



**(19) 대한민국특허청(KR)**  
**(12) 등록특허공보(B1)**

(45) 공고일자 2015년05월13일  
 (11) 등록번호 10-1519833  
 (24) 등록일자 2015년05월07일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
 C09D 11/00 (2014.01) C08J 5/18 (2006.01)  
 H01B 1/22 (2006.01)  
 (21) 출원번호 10-2013-0039983  
 (22) 출원일자 2013년04월11일  
 심사청구일자 2013년04월11일  
 (65) 공개번호 10-2014-0123186  
 (43) 공개일자 2014년10월22일  
 (56) 선행기술조사문헌  
 KR1020070065379 A\*  
 KR1020080032455 A\*  
 KR1020110017713 A\*  
 US20100269634 A1  
 \*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자  
 한국교통대학교산학협력단  
 충청북도 충주시 대소원면 대학로 50  
 (72) 발명자  
 이지훈  
 충북 충주시 연수동산로 26, 101동 1104호 (연수동, 연수힐스테이트)  
 인인식  
 충북 충주시 가금면 청금로 433-3,  
 (뒷면에 계속)  
 (74) 대리인  
 특허법인 대아

전체 청구항 수 : 총 11 항

심사관 : 박진

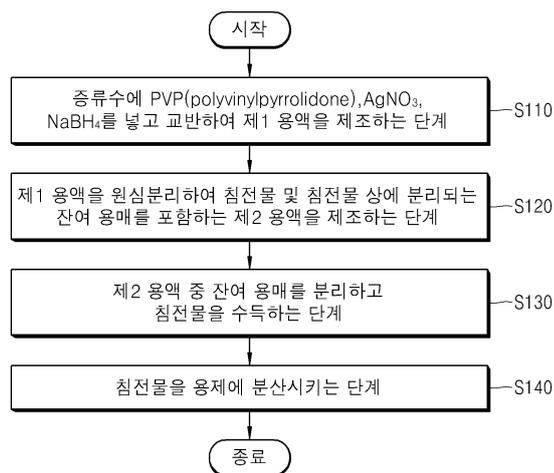
(54) 발명의 명칭 **전기 전도성이 우수한 은나노 필름의 제조방법**

(57) 요약

본 발명은 저분자량의 PVP(polyvinylpyrrolidone)을 이용하여 은나노 잉크를 제조하는 방법 및 제조된 은나노 잉크에 TiO<sub>2</sub>를 첨가함으로써 필름의 전기 전도성을 향상시킬 수 있는 은나노 필름을 제조하는 방법에 관한 것이다.

본 발명에 따르면, 증류수에 수평균 분자량은 50,000 이하인 PVP(polyvinylpyrrolidone), 은 전구체, 환원제를 넣고 교반하여 제1 용액을 제조하는 단계; 원심분리기로 상기 제1 용액을 원심분리하여 침전물 및 상기 침전물 상에 분리되는 잔여 용매를 포함하는 제2 용액을 제조하는 단계; 상기 제2 용액 중 상기 잔여 용매를 분리하고 상기 침전물을 수득하는 단계; 및 상기 침전물을 용제에 분산시키는 단계를 포함하는 전기 전도성이 우수한 은나노 잉크의 제조방법 및 상기 은나노 잉크에 TiO<sub>2</sub>를 첨가하여 제조한 은나노 필름을 제공할 수 있다.

대표도 - 도1



(72) 발명자

**김성룡**

경기 성남시 분당구 이매로 16, 703동 402호 (이매동, 아름마을효성아파트)

**이미연**

강원 원주시 남원로469번길 82, 901동 905호 (명륜동, 구곡동보렉스9차아파트)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 2010-13-대-04-052

부처명 교육과학기술부

연구관리전문기관 한국연구재단

연구사업명 지역혁신인력양성사업

연구과제명 용해형 그래핀 나노소재를 이용한 플렉시블 투명전극개발

기 여 율 1/1

주관기관 한국교통대학교

연구기간 2010.07.01 ~ 2013.04.30

---

## 명세서

### 청구범위

#### 청구항 1

증류수에 수평균 분자량이 50,000 이하인 PVP(polyvinylpyrrolidone), 은 전구체, 환원제를 넣고 교반하여 제1 용액을 제조하는 단계;

원심분리기로 상기 제1 용액을 원심분리하여 침전물 및 상기 침전물 상에 분리되는 잔여 용매를 포함하는 제2 용액을 제조하는 단계;

상기 제2 용액 중 상기 잔여 용매를 분리하고 상기 침전물을 수득하는 단계;

상기 침전물을 용제에 분산시켜 은나노 잉크를 제조하는 단계;

상기 은나노 잉크와  $TiO_2$ 를 혼합하여 잉크 혼합용액을 제조하는 단계;

상기 잉크 혼합용액을 기판에 코팅하여 은나노 필름을 형성하는 단계; 및

상기 기판에 UV를 조사하여, 상기  $TiO_2$ 가 광촉매로 작용하여 상기 은나노 필름에 잔류하는 PVP를 광분해하는 단계;를 포함하는 전기 전도성이 우수한 은나노 필름의 제조방법.

#### 청구항 2

제1항에 있어서,

상기 PVP의 수평균 분자량은 500 이상 40,000 미만인 것을 특징으로 하는 전기 전도성이 우수한 은나노 필름의 제조방법.

#### 청구항 3

제1항에 있어서,

상기 PVP의 수평균 분자량은 2,000 이상 10,000 미만인 것을 특징으로 하는 전기 전도성이 우수한 은나노 필름의 제조방법.

#### 청구항 4

제1항에 있어서,

상기 은 전구체는  $AgNO_3$ ,  $AgBF_4$ ,  $AgCF_3SO_3$ ,  $AgClO_4$ , 실버 아세테이트( $AgOAc$ ) 및  $AgPF_6$  중에서 선택되는 적어도 어느 하나인 것을 특징으로 하는 전기 전도성이 우수한 은나노 필름의 제조방법.

#### 청구항 5

제1항에 있어서,

상기 환원제는  $NaBH_4$ , Hydrazine, Vitamin C 중에서 선택되는 적어도 어느 하나인 것을 특징으로 하는 전기 전도성이 우수한 은나노 필름의 제조방법.

**청구항 6**

제1항에 있어서,

상기 제2 용액을 제조하는 단계에서,

상기 제1 용액은 5,000rpm 내지 10,000rpm에서 30분 내지 1시간 동안 원심분리되는 것을 특징으로 하는 전기 전도성이 우수한 은나노 필름의 제조방법.

**청구항 7**

제1항에 있어서,

상기 용제는 알코올인 것을 특징으로 하는 전기 전도성이 우수한 은나노 필름의 제조방법.

**청구항 8**

삭제

**청구항 9**

제1항에 있어서,

상기 잉크 혼합용액을 제조하는 단계에서,

상기 잉크 혼합용액을 100중량%라고 할 때, 상기  $TiO_2$ 는 1 중량% 내지 5 중량%가 혼합되는 것을 특징으로 하는 전기 전도성이 우수한 은나노 필름의 제조방법.

**청구항 10**

제1항에 있어서,

상기 기판은 PET, 유리, Poly imide, PCB, PAN, PES, Metal foil 중에서 선택되는 적어도 어느 하나인 것을 특징으로 하는 전기 전도성이 우수한 은나노 필름의 제조방법.

**청구항 11**

제1항에 있어서,

상기 잉크 혼합용액을 기판에 코팅하는 단계 이후 및 상기 기판에 UV를 조사하는 단계 이전에,

상기 기판을 실온에서 건조하는 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 전기 전도성이 우수한 은나노 필름의 제조방법.

**청구항 12**

삭제

**청구항 13**

제1항에 있어서,

상기 잉크 혼합용액을 기판에 코팅하는 단계에서,

상기 잉크 혼합용액은 바 코팅, 스핀 코팅, 스프레이 코팅, 블레이드 코팅 롤투롤 코팅 중에서 선택되는 적어도

어느 하나의 코팅방법에 의해 상기 기판에 코팅되는 것을 특징으로 하는 전기 전도성이 우수한 은나노 필름의 제조방법.

**발명의 설명**

**기술 분야**

[0001] 본 발명은 전기 전도성을 향상시킬 수 있는 은나노 잉크 및 은나노 필름의 제조방법에 관한 것으로, 더욱 상세하게는 저분자량의 PVP(polyvinylpyrrolidone)을 이용하여 은나노 잉크를 제조하는 방법 및 제조된 은나노 잉크에 TiO<sub>2</sub>를 첨가함으로써 필름의 전기 전도성을 향상시킬 수 있는 은나노 필름을 제조하는 방법에 관한 것이다.

**배경 기술**

[0002] 은의 원자번호는 47이고, 원자질량은 107.868u이다. 녹는점은 961℃이고, 끓는점은 2193도이며, 밀도는 20도에서 약 10.49g/cm<sup>3</sup>이다. 은은 표면에 들어오는 빛의 95%를 반사해 금속 중에서 광택이 가장 강하다. 또한, 열전도성과 전기 전도성이 가장 큰 금속이며, 연성과 전성은 금 다음으로 크다. 열·전기의 전도성은 금속 중 최이다. 은의 열전도율은 1.006 cal/cm·sec·deg(18℃)이고, 비저항 1.62X10<sup>-6</sup>Ω·cm (18℃)이다.

[0003] 은나노 잉크는 전도성 필름과 종이 같은 유연한 기판 위에 많이 사용되고 있는데, 특히 최근에는 높은 전도성과 열적 안정성 때문에 유연성 있는 전자 장비를 위한 인쇄 기술분야용으로 개발되고 있다. 따라서, 은의 다양한 응용을 위하여 용액 상에서 은이 안정하게 분산된 은나노 잉크 용액을 제조할 필요가 있다. 보통 은나노 잉크는 전기 전도성을 향상시키기 위해 150~250℃에서 1~2시간 신터링(소결) 과정을 필요로 한다. 하지만, 높은 온도로 신터링을 할 경우에는 사용할 수 있는 기판의 제한이 있다. 따라서, 기계적인 변형을 피하기 위해서 100℃ 미만의 온도에서 신터링을 해야할 필요가 있다. 근래에 새로운 신터링 과정이 많이 연구가 되어왔다. 예를 들면, 전자레인지, 레이저 방사, 전기적 화학적 신터링, 플라즈마 같은 많은 신터링 방법들이 있다. 하지만, 이런 과정들은 높은 가격의 장비들과 높은 에너지와 복잡한 전처리, 후처리 과정이 필요하다. 이에 비하여 은나노 잉크의 상온 신터링은 코팅 후에 어떤 후처리도 요구하지 않아도 된다는 장점이 있다.

[0004] 한편, 1972년, 연구자 후지시마와 혼다가 TiO<sub>2</sub> 및 백금에 의해 물의 광분해가 진행된다는 것을 발견한 이후, 그 광분해 특성을 응용하려는 연구가 진행되어 왔다. 광촉매로서 주로 반도체가 많이 이용되고 있으나 그 중에서 TiO<sub>2</sub>는 화학적 안정성, 저렴한 제조공정, 무독성 등의 특징을 가지고 있기 때문에 많은 연구자들에 의해 폭넓게 연구가 이루어져 왔다. 이 광촉매의 광분해 특성을 이용하면 유해한 유기물질의 분해, 살균, 소독, 물분해로 인한 수소생성 등 여러가지 분야에 적용할 수 있다. 광촉매로서 사용되는 반도체는 가전자대(Valance band), 전도대(Conduction band)가 있고 그 에너지 준위의 차이를 밴드갭 에너지(Bandgap energy)라고 한다. 각 반도체는 고유한 수치의 밴드갭 에너지를 가지고 있는데 예를 들어 TiO<sub>2</sub>의 경우 밴드갭 에너지는 3.2 eV이다. TiO<sub>2</sub>에 밴드갭 에너지에 해당하는 빛을 쬐면, 가전자대에 있던 전자가 전도대로 여기한다. 그리고, 가전자대에는 전자가 빠짐으로 인해 정공이 생성된다. 전도대의 전자에 의해 물 속의 수산화이온(OH<sup>-</sup>)이 OH라디칼(OH·)로 산화, 가전자대의 정공에 의해 산소분자가 슈퍼옥사이드음이온(O<sub>2</sub><sup>-</sup>)으로 환원반응이 일어난다. 이러한 OH 라디칼 및 슈퍼 옥사이드 음이온을 활성산소(ROS; Reactive Oxygen Species)라고 하는데 아주 강한 산화력을 가지고 있어서, 이 산화력을 이용하여 유기물의 분해, 살균, 소독 등이 가능하다. 그 중에서 정공(h<sup>+</sup>)는 특히 강력한 산화작용을 하는 수산화물을 형성하여 살균용 염소나 차아염소산 오존보다도 강력한 산화력을 갖게 된다. 또한, 전자는 광촉매에 흡착되어 있는 산소를 산소이온으로 생성시키는데 이 산소이온은 산화반응의 중간체와 과산화물을 생성하든가 과산화 수소를 통하여 물의 반응 등을 생성한다. 상기 반응에 따라 광촉매는 오염방지, 공기정화, 수질정화, 살균, 냄새 제거 등에 탁월한 효과가 있다. 광촉매는 인체에 전혀 무해하므로 그릇, 도자기 등 식생활과 관련된 응용은 물론 수용성이므로 적용 범위가 광범위하게 응용될 수 있으며, 한번 도포하면 반영구적으로 사용이 가능하며 그 효과도 지속된다.

[0005] 본 발명에 관련된 배경기술로는 대한민국 특허공개공보 제10-2008-0035315호(2008.04.23. 공개)에 게시된 은나노입자의 제조방법 및 이에 의하여 제조되는 은나노입자가 있다.

**발명의 내용**

**해결하려는 과제**

- [0006] 본 발명의 목적은 분자량이 낮은 PVP를 적용하여 전기 전도성을 향상시킬 수 있는 은나노 잉크의 제조방법을 제공하는 것이다.
- [0007] 본 발명의 또다른 목적은 상기와 같이 제조된 은나노 잉크에 TiO<sub>2</sub>를 첨가함으로써 잔류하는 유기물을 제거하여 전기 전도성을 향상시킴으로써 다양한 응용 가능성이 있는 은나노 필름의 제조방법을 제공하는 것이다.

**과제의 해결 수단**

- [0008] 상기한 목적을 달성하기 위하여, 본 발명의 일 실시예는 증류수에 수평균 분자량이 50,000 이하인 PVP(polyvinylpyrrolidone), 은 전구체, 환원제를 넣고 교반하여 제1 용액을 제조하는 단계; 원심분리기로 상기 제1 용액을 원심분리하여 침전물 및 상기 침전물 상에 분리되는 잔여 용매를 포함하는 제2 용액을 제조하는 단계; 상기 제2 용액 중 상기 잔여 용매를 분리하고 상기 침전물을 수득하는 단계; 및 상기 침전물을 용제에 분산시키는 단계를 포함하는 전기 전도성이 우수한 은나노 잉크의 제조방법을 제공한다.
- [0009] 여기서, 상기 PVP의 수평균 분자량은 500 이상 40,000 이하인 것이 바람직하며, 2,000 이상 10,000 미만인 것이 더욱 바람직하다.
- [0010] 한편, 상기 은 전구체는 AgNO<sub>3</sub>, AgBF<sub>4</sub>, AgCF<sub>3</sub>SO<sub>3</sub>, AgClO<sub>4</sub>, 실버 아세테이트(AgOAc) 및 AgPF<sub>6</sub> 중에서 선택되는 적어도 어느 하나일 수 있다.
- [0011] 또한, 상기 환원제는 NaBH<sub>4</sub>, Hydrazine, Vitamin C 중에서 선택되는 적어도 어느 하나일 수 있다.
- [0012] 상기 제2 용액을 제조하는 단계에서, 상기 제1 용액은 5,000rpm 내지 10,000rpm에서 30분 내지 1시간동안 원심 분리될 수 있다.
- [0013] 한편, 상기 용제는 알코올일 수 있다.
- [0014] 또한, 상기한 목적을 달성하기 위하여, 본 발명의 다른 실시예는 본 발명의 일 실시예에 따라 제조된 상기 은나노 잉크와 TiO<sub>2</sub>를 혼합하여 잉크 혼합용액을 제조하는 단계; 및 상기 잉크 혼합용액을 기판에 코팅하는 단계를 포함하는 전기 전도성이 우수한 은나노 필름의 제조방법을 제공한다.
- [0015] 상기 잉크 혼합용액을 제조하는 단계에서, 상기 잉크 혼합용액을 100중량%라고 할 때, 상기 TiO<sub>2</sub>는 1 중량% 내지 5 중량%가 혼합될 수 있다.
- [0016] 여기서, 상기 기판은 PET, 유리, Polyimide, PCB, PAN, PES, 금속 호일(Metal foil) 중에서 선택되는 적어도 어느 하나일 수 있다.
- [0017] 상기 잉크 혼합용액을 기판에 코팅하는 단계 이후에, 상기 기판을 실온에서 건조하는 단계를 더 포함할 수 있다.
- [0018] 상기 잉크 혼합용액을 기판에 코팅하는 단계 이후에, 상기 기판에 UV를 조사하는 단계를 더 포함할 수 있다.
- [0019] 상기 잉크 혼합용액을 기판에 코팅하는 단계에서, 상기 잉크 혼합용액은 바 코팅, 스핀 코팅, 스프레이 코팅, 블레이드 코팅, 롤투롤 코팅 중에서 선택되는 적어도 어느 하나의 코팅방법에 의해 상기 기판에 코팅될 수 있다.

**발명의 효과**

- [0020] 본 발명에 따르면, 화학적으로 안정하고 보관이 용이하며, 전기 전도성이 우수하여 다양한 분야에서 광범위하게

응용 가능한 은나노 잉크의 제조방법을 제공할 수 있다.

[0021] 또한, 본 발명에 따르면, 기계적 물성 및 전기 전도성과 같은 물성을 크게 향상시킬 수 있으며, 디스플레이를 비롯한 전자기기의 코팅 제품 제조시에 활용 가능성을 증가시킬 수 있는 은나노 필름을 제조할 수 있다.

**도면의 간단한 설명**

[0022] 도 1은 본 발명의 실시예 1에 따른 은나노 잉크의 제조공정을 도시한 흐름도이다.  
 도 2는 본 발명의 실시예 3에 따른 은나노 필름의 제조공정을 도시한 흐름도이다.  
 도 3a 내지 도 3c는 각각 본 발명의 실시예 3-1, 실시예 3-2 및 비교예 1에 따른 은나노 필름의 SEM 사진(scanning electron microscopy)이다.  
 도 4는 본 발명의 실시예 1에 따른 은나노 필름의 UV 조사시간에 따른 표면 저항을 나타낸 그래프이다.  
 도 5a 내지 도 5d는 각각 본 발명의 실시예 2에 따른 은나노 필름의 UV 조사시간에 따른 XPS 비교 그래프이다.  
 도 6a 내지 도 6d는 각각 본 발명의 비교예 2에 따른 은나노 필름에 UV를 조사했을 때의 상부 평면 SEM 사진(a), (a)의 측단면 SEM 사진(b), 실시예 2에 따른 은나노 필름에 UV를 조사했을 때의 상부 평면 SEM 사진(c) 및 (c)의 측단면 SEM 사진(d)이다.  
 도 7a 및 도 7b는 각각 본 발명에 따른 실시예 2에 따라 제조된 은나노 잉크를 PET 기판 위에 미세 패터닝하여 패턴을 형성한 이후의 SEM 사진이다.

**발명을 실시하기 위한 구체적인 내용**

[0023] 본 발명의 이점 및 특징, 그리고 그것들을 달성하는 방법은 첨부되는 도면과 함께 상세하게 후술되어 있는 실시예들을 참조하면 명확해질 것이다. 그러나, 본 발명은 이하에서 개시되는 실시예들에 한정되는 것이 아니라 서로 다른 다양한 형태로 구현될 것이며, 단지 본 실시예들은 본 발명의 개시가 완전하도록 하며, 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 발명의 범주를 완전하게 알려주기 위해 제공되는 것이며, 본 발명은 청구항의 범주에 의해 정의될 뿐이다. 명세서 전체에 걸쳐 동일 참조 부호는 동일 구성요소를 지칭한다.

[0024] 이하, 도 1을 참조하여, 본 발명의 일 실시예에 따른 전기 전도성이 우수한 은나노 잉크의 제조방법에 대하여 설명한다.

[0025] 도 1은 본 발명의 실시예 1 및 실시예 2에 따른 은나노 잉크의 제조공정을 도시한 흐름도이다.

[0026] 먼저, 증류수에 PVP(polyvinylpyrrolidone), 은 전구체, 환원제를 넣고 교반하여 제1 용액을 제조한다(S110).

[0027] 여기서, PVP(polyvinylpyrrolidone)는 수평균 분자량이 50,000 이하인 것이 바람직하며, 더욱 바람직하게는 500 이상 40,000 이하이다. 그리고, 더더욱 바람직하게는 2000 이상 10000 이하이다. PVP는 고분자 분산제로 제조되는 은나노 잉크 입자의 크기 및 균일성을 제어할 수 있게 하고, 용제에서의 응집을 방지하며 분산성을 부여하는 효과를 나타낸다. 그리고, 분자량이 작을수록 열이나 광에 의한 제거가 용이해질 수 있다.

[0028] 한편, 은 전구체는 AgNO<sub>3</sub>, AgBF<sub>4</sub>, AgCF<sub>3</sub>SO<sub>3</sub>, AgClO<sub>4</sub>, 실버 아세테이트(AgOAc) 및 AgPF<sub>6</sub> 중에서 선택되는 적어도 어느 하나일 수 있으며, 환원제는 NaBH<sub>4</sub>, Hydrazine, Vitamin C 중에서 선택되는 적어도 어느 하나일 수 있다.

[0029] 다음, 원심분리기로 제1 용액을 원심분리하여 침전물 및 상기 침전물 상에 분리되는 잔여 용매를 포함하는 제2 용액을 제조한다(S120).

[0030] 제2 용액을 제조하는 단계에서, 제1 용액은 원심분리기를 이용하여 5,000rpm 내지 10,000rpm에서 30분 내지 1시간동안 원심분리될 수 있는데, 상기 원심분리 조건에서 제1 용액은 침전물과 상기 침전물 상에 분리되는 잔여 용매로 분리될 수 있다.

[0031] 다음, 제2 용액 중 가라앉지 않고 침전물 상에 분리된 잔여 용매를 분리하여 따라낸 후 은을 포함하는 침전물을

얻는다(S130).

- [0032] 마지막으로, 은을 포함하는 침전물을 용제에 분산시켜 본 발명의 실시예에 따른 은나노 잉크를 제조한다(S140).
- [0033] 여기서, 용제는 알코올을 포함하는 극성 용제일 수 있다. 바람직하게는 메탄올, 에탄올, 프로판올과 같은 알코올일 수 있으나, 용제는 이에 한정되지 않는다.
- [0034] 이하, 도 2를 참조하여, 본 발명의 다른 실시예에 따른 전기 전도성이 우수한 은나노 필름의 제조방법에 대하여 설명한다.
- [0035] 도 2는 본 발명의 실시예 3에 따른 은나노 필름의 제조공정을 도시한 흐름도이다.
- [0036] 먼저, 이전 실시예에 따라 제조된 은나노 잉크와 TiO<sub>2</sub>를 혼합하여 잉크 혼합용액을 제조한다(S210).
- [0037] 여기서, TiO<sub>2</sub>는 은나노 잉크에 분산되어 존재하는 고분자 분산제 PVP를 광분해하는 촉매 역할을 한다. TiO<sub>2</sub>는 은나노 잉크 내의 고분자 분산제인 PVP를 광분해하는 반응의 광촉매로 작용함으로써, 과도하게 존재할 수 있는 PVP의 상당 부분을 광분해하는 반응에 기여할 수 있다. 이에 따라서, 본 발명의 실시예에 따른 은나노 잉크는 전기 전도성이 향상될 수 있다.
- [0038] 상기 잉크 혼합용액을 제조하는 단계에서, 상기 잉크 혼합용액을 100중량%라고 할 때, TiO<sub>2</sub>는 1 중량% 내지 5 중량%가 혼합되는 것이 바람직하다. 여기서, TiO<sub>2</sub>가 1 중량% 미만으로 혼합되면 광분해 속도가 느려서 바람직하지 않고, 5중량% 초과로 혼합되면 박막 특성이 좋아 지지 않아 바람직하지 않다.
- [0039] 다음, 상기 잉크 혼합용액을 기판에 코팅한다(S220).
- [0040] 여기서, 기판으로는 PET, 유리, Polyimide, PCB, PAN, PES, Metal foil 중에서 선택되는 적어도 어느 하나가 사용될 수 있으나, 기판으로는 사용되는 재질이 이에 한정되는 것은 아니다.
- [0041] 한편, 상기 잉크 혼합용액은 바 코팅, 스핀 코팅, 스프레이 코팅, 블레이드 코팅, 롤투롤 코팅 중에서 선택되는 적어도 어느 하나의 코팅방법에 의해 기판에 코팅될 수 있으나, 코팅방법이 이에 한정되는 것은 아니다.
- [0042] 마지막으로, 상기 기판에 UV를 조사한다(S230).
- [0043] 기판 상에는 상기한 바와 같이 은나노 잉크와 광촉매인 TiO<sub>2</sub>를 혼합하여 제조한 은나노 잉크 혼합용액이 코팅되어 있다. 여기에 UV를 조사하면 TiO<sub>2</sub>는 은나노 잉크 내의 고분자 분산제인 PVP를 광분해하는 반응의 광촉매로 작용함으로써, 과도하게 존재할 수 있는 PVP의 상당 부분을 광분해하는 반응에 기여할 수 있다. 이에 따라서, 본 발명의 실시예에 따른 은나노 잉크는 전기 전도성이 향상될 수 있다.
- [0044] 또한, 본 발명의 실시예에 따른 은나노 필름의 제조공정에서는, 기판에 UV를 조사하는 단계 이전에 기판을 실온에서 건조하는 단계를 더 실시할 수도 있다. 은나노 잉크 혼합용액이 코팅되는 기판의 재질이 유리 또는 금속 호일(Metal foil)인 경우에는 기판의 건조 온도가 높아도 상관 없으나, 기판의 재질이 고분자인 PET, Polyimide, PCB, PAN, PES인 경우에는 기판의 건조 온도가 높으면 기판이 사용자가 원치 않는 방향으로 수축되거나 휘는 등의 변형 가능성이 있다. 기판이 변형될 경우, 기판 상에 형성된 은나노 패턴 역시 변형되는 문제가 발생할 수 있어 바람직하지 않다. 또한, 잉크 혼합용액이 코팅된 기판을 상온에서 건조하면, 건조 후 기판 냉각 공정과 같은 어떤 후처리 공정도 필요하지 않는 장점이 있다.

**실시예 1:**

**수평균 분자량 10,000인 PVP를 분산제로 은나노 잉크를 제조**

수평균 분자량 10,000 인 PVP, AgNO<sub>3</sub>(Silver nitrate), NaBH<sub>4</sub>(sodium borohydride)를 각각 0.43, 0.43, 0.14 중량비로 증류수에 넣고 교반하여 수용액을 제조하였다. 다음, 이 수용액을 8,000rpm에서 30분 동안 원심분리하여 은 함유 침전물과 잔여 용매를 분리하였다. 원심분리 후, 잔여 용매를 분리하여 따라낸 후, 은 함유 침전물을 수득하였다. 마지막으로, 은을 포함하는 침전물을 에탄올에 분산시켜 은나노 잉크를 제조하였다.

- [0048] **실시예 2 :**
- [0049] **수평균 분자량 40,000인 PVP를 분산제로 은나노 잉크를 제조**
- [0050] 실시예 1에서 제조한 방법과 사용한 PVP의 수평균 분자량만 다르게 한 것을 제외하고는 동일하게 은나노 잉크를 제조하였다.
- [0051] **비교예 1:**
- [0052] **수평균 분자량 360,000인 PVP를 분산제로 은나노 잉크를 제조**
- [0053] 실시예 1 및 실시예 2에서 제조한 방법과 사용한 PVP의 수평균 분자량만 다르게 한 것을 제외하고는 동일하게 은나노 잉크를 제조하였다.
- [0054] **실시예 3-1:**
- [0055] **수평균 분자량 10,000인 PVP가 분산제인 은나노 잉크에 TiO<sub>2</sub>를 첨가하고 PET 기판에 코팅한 후 UV 조사**
- [0056] 실시예 2에서 제조된 은나노 잉크에 TiO<sub>2</sub>를 3wt% 첨가시켜서 PET 기판 상에 바 코팅(bar coating)한 후, 시간 별로 UV를 조사하였다.
- [0057] **실시예 3-2:**
- [0058] **수평균 분자량 40,000인 PVP가 분산제인 은나노 잉크에 TiO<sub>2</sub>를 첨가하고 PET 기판에 코팅한 후 UV 조사**
- [0059] 실시예 3-1에서 제조된 은나노 필름과 PVP의 수평균 분자량만 다르게 한 것을 제외하고는 동일하게 은나노 필름을 제조하였다.
- [0060] **비교예 2:**
- [0061] 실시예 3에서 제조한 방법과 TiO<sub>2</sub>를 첨가하지 않은 것을 제외하고는 동일하게 은나노 필름이 코팅된 기판을 제조하였다.
- [0062] 도 3a 내지 도 3c는 각각 본 발명의 실시예 3-1, 실시예 3-2 및 비교예 1에 따른 은나노 필름의 SEM 사진이다.
- [0063] 도 3a 내지 도 3c는 각각 본 발명의 실시예 3-1, 실시예 3-2 및 비교예 1에 따른 은나노 필름을 20,000배로 확대한 관찰한 SEM 사진이다.
- [0064] 왼쪽부터 분자량이 10,000 , 40,000 , 360,000 인 PVP를 사용해서 실험한 SEM이미지이다. PVP의 수평균 분자량이 10,000(도 3a), 40,000(도 3b), 360,000(도 3c) 순으로 증가됨에 따라 코팅된 필름의 은나노 밀도가 줄어들고 보다 많은 공극이 형성됨을 알 수 있었다. 즉, 사용된 PVP의 수평균 분자량이 작을수록 촘촘한 은나노 필름이 형성되어 전도도가 향상되었다.
- [0065] 하기 표 1을 참조하면, 상기 실시예 1에서 제조된 은나노 잉크를 PET기판 위에 바 코팅하여 제조된 은나노 필름을 표면 프로파일러(surface profiler)를 이용하여 두께를 측정한 결과와 4-probe를 이용하여 표면저항을 측정하고 비저항 은 표면저항 X 두께 공식에 따라 계산을 해서 비저항과 전기 전도성을 알 수 있었다. 그 결과, PVP의 수평균 분자량이 작을수록 전기 전도성이 크게 향상된 것을 알 수 있었다.

표 1

	실시예 1	실시예 2	비교예 1
두께( $\mu\text{m}$ )	17.32	2.0935	30.27
표면저항( $\Omega/\text{square}$ , $R_{\text{sheet}}$ )	0.01495 $\Omega$	0.64607 $\Omega$	53M $\Omega$
비저항( $\Omega \cdot \text{m}$ )	2.589X10 <sup>-7</sup>	1.35X10 <sup>-6</sup>	3.825X10 <sup>-5</sup>
전기 전도도( $\text{S} \cdot \text{m}^{-1}$ )	3.86X10 <sup>6</sup>	7.41X10 <sup>5</sup>	2.614X10 <sup>4</sup>

[0066]

도 4는 본 발명의 실시예 1에 따른 은나노 필름의 UV 조사시간에 따른 표면 저항을 나타낸 그래프이다.

[0067]

도 4는 실시예 2에서 제조된 은나노 잉크와 실시예 2에서 제조된 TiO<sub>2</sub>가 첨가된 은나노 잉크를 PET 기판 위에 코팅(실시예 3)한 후, UV를 시간별로 조사하여 표면저항을 측정하는 것이다. TiO<sub>2</sub>를 첨가한 필름이 현저하게 표면저항이 감소한다는 것을 확인할 수 있었다.

[0068]

[0069]

도 5a 내지 도 5d는 각각 본 발명의 실시예 2에 따른 은나노 필름의 UV 조사시간에 따른 XPS 비교 그래프이다.

[0070]

도 5a 내지 도 5d는 실시예 1에서 제조된 은나노 잉크와 실시예 2에서 제조된 TiO<sub>2</sub>가 첨가된 은나노 잉크를 PET 기판 위에 코팅(실시예 3)을 시킨 후 UV를 시간별로 조사하여 XPS(X-ray photoelectron spectroscopy)를 측정하는 것이다. 도 5a는 은나노 잉크를 PET 기판 위에 코팅시킨 것이고, 도 5b는 도 5a의 PET 기판에 UV를 조사한 것이며, 도 5c는 은나노 잉크에 TiO<sub>2</sub>를 넣어서 코팅시킨 것이고, 도 5d는 도 5c를 UV 조사한 것이다. 도 5a와 도 5b는 질소와 탄소함량이 비슷한데 비하여 도 5c와 도 5d는 UV 조사 후 질소함량과 탄소함량이 감소한 것을 알 수 있었다. 즉, 광조사에 의해 잔류 유기물이 효과적으로 제거되고 있음을 알 수 있었다.

[0071]

도 6a 내지 도 6d는 각각 본 발명의 비교예 2에 따른 은나노 필름에 UV를 조사했을 때의 상부 평면 SEM 사진(a), (a)의 측단면 SEM 사진(b), 실시예 2에 따른 은나노 필름에 UV를 조사했을 때의 상부 평면 SEM 사진(c) 및 (c)의 측단면 SEM 사진(d)이다.

[0072]

도 6a는 은나노 잉크를 코팅시킨 PET 기판의 상부 평면 SEM 사진이고, 도 6b는 도 6a의 측단면 SEM 사진이며, 도 6c는 은나노 잉크에 TiO<sub>2</sub>를 넣어서 PET 기판에 코팅시킨 상부 평면 SEM 사진이고, 도 6d는 도 6c의 측단면 SEM 사진이다. 도 6b를 참조하면, 은나노 입자 사이에 빈 공간이 많이 있는 것을 관찰할 수 있다. 이에 비하여, 도 6d는 밀집된 구조로 은나노 입자들이 뽁뽁하게 뭉쳐져 있는 것을 관찰 할 수 있다. 즉, 은나노 잉크에 TiO<sub>2</sub>를 첨가하여 과도하게 존재할 수 있는 PVP를 광분해한 경우, 은나노 입자의 밀도가 증가된 필름이 제조될 수 있음을 알 수 있다.

[0073]

도 7a 및 도 7b는 각각 본 발명에 따른 실시예 2에 따라 제조된 은나노 잉크를 PET 기판 위에 미세 패터닝하여 패턴을 형성한 이후의 SEM 사진이다.

[0074]

도 7은 실시예 1에 따라 제조된 은나노 잉크를 미세 패터닝을 통해서 PET 기판 위에 패턴을 형성한 후에 SEM 사진을 찍은 것이다. 패턴의 두께는 약 0.8 ~ 0.85  $\mu\text{m}$ 인 것을 관찰 할 수 있는데 제조된 은나노 잉크를 이용해 기판 위에 효과적으로 패터닝 필름을 제작할 수 있음을 알 수 있었다.

[0075]

본 발명에 따르면, 화학적으로 안정하고 보관이 용이하며, 전기 전도성이 우수하여 다양한 분야에서 광범위하게 응용 가능한 은나노 잉크의 제조방법을 제공할 수 있다.

[0076]

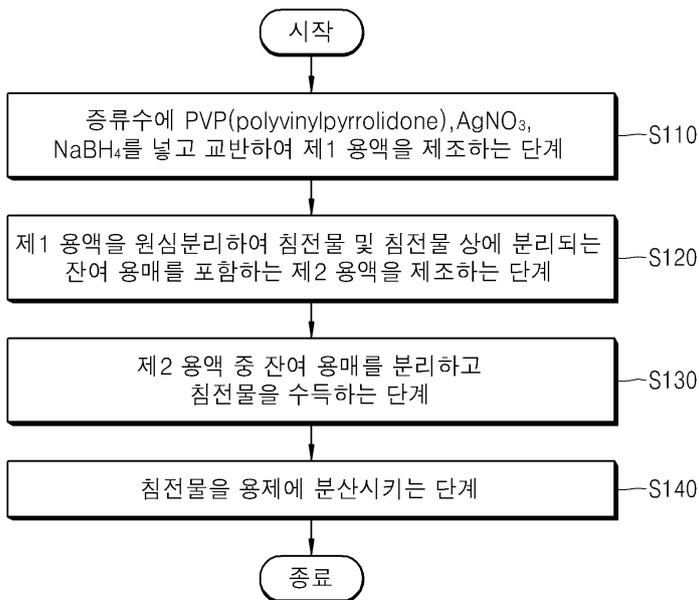
또한, 본 발명에 따르면, 기계적 물성 및 전기 전도성과 같은 물성을 크게 향상시킬 수 있으며, 디스플레이를 비롯한 전자기기의 코팅 제품 제조시에 활용 가능성을 증가시킬 수 있는 은나노 필름을 제조할 수 있다.

[0077]

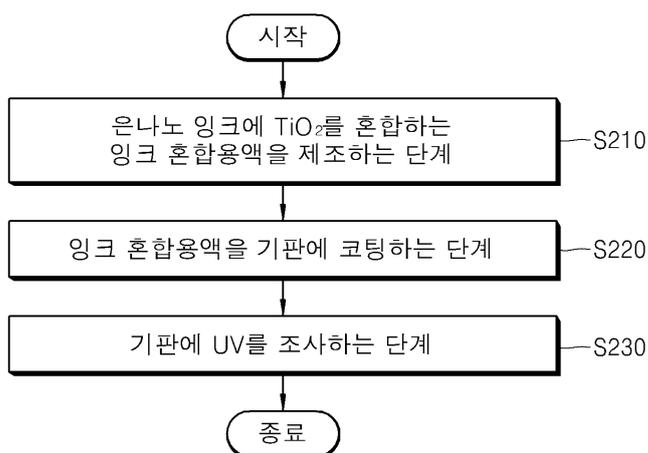
이상에서는 본 발명의 실시예를 중심으로 설명하였지만, 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 기술자의 수준에서 다양한 변경이나 변형을 가할 수 있다. 이러한 변경과 변형은 본 발명이 제공하는 기술 사상의 범위를 벗어나지 않는 한 본 발명에 속한다고 할 수 있다. 따라서, 본 발명의 권리범위는 이하에 기재되는 청구범위에 의해 판단되어야 할 것이다.

도면

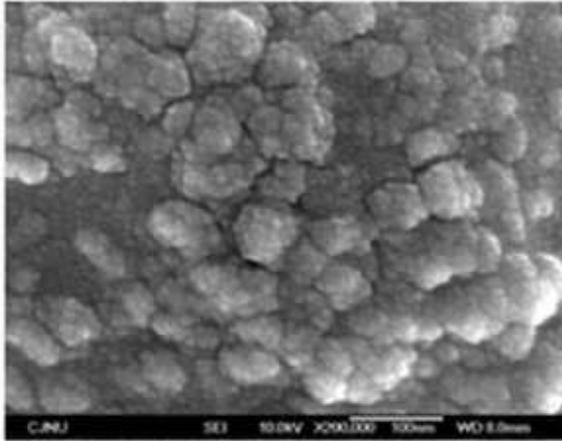
도면1



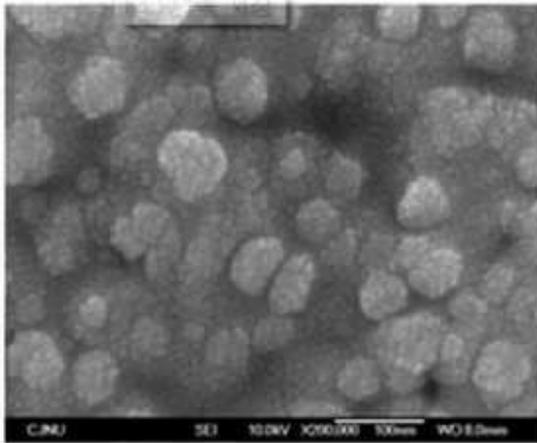
도면2



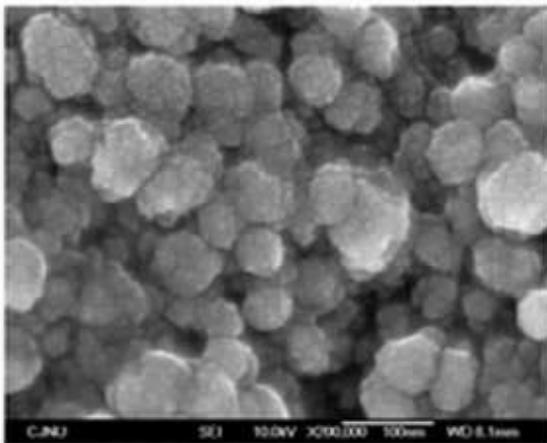
도면3a



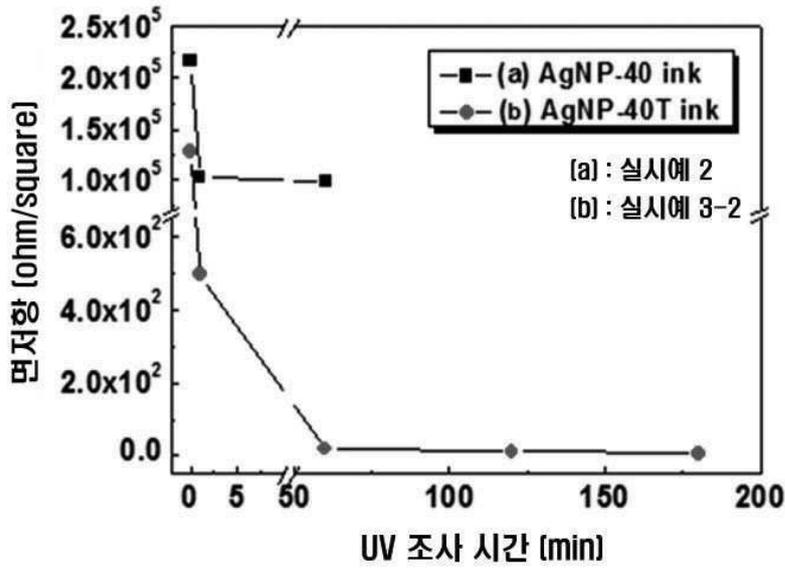
도면3b



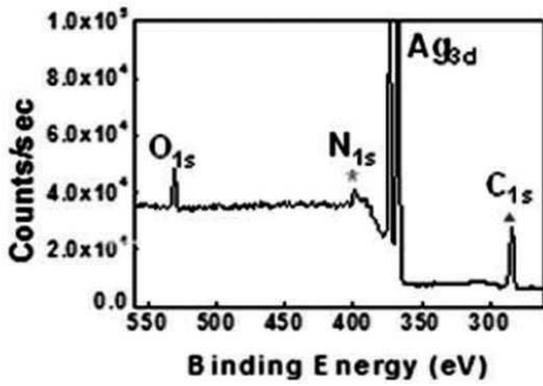
도면3c



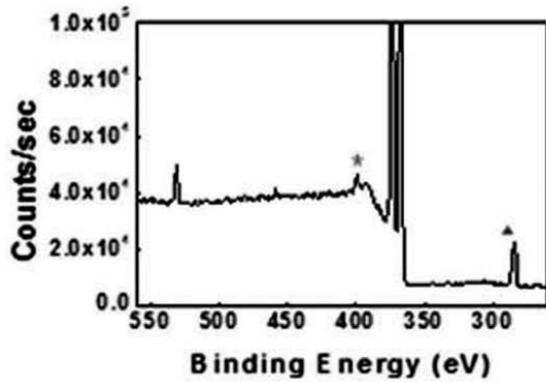
도면4



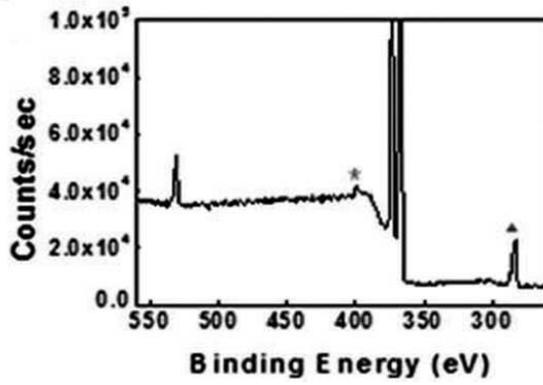
도면5a



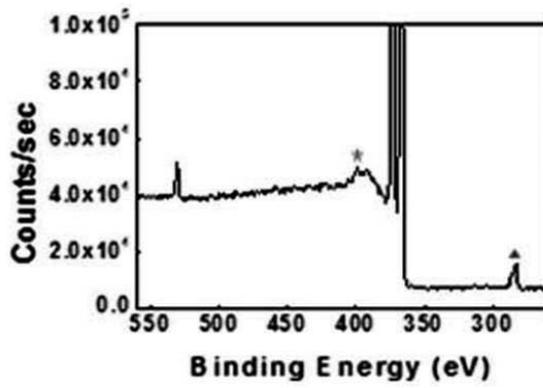
도면5b



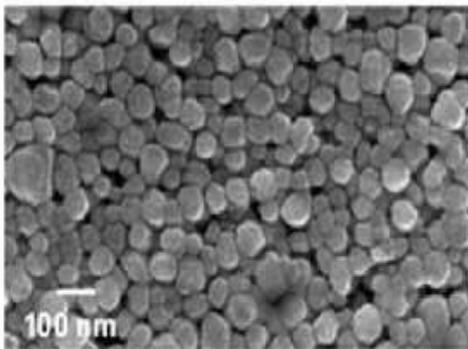
도면5c



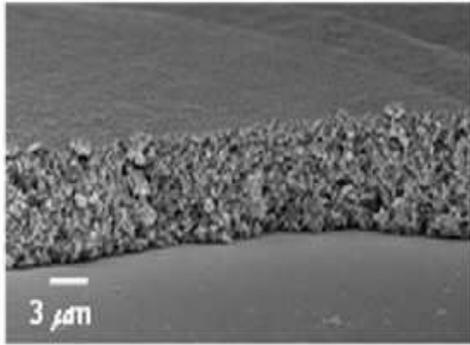
도면5d



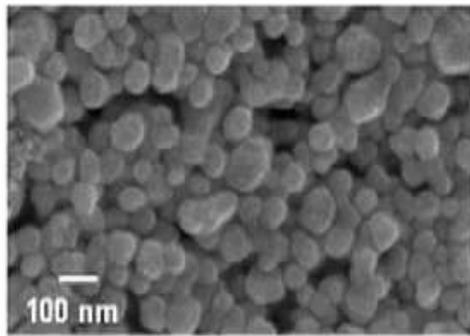
도면6a



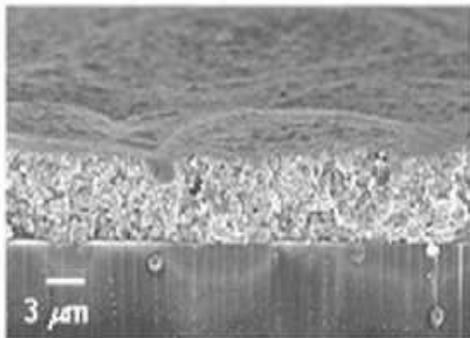
도면6b



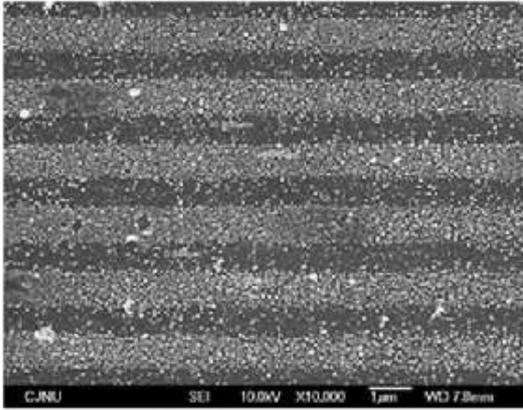
도면6c



도면6d



도면7a



도면7b

