 고분자 상에 금 전극(gold electrode)을 증착하여 전자기기에 적용시킬 수 있다. 예를 들면, 자가 치유 고분자 상에 금 전극을 올려 LED와 전지가 이어진 회로를 형성하고, 인위적으로 스크래치(scratch)를 내었을 때, LED 불 빛이 꺼지고 20초만에 고분자의 자가 치유로 벌어졌던 틈이 좁아지며 전극의 컨택(contact)이 회복되어 불이 다시 켜지는 것을 실험을 통해 확인할 수 있다. 이에 따라서, 본 발명에 의해 형성된 자가 치유 고분자가 전자기기 사용에 적합함을 알 수 있다.

[0034] 이로 인해, 본 발명의 실시예에 따른 물성 조절이 가능한 자가 치유 고분자 형성 방법은 공중합체 조성에 상관없이 플랫(flat)하고, 투명한 특성을 나타내는 자가 치유 고분자를 형성할 수 있으며, 2-하이드록시에틸 아클릴산(HEA, 210)의 조성이 많은 공중합체 종합에서는 면도날을 이용한 스크래치 테스트(scratch test)에서 약 9분의 매우 빠른 자가 치유 시간을 나타내는 것을 실험을 통해 확인할 수 있다.

[0036] 도 3a 및 도 3b는 본 발명의 실시예에 따른 공중합체 조성에 대한 실험 결과를 도시한 것이다.

- [0037] 보다 상세하게는, 도 3a는 개시제를 사용하는 화학 기상 증착 방법(initiated chemical vapor deposition; iCVD)을 통해 글리시딜 메타크릴레이트(glycidyl methacrylate, GMA) 및 2-하이드록시에틸 아클릴산(2-hydroxyethyl acrylate, HEA) 단량체의 유량(flow rate) 조절을 통해 합성한 세가지 조성의 공중합체에 대한 물 접촉각 데이터(water contact angle data)를 도시한 것이고, 도 3b는 개시제를 사용하는 화학 기상 증착 방법(initiated chemical vapor deposition; iCVD)을 통해 글리시딜 메타크릴레이트(glycidyl methacrylate, GMA) 및 2-하이드록시에틸 아클릴산(2-hydroxyethyl acrylate, HEA) 단량체의 유량(flow rate) 조절을 통해 합성한 공중합체에 대한 FT-IR 데이터(data)를 도시한 것이다.
- [0038] 도 3a를 참조하면, 기상 증착공정을 이용하여 공중합체를 합성 시 조절한 유량에 따라 각각의 공중합체의 조성이 조절되었으며 GMA 함량이 증가할수록 물접촉각이 증가하는 것을 확인할 수 있다.
- [0039] 도 3b를 참조하면, 글리시딜 메타크릴레이트(glycidyl methacrylate, GMA) 및 2-하이드록시에틸 아클릴산(2-hydroxyethyl acrylate, HEA)의 유량 조절에 따라 합성된 공중합체에 대한 조성 확인을 FT-IR을 통해 확인한 실험 결과이며 유량 조절에 따라 합성된 공중합체 조성이 유량에 의해 조절된 것을 알 수 있다.
- [0040] 이를 통해 글리시딜 메타크릴레이트(glycidyl methacrylate, GMA) 및 2-하이드록시에틸 아클릴산(2-hydroxyethyl acrylate, HEA) 단량체의 유량 조절에 따라 공중합체의 조성 조절이 되었음을 확인할 수 있다.
- [0042] 도 4는 본 발명의 실시예에 따른 공중합체 조성에 따른 유리전이 온도, 저장 탄성률, 투과도 및 표면 분석 결과를 도시한 것이다.
- [0043] 보다 상세하게는, 도 4는 조성 조성을 통해 중합된 pGH 공중합체들의 조성에 따른 DSC(Differential Scanning Calorimetry; 시차주사열량분석법)를 이용한 열분석, 레오미터(Rheometer)를 이용한 유변물성 분석, UV-Vis(UV-Visible Spectrophotometer; 자외선 및 가시선 분광분석법)을 이용한 가시광선 영역에서의 투과도 측정 및 AFM(Atomic Force Microscope; 원자 현미경)을 이용한 표면 분석을 진행한 실험 결과를 도시한 것이다.
- [0044] 도 4를 참조하면, 2-하이드록시에틸 아클릴산(2-hydroxyethyl acrylate, HEA) 분율이 높아질수록 유리전이온도(glass transition temperature)가 낮아지고, 저장 탄성률(storage modulus)이 감소하는 경향을 나타내며, 세 가지 모든 조성(pGH1, pGH2, pGH3)의 공중합체를 5 μm로 증착했음에도 불구하고 가시광에서 투명한 것을 확인할 수 있다. 더욱이, 도 4를 참조하면 같은 두께의 공중합체 층(copolymer layer)들이 매우 평坦하게 증착된 것을 알 수 있다.
- [0046] 도 5는 본 발명의 실시예에 따른 만능 시험기를 이용하여 측정한 로딩-언로딩 실험 결과를 도시한 것이다.
- [0047] 보다 상세하게는, 도 5는 만능 시험기(universal testing machine, UTM)을 이용하여 측정한 로딩-언로딩 테스트 데이터/loading-unloading test data)를 도시한 것이다.
- [0048] 도 5를 참조하면, pGH1, pGH2 및 pGH3 각 조성의 공중합체에 변형(strain)을 가하고, 일정 시간 이후에 다시 변형을 가해 물성이 회복되는 것을 확인하였다. 이를 통해 각 공중합체는 작은 변형에서는 매우 빠른 물성 회복을 보였으며, 100% 이상의 큰 변형에서는 약 20분에서 약 한시간 정도의 시간이 필요한 것을 확인할 수 있다.
- [0049] 이때, pGH1은 2-하이드록시에틸 아클릴산(HEA)의 분율이 높은 조성이며, pGH2는 pGH1에 비해 2-하이드록시에틸 아클릴산(HEA)의 분율이 적은 것이고, pGH3은 pGH3에 비해 2-하이드록시에틸 아클릴산(HEA)의 분율이 더 적은 것일 수 있다.
- [0051] 도 6은 본 발명의 실시예에 따른 스크래치된 자가 치유 고분자의 이미지 및 회복되는 자가 치유 시간을 측정하기 위한 실험 결과를 도시한 것이다.
- [0052] 보다 상세하게는, 도 6은 슬라이드 글라스(slide glass) 상에 5 μm씩 증착된 각 조성(pGH1, pGH2, pGH3)의 자가 치유 고분자에 면도날로 스크래치(scratch)를 내었을 때의 이미지(첫번째 행 이미지들), 자가 치유가 끝난 후의 이미지(두번째 행 이미지들), 그리고 그에 따라 걸린 자가 치유 시간(첫번째 행에서 두번째 행으로 이어지는 화살표에 표시된 시간)에 대한 실험 결과를 도시한 것이다.
- [0053] 도 6을 참조하면, 2-하이드록시에틸 아클릴산(HEA) 분율이 가장 큰 pGH1에서 가장 빠른 자가 치유를 보였으며,

이는 기준에 보고된 다른 자가 치유 고분자에 비해서도 매우 빠른 속도인 것을 알 수 있다.

[0054] 더욱이, 세번째 행에 도시된 이미지를처럼 pGH1에서 5 μm로 증착된 자가 치유 고분자 상에 금 전극(gold electrode)을 50nm로 증착하여 LED와 전지가 연결된 회로에 연결시킨 후 금 전극에 면도칼로 손상(scratched)을 주었을 때(세번째 행에 첫번째 열에 도시된 이미지), 세번째 행에 두번째 열에 도시된 이미지처럼 바로 LED가 오프(off)되었으나, 일정 시간이 지난 이후에 세번째 열에 도시된 이미지와 같이 자가 치유 고분자가 자가 치유(healed)되어 전극의 접촉이 다시 이루어져 약 20초만에 LED의 불이 다시 켜지는 것을 확인할 수 있다.

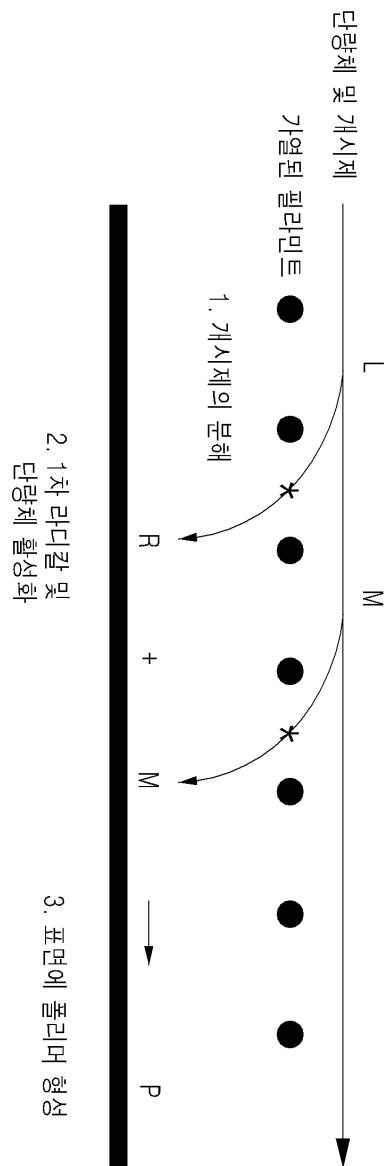
[0055] 즉, 가장 2-하이드록시에틸 아클릴산(HEA)의 조성이 많았던 공중합체 조합에서 매우 빠른 자가 치유 시간을 나타내는 것을 알 수 있다.

[0057] 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.

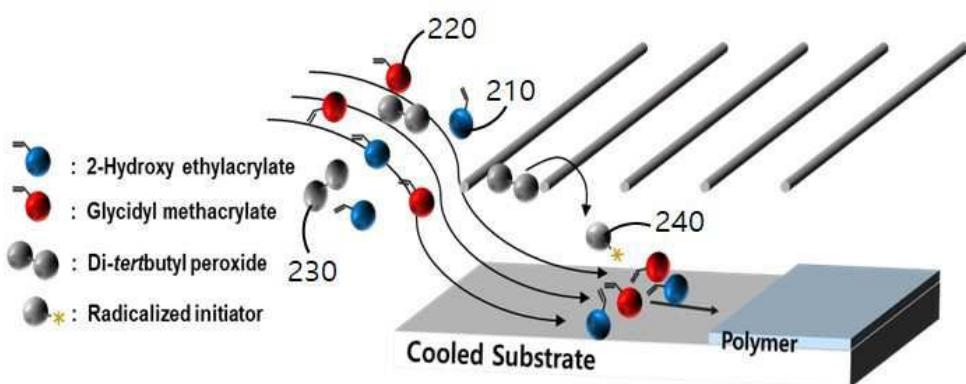
[0059] 그러므로, 다른 구현들, 다른 실시예들 및 특허청구범위와 균등한 것들도 후술하는 특허청구범위의 범위에 속한다.

도면

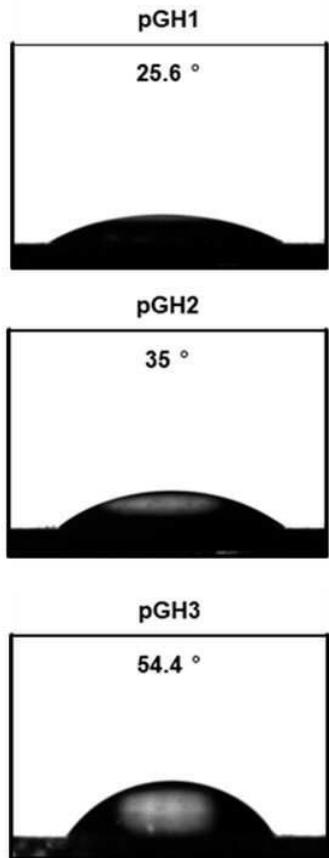
도면1



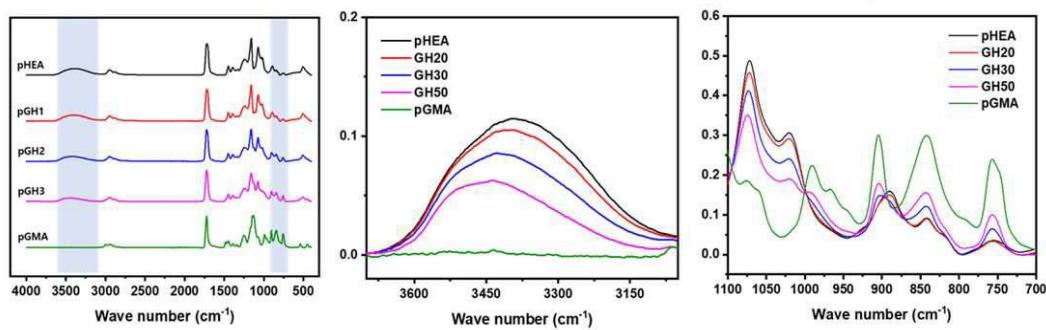
도면2



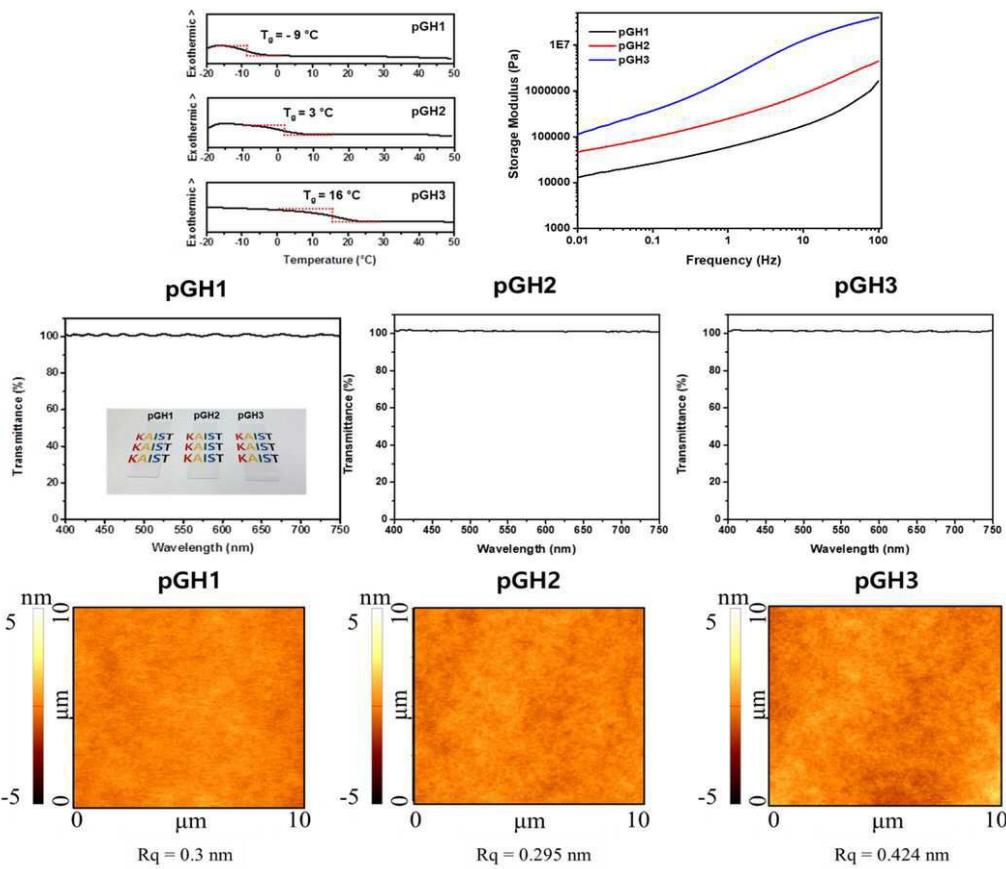
도면3a



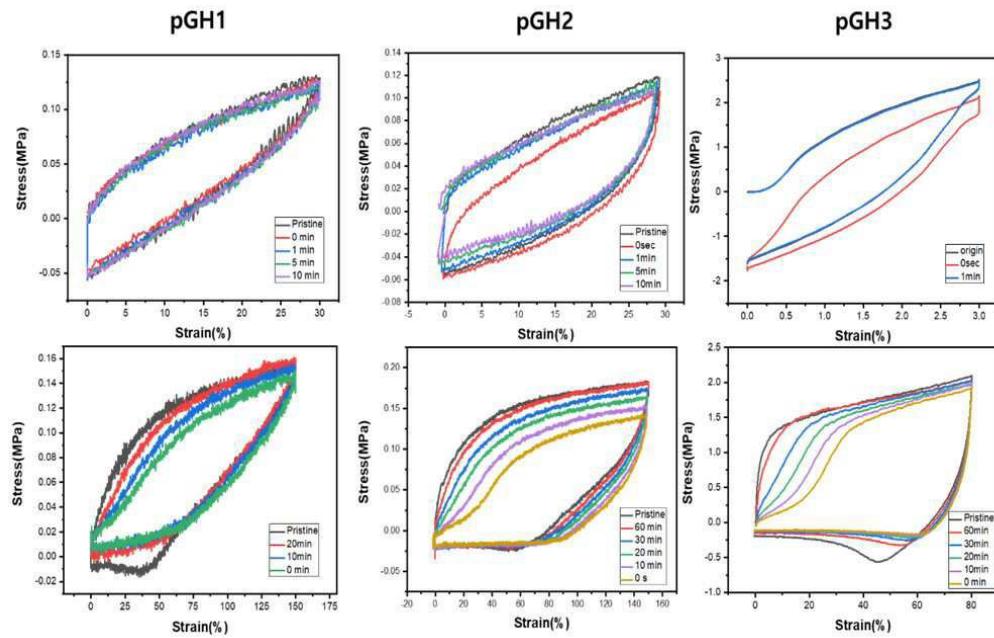
도면3b



도면4



도면5



도면6

