



등록특허 10-2484547



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2023년01월04일
(11) 등록번호 10-2484547
(24) 등록일자 2022년12월30일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C25D 17/10 (2006.01) *A61B 5/00* (2021.01)
A61B 5/24 (2021.01) *C25D 7/00* (2006.01)
B82Y 40/00 (2017.01)
- (52) CPC특허분류
C25D 17/10 (2013.01)
A61B 5/24 (2022.01)
- (21) 출원번호 10-2021-0086966
- (22) 출원일자 2021년07월02일
심사청구일자 2021년07월02일
- (65) 공개번호 10-2022-0047151
- (43) 공개일자 2022년04월15일
- (30) 우선권주장
1020200129905 2020년10월08일 대한민국(KR)

(73) 특허권자
연세대학교 산학협력단
서울특별시 서대문구 연세로 50 (신촌동, 연세대학교)

(72) 발명자
박장웅
서울특별시 양천구 목동서로 155, 108동 701호 (목동, 목동파라곤)

김수민
서울특별시 영등포구 베드나루로19길 8, 소미골드라인3차오피스텔 1004호
(뒷면에 계속)

(74) 대리인
김인철

(56) 선행기술조사문헌

CN108314995 A

(뒷면에 계속)

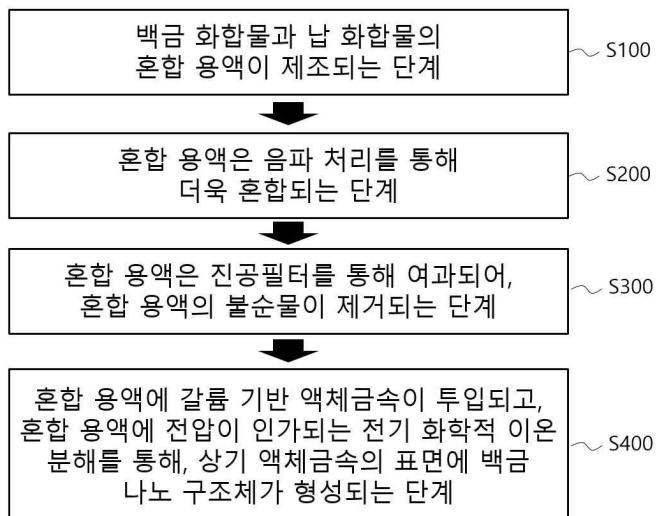
전체 청구항 수 : 총 10 항

심사관 : 정현목

(54) 발명의 명칭 액체금속 표면 상에 백금 나노구조체를 형성시키는 방법 및 그 방법에 의해 제조된 액체금속

(57) 요약

본 발명은 액체금속 표면 상에 백금 나노구조체를 형성시키는 방법으로서, 백금 화합물과 납 화합물의 혼합 용액이 제조되는 S100 단계; 상기 혼합 용액은 음파 처리를 통해 더욱 혼합되는 S200 단계; 및 상기 혼합 용액에 갈륨 기반 액체금속이 투입되고, 혼합 용액에 전압이 인가되는 전기 화학적 이온 분해를 통해, 상기 액체금속의 표면에 백금 나노 구조체가 형성되는 S400 단계를 포함한다.

대 표 도 - 도10

(52) CPC특허분류

A61B 5/6802 (2013.01)*A61B 5/6833* (2013.01)*C25D 7/00* (2020.08)*A61B 2562/125* (2013.01)*B82Y 40/00* (2013.01)

(72) 발명자

조요한서울특별시 성동구 독서당로 62길 43, 응봉대림1차
아파트 2동 902호**박영근**

서울특별시 서대문구 연희로10가길 51, 501호

(56) 선행기술조사문헌

KR100893195 B1

KR1020130109717 A

S. E. Stanca 외. Chemical and Electrochemical
Synthesis of Platinum Black. Scientific
Reports, 7, 1074 (2017.04.21.)Olawale Oloye 외. Galvanic replacement of
liquid metal galinstan with Pt for the
synthesis of electrocatalytically active
nanomaterials. Nanoscale, 2019, 11, 9705-9715
(2019.04.30.)

JP2016186127 A*

*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

이) 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 1711105591

과제번호 2018M3A9F1021649

부처명 과학기술정보통신부

과제관리(전문)기관명 한국연구재단

연구사업명 바이오·의료기술개발(R&D)

연구과제명 질병 진단용 모바일 스마트 콘택트렌즈 기술 개발

기여율 50/100

과제수행기관명 연세대학교

연구기간 2020.01.01 ~ 2020.12.31

이) 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 1711109277

과제번호 2019R1A2B5B03069358

부처명 과학기술정보통신부

과제관리(전문)기관명 한국연구재단

연구사업명 개인기초연구(파기정통부)(R&D)

연구과제명 콘택트렌즈 기반, 신축성 전자망막 개발

기여율 50/100

과제수행기관명 연세대학교

연구기간 2020.03.01 ~ 2021.02.28

명세서

청구범위

청구항 1

백금 화합물과 납 화합물의 혼합 용액이 제조되는 S100 단계;

상기 혼합 용액은 음파 처리를 통해 더욱 혼합되는 S200 단계; 및

상기 혼합 용액에 갈륨 기반 액체금속이 투입되고, 혼합 용액에 전압이 인가되는 전기 화학적 이온 분해를 통해, 상기 액체금속의 표면에 백금 나노 구조체가 형성되는 S400 단계를 포함하며,

S200 단계와 S400 단계의 사이에, 상기 혼합 용액은 진공필터를 통해 여과되어, 혼합 용액의 불순물이 제거되는 S300 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 액체금속 표면 상에 백금 나노구조체를 형성시키는 방법.

청구항 2

삭제

청구항 3

청구항 1에 있어서, S100 단계에서,

상기 혼합 용액의 용매는 표면장력이 20~50 dynes/cm 인 물질이 사용되는 것을 특징으로 하는 액체금속 표면 상에 백금 나노구조체를 형성시키는 방법.

청구항 4

청구항 3에 있어서,

상기 혼합용액의 용매는 이소프로필 알코올(isopropyl alcohol), 에탄올 및 아세톤을 포함하는 것을 특징으로 하는 액체금속 표면 상에 백금 나노구조체를 형성시키는 방법.

청구항 5

청구항 1에 있어서, S100 단계에서,

상기 백금 화합물은 상기 혼합용액의 총 질량의 0.5~1.5 wt%의 범위로 혼합되는 것을 특징으로 하는 액체금속 표면 상에 백금 나노구조체를 형성시키는 방법.

청구항 6

청구항 1에 있어서, S200 단계에서,

상기 음파 처리는 상온에서 30분 이하의 범위에서 수행되는 것을 특징으로 하는 액체금속 표면 상에 백금 나노구조체를 형성시키는 방법.

청구항 7

청구항 1에 있어서, S300 단계에서,

용기와 연통된 돌출연통부가 구비된 중공구조의 용기 상에 여과지를 배치하고,

돌출연통부를 통해 용기를 진공상태를 만들면서,

동시에, 상기 혼합 용액을 여과지에 떨어뜨리면서 여과시키는 것을 특징으로 하는 액체금속 표면 상에 백금 나노구조체를 형성시키는 방법.

청구항 8

청구항 1에 있어서, S400 단계에서,

상기 액체금속 상의 백금 나노구조체가 형성될 부분에 음극이 연결되고,

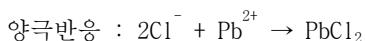
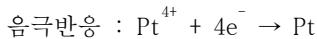
기준 전극으로 사용되는 전도성 물질에 양극이 연결되는 것을 특징으로 하는 액체금속 표면 상에 백금 나노구조체를 형성시키는 방법.

청구항 9

청구항 8에 있어서,

상기 음극 및 상기 양극에는 다음의 화학반응이 진행되는 것을 특징으로 하는 액체금속 표면 상에 백금 나노구조체를 형성시키는 방법.

[화학반응식]



청구항 10

청구항 1에 있어서, S400 단계에서,

전압 인가 시간은 10~60초인 것을 특징으로 하는 액체금속 표면 상에 백금 나노구조체를 형성시키는 방법.

청구항 11

청구항 1에 따른 액체금속 표면 상에 백금 나노구조체를 형성시키는 방법에 의해 제조된 백금 나노구조체가 구비된 액체금속.

발명의 설명

기술 분야

[0001]

본 발명은 생체친화형 백금 나노구조체와 관련하여, 액체금속 표면 상에 백금 나노구조체를 형성시키는 방법 및 그 방법에 의해 제조된 액체금속에 관한 것이다.

배경 기술

[0002]

액체금속은 상온에서 액체 상태로 존재하는 금속이다. 수은과 갈륨, 갈륨 합금이 대표적인 액체금속에 속하며, 우수한 전기적 특성 뿐만 아니라 구조가 끊어져도 다시 복원될 수 있는 특성을 가진다.

[0003]

특히 갈륨 기반 액체금속의 경우, 공기 중 혹은 용액 내 용존 산소에 의해 액滴(droplet) 표면에 수 나노미터 두께의 갈륨 산화물 (Ga_2O_3) 층을 형성하게 된다. 이 고체 산화물이 액체금속의 형태를 유지할 수 있도록 도와주면서, 상온에서 액체 및 고체 상태로 공존할 수 있게 된다. 따라서 플렉서블, 스트레처블 디바이스의 전극으로 적용이 용이하다.

[0004]

갈륨 기반 액체금속은 고해상도의 인쇄 공정으로 전극 형성이 가능하여, 집적 회로로의 적용이나 생체 내외의 미세 부위 측정에 사용될 수 있다.

[0005]

하지만 고해상도로 인쇄된 액체금속 배선의 경우, 재료의 표면적이 감소하면서 생체 내외의 신호를 인식하는데 정확성이 떨어지는 문제점이 있다.

[0006]

이에, 본 발명은 전극의 표면적을 증가시키고, 임피던스를 감소하면서 액체금속의 신축성 및 전기적 특성을 유지하는 기술을 제안하고자 한다.

선행기술문헌

특허문헌

[0007] (특허문헌 0001) (문헌 1) 한국등록특허공보 제10-1746301호 (2017.06.05)

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0008] 본 발명에 따른 액체금속 표면 상에 백금 나노구조체를 형성시키는 방법은 다음과 같은 해결과제를 가진다.
- [0009] 첫째, 액체금속으로 제작된 전극 상에 백금 나노구조체를 형성하고자 한다.
- [0010] 둘째, 갈륨 기반 액체금속의 표면에 백금 나노구조체를 형성할 수 있는 전기 화학적 구조체를 형성하는 기술을 제안하고자 한다.
- [0011] 셋째, 전극의 표면적을 넓히고 임피던스를 감소시켜 생체 내외부의 전기적 신호를 정확히 측정하고자 한다.
- [0012] 본 발명의 해결과제는 이상에서 언급한 것들에 한정되지 않으며, 언급되지 아니한 다른 해결과제들은 아래의 기재로부터 당업자에게 명확하게 이해될 수 있을 것이다.

과제의 해결 수단

- [0013] 본 발명은 액체금속 표면 상에 백금 나노구조체를 형성시키는 방법으로서, 백금 화합물과 납 화합물의 혼합 용액이 제조되는 S100 단계; 상기 혼합 용액은 음파 처리를 통해 더욱 혼합되는 S200 단계; 및 상기 혼합 용액에 갈륨 기반 액체금속이 투입되고, 혼합 용액에 전압이 인가되는 전기 화학적 이온 분해를 통해, 상기 액체금속의 표면에 백금 나노 구조체가 형성되는 S400 단계를 포함할 수 있다.
- [0014] 본 발명에 따른 S200 단계와 S400 단계의 사이에, 상기 혼합 용액은 진공필터를 통해 여과되어, 혼합 용액의 불순물이 제거되는 S300 단계를 더 포함할 수 있다.
- [0015] 본 발명에 따른 S100 단계에서, 상기 혼합 용액의 용매는 표면장력이 20~50 dynes/cm 인 물질이 사용될 수 있다.
- [0016] 본 발명에 따른 혼합용액의 용매는 이소프로필 알코올(isopropyl alcohol), 에탄올 및 아세톤을 포함할 수 있다.
- [0017] 본 발명에 따른 S100 단계에서, 상기 백금 화합물은 상기 혼합용액의 총 질량의 0.5~1.5 wt%의 범위로 혼합될 수 있다.
- [0018] 본 발명에 따른 S200 단계에서, 상기 음파 처리는 상온에서 30분 이하의 범위에서 수행될 수 있다.
- [0019] 본 발명에 따른 S300 단계에서, 용기(10)와 연통된 돌출연통부(20)가 구비된 중공구조의 용기 상에 여과지(30)를 배치하고, 돌출연통부(20)를 통해 용기를 진공상태를 만들면서, 동시에, 상기 혼합 용액을 여과지(30)에 떨어뜨리면서 여과시킬 수 있다.
- [0020] 본 발명에 따른 S400 단계에서, 상기 액체금속 상의 백금 나노구조체가 형성될 부분에 음극이 연결되고, 기준 전극으로 사용되는 전도성 물질에 양극이 연결될 수 있다.
- [0021] 본 발명에 있어서, 상기 음극 및 상기 양극에는 다음의 화학반응이 진행될 수 있다.
- [0022] [화학반응식]
- [0023] 음극반응 : $\text{Pt}^{4+} + 4\text{e}^- \rightarrow \text{Pt}$
- [0024] 양극반응 : $2\text{Cl}^- + \text{Pb}^{2+} \rightarrow \text{PbCl}_2$
- [0025] 본 발명에 따른 S400 단계에서, 전압 인가 시간은 10~60초인 것이 가능하다.
- [0026] 본 발명은 액체금속 표면 상에 백금 나노구조체를 형성시키는 방법에 의해 제조된 백금 나노구조체가 구비된 액체금속으로 구현될 수 있다.

발명의 효과

- [0027] 본 발명에 따른 액체금속 표면 상에 백금 나노구조체를 형성시키는 방법은 다음과 같은 효과를 가진다.
- [0028] 첫째, 갈륨 기반 액체금속의 표면에 백금 나노구조체를 형성하는 효과가 있다.
- [0029] 둘째, 전극의 표면적을 넓히고 임피던스를 감소시켜 생체 내외부의 전기적 신호를 더욱 정확히 측정하는 효과가 있다.
- [0030] 셋째, 액체금속 전극의 표면적을 극대화하여, 플렉서블, 웨어러블 디바이스로 적용했을 때 전극의 물리적, 구조적 특성은 유지하면서 신호의 측정 정확도를 높일 수 있는 효과가 있다.
- [0031] 넷째, 생체 신호 이외에 반도체 및 디스플레이 등의 전자 소자에도 접목할 수 있다.
- [0032] 본 발명의 효과는 이상에서 언급된 것들에 한정되지 않으며, 언급되지 아니한 다른 효과들은 아래의 기재로부터 당업자에게 명확하게 이해될 수 있을 것이다.

도면의 간단한 설명

- [0033] 도 1은 본 발명에 따른 진공필터 처리 공정의 모식도이다.
- 도 2a는 진공필터 처리를 수행하지 않은 경우, 도 2b는 진공 필터 처리를 수행한 경우의 백금 나노 구조 형성 모습의 차이를 나타낸다.
- 도 3은 본 발명에 따른 전기 화학적 이온 분해를 통한 백금 나노구조체 형성 과정을 나타내는 모식도이다.
- 도 4a 내지 도 4c는 본 발명에 있어서, 백금 화합물의 농도별 백금 나노 구조체의 형성 모습을 나타낸다.
- 도 5a 내지 도 5c는 전압 인가 시간의 증가에 따라, 갈륨 기반 액체금속 표면에 백금 나노구조체가 형성되는 과정을 나타낸다.
- 도 6은 혼합 용액의 용매가 중류수인 경우, 갈륨 기반 액체금속 상에 형성되는 백금 나노구조체를 나타낸다.
- 도 7은 백금 나노구조체 형성을 통한 임피던스 감소 효과를 나타내는 그래프이다.
- 도 8은 일반 액체금속과 백금 나노구조체가 형성된 액체금속의 신축성 실험 결과를 나타내는 그래프이다.
- 도 9a 및 도 9b는 갈륨 기반 액체금속에 형성된 백금 나노구조체의 주사 전자 현미경 이미지를 나타낸다.
- 도 10은 본 발명에 따른 액체금속 표면 상에 백금 나노구조체를 형성시키는 방법의 순서도이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0034] 이하, 첨부한 도면을 참조하여, 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자가 용이하게 실시할 수 있도록 본 발명의 실시예를 설명한다. 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자가 용이하게 이해 할 수 있는 바와 같이, 후술하는 실시예는 본 발명의 개념과 범위를 벗어나지 않는 한도 내에서 다양한 형태로 변형될 수 있다. 가능한 한 동일하거나 유사한 부분은 도면에서 동일한 도면부호를 사용하여 나타낸다.
- [0035] 본 명세서에서 사용되는 전문용어는 단지 특정 실시예를 언급하기 위한 것이며, 본 발명을 한정하는 것을 의도 하지는 않는다. 여기서 사용되는 단수 형태들은 문구들이 이와 명백히 반대의 의미를 나타내지 않는 한 복수 형태들도 포함한다.
- [0036] 본 명세서에서 사용되는 "포함하는"의 의미는 특정 특성, 영역, 정수, 단계, 동작, 요소 및/또는 성분을 구체화 하며, 다른 특정 특성, 영역, 정수, 단계, 동작, 요소, 성분 및/또는 군의 존재나 부가를 제외시키는 것은 아니다.
- [0037] 본 명세서에서 사용되는 기술용어 및 과학용어를 포함하는 모든 용어들은 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자가 일반적으로 이해하는 의미와 동일한 의미를 가진다. 사전에 정의된 용어들은 관련기술문헌과 현재 개시된 내용에 부합하는 의미를 가지는 것으로 추가 해석되고, 정의되지 않는 한 이상적이거나 매우 공식적인 의미로 해석되지 않는다.
- [0038] 본 명세서에서 사용되는 방향에 관한 표현, 예를 들어 전/후/좌/우의 표현, 상/하의 표현, 종방향/횡방향의 표현은 도면에 개시된 방향을 참고하여 해석될 수 있다.
- [0040] 본 발명은 갈륨 기반 액체금속의 표면에 백금 나노구조체를 형성하는 기술이다. 갈륨 기반 액체금속은 생체 친

화적이며 신축성이 뛰어나 플렉서블, 웨어러블 디바이스로 적용이 가능하다. 마찬가지로 백금 나노구조체도 생체 친화적인 물질이며, 나노미터 크기의 알갱이들이 모여서 구조를 이루고 있으므로 액체금속 표면에 형성된 후 신축 시에도 유동적으로 움직일 수 있다.

[0041] 본 발명에 따른 갈륨 기반 액체금속은 갈륨을 포함한 액체금속을 포함한다. 즉, 다양한 조성을 가지는 갈륨-인듐 화합물, 갈륨-인듐-주석 화합물 등을 모두 포함할 수 있다. 백금 화합물은 염화 백금 계열 (PtCl_2 , PtCl_4 , K_2PtCl_4 등) 을 사용할 수 있다. 납 화합물은 아세트산 납 ($\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$, $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_4$ 등) 계열을 사용할 수 있다.

[0043] 이하에서는 도면을 참고하여 본 발명을 설명하고자 한다. 참고로, 도면은 본 발명의 특징을 설명하기 위하여, 일부 과장되게 표현될 수도 있다. 이 경우, 본 명세서의 전 취지에 비추어 해석되는 것이 바람직하다.

[0045] 도 10은 본 발명에 따른 액체금속 표면 상에 백금 나노구조체를 형성시키는 방법의 순서도이다.

[0046] 본 발명에 따른 액체금속 표면 상에 백금 나노구조체를 형성시키는 방법은 백금 화합물과 납 화합물의 혼합 용액이 제조되는 S100 단계; 상기 혼합 용액은 음파 처리를 통해 더욱 혼합되는 S200 단계; 및 상기 혼합 용액에 갈륨 기반 액체금속이 투입되고, 혼합 용액에 전압이 인가되는 전기 화학적 이온 분해를 통해, 상기 액체금속의 표면에 백금 나노 구조체가 형성되는 S400 단계를 포함한다.

[0047] 또한, 본 발명은 S200 단계와 S400 단계의 사이에, 혼합 용액이 진공필터를 통해 여과되어, 혼합 용액의 불순물이 제거되는 S300 단계를 더 포함할 수 있다.

[0048] 본 발명에 따른 S300 단계는 필수단계는 아니며, 필요시 적용가능한 단계이다.

[0050] 본 발명에 따른 S100 단계는 백금 화합물과 납 화합물의 혼합 용액이 제조되는 단계이다.

[0051] 백금 화합물과 납 화합물을 혼합하여 전기 분해하면, 백금 양이온이 분해되어 나오면서 음극의 액체금속에 달라붙을 수 있다. 전기 분해될 때 백금 화합물에서 나오는 음이온들은 납 화합물의 납 양이온에 의해 염(salt)으로 침전하게 된다. 따라서 백금 나노구조체 형성을 위한 실질적인 재료는 백금 화합물이며, 납 화합물은 백금 화합물에서 나오는 익여 이온을 제거하기 위함이라고 할 수 있다.

[0052] 백금 나노구조체를 위한 혼합 용액은 일반적으로 증류수(DI water) 기반으로 제작된다. 하지만 갈륨 기반 액체금속은 액체와 유사한 성질을 가지므로, 용액의 성질에 따라 구조가 망가질 수 있다. 따라서 표면 장력을 최소화할 수 있는 용매를 사용해야 액체금속의 구조를 유지하면서 안정적인 백금 나노구조체 형성이 가능하다.

[0053] 이에, 본 발명에 따른 혼합 용액의 용매는 표면장력이 20~50 dynes/cm 인 물질이 사용될 수 있다.

[0054] 용매의 표면 장력이 20 dynes/cm 미만인 물질인 경우, 휘발되는 성질이 강하여 용액을 만들어 전기 분해 하는데 적합하지 않은 문제점이 있다. 용매가 휘발되며 용액의 농도가 변하게 되므로, 정확한 조건 내에서 백금 나노구조체를 형성하는 것이 어렵다.

[0055] 또한, 용매의 표면 장력이 50 dynes/cm 을 초과하는 물질인 경우, 액체금속과 접촉했을 때 액체금속에 가하는 힘이 크므로 액체금속의 구조가 유지되기 어려운 문제점이 있다.

[0056] 따라서, 본 발명에 따른 혼합용액의 용매는 표면 장력 20 dynes/cm 이상, 50 dynes/cm 이하인 이소프로필알코올, 에탄올, 아세톤 등의 용매를 사용하는 것이 바람직하다.

[0058] 본 발명에 따른 S100 단계에서, 백금 화합물은 상기 혼합용액의 총 질량의 0.5~1.5 wt%의 범위로 혼합될 수 있다.

[0059] 예를 들어, 이소프로필 알코올 50 mL 기준으로, 백금 화합물이 0.25 g 이상, 0.6 g 이하로 혼합되어야 한다.

[0060] 백금 화합물이 0.5 wt% 미만으로 혼합되면, 해당 혼합 용액으로 백금 나노구조체를 형성하려면 1분 이상의 전압 인가가 필요하다. 그런데, 액체금속 구조가 용액 내에서 1분 이상 정상적인 형태를 유지하기 어려우므로, 백금 화합물의 하한치를 0.5 wt% 로 설정하는 것이 바람직하다.

[0061] 한편, 백금 화합물이 1.5 wt% 초과이면, 용액이 포화 상태가 되어 미처 다 혼합되지 못한 잔여물이 염의 형태로 가라앉는다. 이렇게 가라앉은 염들은 백금 나노구조체를 형성하는 반응에 참여하지 못할 뿐만 아니라, 추후의 진공 필터 처리를 통해 걸러져야 한다.

- [0063] 본 발명에 따른 S200 단계는 혼합 용액이 음파 처리를 통해 더욱 혼합되는 단계이다. 본 발명에 따른 S200 단계에서, 음파 처리는 상온에서 30분 이하의 범위에서 수행되는 것이 바람직하다.
- [0064] 백금 화합물과 납 화합물의 혼합 용액은 음파 처리(sonication)를 통해 균일하게 혼합될 수 있다. 납 화합물의 경우, 표면 장력이 20 dynes/cm 이상, 50 dynes/cm 이하인 용매 중 특정 용매에 대해 잘 녹지 않는 성질이 있다.
- [0065] 예를 들어, 이소프로필알코올을 용매로 사용 시, 음파 처리를 통해 백금 화합물 및 납 화합물이 용매와 잘 섞일 수 있다. 이러한 음파 처리는 상온에서 0분 초과 30분 이하의 범위에서 수행될 수 있다.
- [0067] 본 발명에 따른 S300 단계는 혼합 용액이 진공필터를 통해 여과되어, 혼합 용액의 불순물이 제거되는 단계이다.
- [0068] 본 발명에 따른 S300 단계에서, 용기(10)와 연통된 돌출연통부(20)가 구비된 중공구조의 용기(10) 상에 여과지(30)를 배치하고, 돌출연통부(20)를 통해 용기(10)를 진공상태를 만들면서, 동시에, 상기 혼합 용액을 여과지(30)에 떨어뜨리면서 여과시킬 수 있다.
- [0070] 혼합 용액의 음파 처리 이후에도 미처 섞이지 못한 불순물 및 잔여 파우더가 존재할 수 있다. 따라서 불순물을 걸러주는 진공 필터 처리를 할 수 있다. 도 1은 진공 필터 처리 장치의 모식도를 나타낸다. 진공 필터 처리는 가지처럼 돌출된 돌출연통부(20)가 구비된 유리 플라스크 용기(10)에 여과지(30)를 올리고, 돌출연통부(20)를 통해 진공 상태를 형성시킴과 동시에 혼합 용액을 한 방울씩 떨어뜨려 여과하는 방법으로 진행될 수 있다.
- [0071] 도 2a는 진공필터 처리를 수행하지 않은 경우, 도 2b는 진공 필터 처리를 수행한 경우의 백금 나노 구조 형성 모습의 차이를 나타낸다. 진공 필터 처리를 하지 않는 경우, 도 2a와 같이 불순물에 의해 균일하지 않은 결정 구조가 형성되기도 한다. 이러한 문제를 방지하고자 진공 필터 처리가 필요하며, 그 결과 도 2b와 같은 균일한 백금 나노구조체가 형성될 수 있다.
- [0073] 본 발명에 따른 S400 단계는 혼합 용액에 갈륨 기반 액체금속이 투입되고, 혼합 용액에 전압이 인가되는 전기 화학적 이온 분해를 통해, 상기 액체금속의 표면에 백금 나노 구조체가 형성되는 단계이다.
- [0074] 본 발명에 따른 S400 단계에서, 상기 액체금속 상의 백금 나노구조체가 형성될 부분에 음극이 연결되고, 기준 전극으로 사용되는 전도성 물질에 양극이 연결될 수 있다.
- [0075] 백금 나노구조체는 백금 화합물과 납 화합물의 혼합 용액 속에서 전압을 인가함으로써 형성된다.
- [0076] 도 3은 본 발명에 따른 전기 화학적 이온 분해를 통한 백금 나노구조체 형성 과정을 나타내는 모식도이다. 도 3는 백금 나노구조체의 형성에 필요한 장치들과 전기 화학적 이온 분해를 통한 백금 나노구조체의 형성 과정을 보여준다.
- [0077] 백금 나노구조체를 형성할 부분에 음극을 연결하고, 기준 전극으로 사용하는 전도성물질(금속증착물질)에 양극을 연결한다. 그리고 혼합 용액 내에서 전압을 인가하게 되면, 혼합 용액 속 백금 양이온이 분해되어 음극 쪽으로 이동 및 증착되어 백금 나노구조체를 형성할 수 있다.
- [0078] 백금 양이온이 분해될 때, 음극 및 상기 양극에는 다음의 화학반응이 진행된다.
- [0079] [화학반응식]
- [0080] 음극반응 : $\text{Pt}^{4+} + 4\text{e}^- \rightarrow \text{Pt}$
- [0081] 양극반응 : $2\text{Cl}^- + \text{Pb}^{2+} \rightarrow \text{PbCl}_2$
- [0083] 또한, 본 발명에 따른 S400 단계에서, 전압 인가 시간은 10~60초인 것이 바람직하다.
- [0085] 도 4는 본 발명에 있어서, 백금 화합물의 농도별 백금 나노 구조체의 형성 모습을 나타낸다. 각 단계에 따라 백금 나노구조체가 액체금속 표면에 형성된다.
- [0087] 본 발명에서는 백금 화합물의 농도와 전압 인가 시간, 용매의 종류를 특정할 수 있다. 이하에서는 실시예를 통해 본 발명을 더욱 구체적으로 설명하고자 한다.
- [0088] 먼저, 백금 화합물의 농도는 0.5 wt% 이상, 1.5 wt% 이하로 특정한다. 백금 화합물의 농도가 낮은 경우, 같은 시간 전압을 인가해도 충분한 반응이 일어나지 않는다.

- [0089] 도 4는 백금 화합물 농도가 0.2wt%, 0.4wt% 그리고 0.6wt% 인 혼합 용액을, 각각 이용하여 백금 나노구조체를 형성한 표면 이미지를 보여준다. 본 실시예에서 전압 인가 시간은 모두 30초로 고정하였다.
- [0090] 여기서, 0.2wt% 및 0.4wt% 농도의 경우, 전체적으로 백금 나노구조체가 형성되지는 않았으며, 매우 작은 부위에만 형성되는 것을 확인할 수 있다.
- [0091] 반면에 0.6wt% 이상의 농도에서는 30초 동안에도 원하는 면적 전체에 백금 나노구조체를 형성할 수 있었다.
- [0093] 백금 화합물의 농도가 낮은 경우에도 전압 인가 시간을 늘리면 백금 나노구조체가 형성될 수 있다. 하지만 갈륨 기반 액체금속의 경우, 용액에 오래 노출시키게 되면 구조가 망가질 우려가 있다.
- [0094] 따라서 0.5wt% 이상의 백금 화합물이 혼합된 용액을 이용하여 백금 나노구조체를 형성시키는 것이 바람직하다.
- [0096] 다음으로, 전압 인가 시간은 10~60초 사이로 한다.
- [0097] 도 5a 내지 도 5c는 전압 인가 시간의 증가에 따라, 갈륨 기반 액체금속 표면에 백금 나노구조체가 형성되는 과정을 나타낸다.
- [0098] 실제로 전압 크기보다 전압 인가 시간이 백금 나노구조체의 형성에 영향을 더 크게 미칠 수 있다.
- [0099] 따라서, 전압 값에 상관없이 10초에서 60초 사이의 전압이 가해지도록 하는 것이 바람직하다. 10초 미만의 조건에서는 반응 시간이 짧아, 백금 나노구조체가 충분히 형성되지 않는 문제점이 있다. 또한, 60초 초과의 조건에서는 백금 나노구조체 형성 문제라기보다, 액체금속의 형태 유지가 곤란한 문제점이 발생될 수 있다. 예로, 액체금속이 용액 상에서 형태를 유지하지 못하고 한 지점에서 팽창하고, 또한 그 힘에 의해 표면에 덮인 산화막이 터지면서 구조가 망가지게 될 수 있다. 이러한 이유로 전압 인가 시간은 10초에서 60초 사이로 지정하는 것이 바람직하다.
- [0101] 다음으로, 용매는 표면 장력이 20 dynes/cm 이상, 50 dynes/cm 이하인 액체로 특정한다. 일반적으로 사용하는 종류수의 경우, 약 70 dynes/cm 의 표면 장력이 액체금속에 가해지며, 이로 인해 구조가 망가지는 문제가 발생될 수 있다.
- [0102] 도 6은 혼합 용액의 용매가 종류수인 경우, 갈륨 기반 액체금속 상에 형성되는 백금 나노구조체를 나타낸다. 도 6은 혼합 용액의 용매가 종류수인 경우에 액체금속 배선이 떨어져 나간 이미지이다. 예를 들어, 이소프로필 알코올은 표면 장력 값이 종류수의 약 1/3 배 이므로, 액체금속에 가하는 힘을 줄일 수 있다.
- [0104] 이하에서는, 본 명세서에 제시된 도면을 보다 상세히 설명하고자 한다.
- [0105] 도 1은 본 발명에 따른 진공필터 처리 공정의 모식도이다.
- [0106] 백금 화합물과 납 화합물의 혼합 용액 속에 존재하는 불순물 및 잔여물을 걸러내기 위하여, 진공 필터 처리를 한다. 가지 플라스크의 한쪽에서 진공 처리를 하고, 위쪽에서는 혼합 용액을 흘려주어 여과지를 통해 용액의 불순물이 걸러질 수 있다.
- [0108] 도 2a는 진공필터 처리를 수행하지 않은 경우, 도 2b는 진공 필터 처리를 수행한 경우의 백금 나노 구조 형성 모습의 차이를 나타낸다.
- [0109] 도 2는 주사 전자 현미경으로 측정한 이미지이다. 갈륨 기반 액체금속에 백금 나노구조체가 형성된 모습이며, 도 2a 및 도 2b는 각각 진공 필터 처리를 하지 않은 용액을 사용했을 때와 진공 필터 처리를 한 용액을 사용한 경우의 백금 나노구조체 형성 모습이다. 도 2a의 경우, 진공 필터 처리를 하지 않았기 때문에 용액 속 불순물 및 잔여물이 예상치 못한 결정성 구조로 표면에 형성되는 것을 볼 수 있다. 도 2b의 경우에는 진공 필터 처리를 통해 비교적 깨끗한 상태의 혼합 용액 속에서 반응이 발생했기 때문에, 백금 나노구조체가 균일하게 형성된다.
- [0111] 도 3은 본 발명에 따른 전기 화학적 이온 분해를 통한 백금 나노구조체 형성 과정을 나타내는 모식도이다.
- [0112] 백금 화합물과 납 화합물의 혼합 용액 속에서 전압을 인가하였을 때, 백금 양이온이 분해되어 음극 쪽으로 달라붙게 되어 백금 나노구조체 형성이 가능하다. 따라서 백금 나노구조체를 형성할 물질(갈륨 기반 액체금속)이 음극에 연결되며, 양극에는 기준 전극으로 사용하는 일반 금속(금, 은, 백금 등) 전극을 연결한다.
- [0114] 도 4a 내지 도 4c는 본 발명에 있어서, 백금 화합물의 농도별 백금 나노 구조체의 형성 모습을 나타낸다.
- [0115] 금 나노구조체는 백금 화합물의 백금 양이온이 환원되어 형성된다. 따라서 백금 화합물의 농도가 백금 나노구조체의 형성 반응에 영향을 미친다. 본 연구에서 백금 화합물의 적정 농도를 구하기 위해 0.2wt%, 0.4wt%, 0.6wt%

의 비율로 실험을 진행하였다. 전압을 인가하는 반응 시간은 모두 30 초로 고정하였다. 실험 결과 백금 화합물 농도가 낮은 경우, 같은 시간 조건에서 반응에 참여하는 백금 양이온의 수가 적으므로 백금 나노구조체가 적게 형성되는 것을 확인하였다. 백금 화합물 0.6wt%의 농도를 갖는 혼합 용액에서는 30 초의 반응만으로도 충분히 백금 나노구조체를 형성하는 결과를 보인다. 따라서 본 발명에서는 백금 화합물 농도 0.5wt% 이상, 1.5wt% 이하의 혼합 용액을 사용하는 것으로 특정한다.

[0117] 도 5a 내지 도 5c는 전압 인가 시간의 증가에 따라, 갈륨 기반 액체금속 표면에 백금 나노구조체가 형성되는 과정을 나타낸다.

[0118] 전기 화학적 이온 분해 과정에서 전압 인가 시간을 증가함에 따라, 액체금속 표면에 백금 나노구조체가 형성된다. 백금 나노구조체는 처음에 한 층이 형성되고 나서, 그 위로 계속해서 백금 나노구조체가 달라 붙는 방식으로 형성이 된다. 따라서 전압 인가 시간이 증가함에 따라 백금 나노구조체가 두껍게 형성될 수 있으며, 표면적을 넓혀 임피던스를 증가시키는 효과를 부여한다.

[0120] 도 6은 혼합 용액의 용매가 중류수인 경우, 갈륨 기반 액체금속 상에 형성되는 백금 나노구조체를 나타낸다.

[0121] 혼합 용액의 용매가 중류수일 때에도 액체금속 표면에 백금 나노구조체가 형성될 수 있다. 하지만, 표면 장력에 의해 액체금속의 구조가 쉽게 망가지기 때문에 충분히 전기 화학적 반응을 유도하는데 어려움이 있다. 도 6에서도 갈륨 기반 액체금속이 중류수에 의해 떨어져 나간 모습을 확인할 수 있으며, 이러한 이유로 중류수 대신에 표면 장력이 20 dynes/cm 이상, 50 dynes/cm 이하인 용매를 사용한다.

[0123] 도 7은 백금 나노구조체 형성을 통한 임피던스 감소 효과를 나타내는 그래프이다. 백금 나노구조체가 형성되지 않은 일반 액체금속과 백금 나노구조체가 형성된 액체금속이 대비되어 있다.

[0124] 백금 나노구조체를 갈륨 기반 액체금속에 형성함으로써 감소하는 임피던스 결과를 보여준다. 갈륨 기반 액체금속은 1 kHz 주파수에서 약 4.5 kΩ 의 임피던스를 가지는 반면, 백금 나노구조체를 형성하면 약 1.2 kΩ 수준으로 임피던스가 감소한다.

[0126] 도 8은 백금 나노구조체가 형성되지 않은 일반 액체금속과 백금 나노구조체가 형성된 액체금속의 신축성 실험 결과를 나타내는 그래프이다.

[0127] 재료를 단 방향으로 늘리며 비저항 변화를 측정한 결과이다. 원래 우수한 신축성을 가지는 갈륨 기반 액체금속과 비교하였을 때, 백금 나노구조체가 형성된 이후에도 신축성에서 큰 차이가 나지 않는다. 따라서 백금 나노구조체가 액체금속의 신축성에 큰 영향을 미치지 않으며, 백금 나노구조체가 표면에서 유연하게 미끄러질 수 있음을 보여준다.

[0129] 도 9a 및 도 9b는 갈륨 기반 액체금속에 형성된 백금 나노구조체의 주사 전자 현미경 이미지를 나타낸다.

[0130] 고해상도 인쇄 공정을 통해 형성된 갈륨 기반 액체금속 배선에 형성된 백금 나노구조체를 보여준다. 주사 전자 현미경을 통해 이미지를 촬영하였다. 이미지 상에서 하얗게 보이는 백금 나노구조체가 수 나노미터 크기의 알갱이들로 이루어져 있기 때문에, 전체 배선의 표면적이 크게 증가하게 된다.

[0132] 한편, 본 발명은 액체금속 표면 상에 백금 나노구조체를 형성시키는 방법에 의해 제조된 백금 나노구조체가 구비된 액체금속으로 구현될 수도 있다.

[0134] 본 명세서에서 설명되는 실시예와 첨부된 도면은 본 발명에 포함되는 기술적 사상의 일부를 예시적으로 설명하는 것에 불과하다. 따라서, 본 명세서에 개시된 실시예들은 본 발명의 기술적 사상을 한정하기 위한 것이 아니라 설명하기 위한 것이므로, 이러한 실시예에 의하여 본 발명의 기술 사상의 범위가 한정되는 것은 아님은 자명하다. 본 발명의 명세서 및 도면에 포함된 기술적 사상의 범위 내에서 당업자가 용이하게 유추할 수 있는 변형 예와 구체적인 실시 예는 모두 본 발명의 권리범위에 포함되는 것으로 해석되어야 할 것이다.

부호의 설명

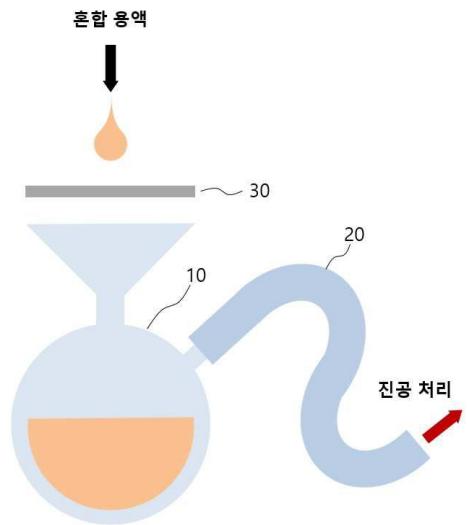
[0135] 10 : 용기

20 : 돌출연통부

30 : 여과지

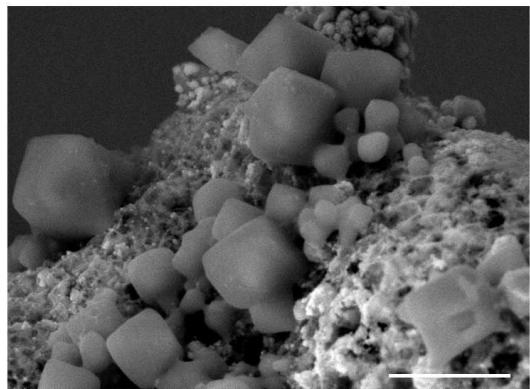
도면

도면1



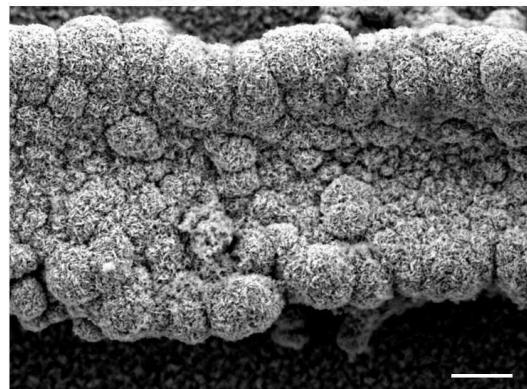
도면2

진공 필터 처리 하지 않은 경우



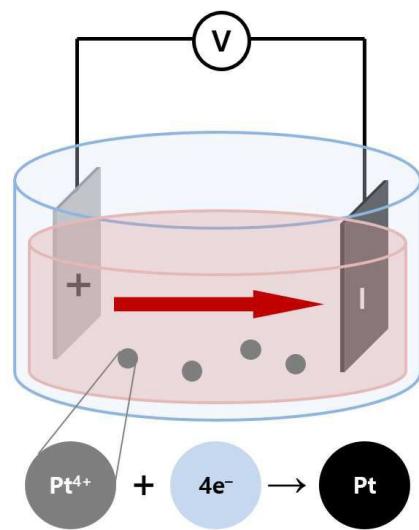
(a)

진공 필터 처리한 경우

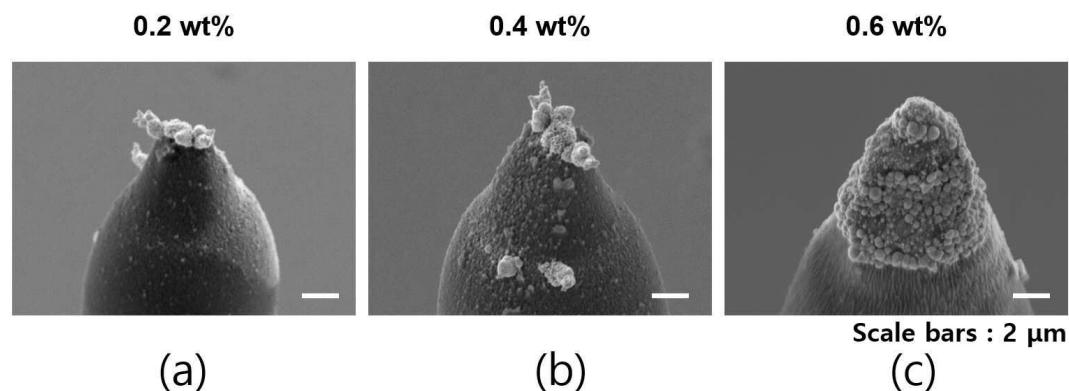


Scale bars : 1 μm
(b)

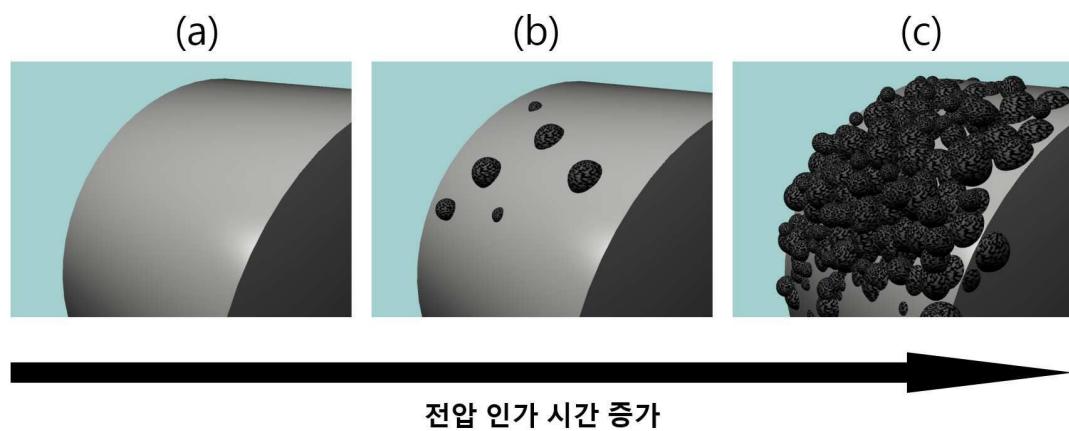
도면3



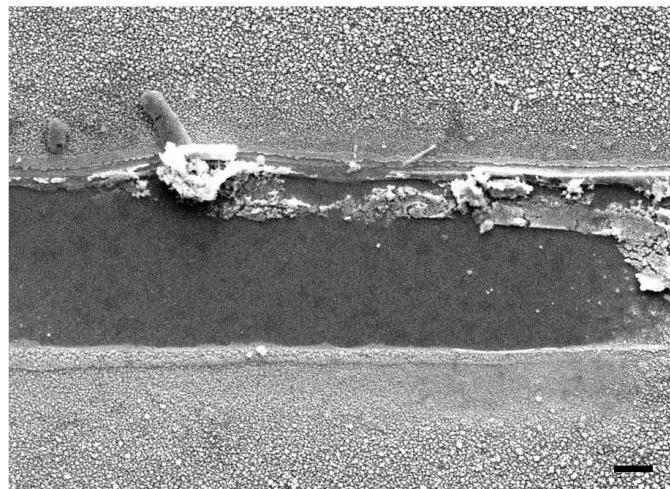
도면4



도면5

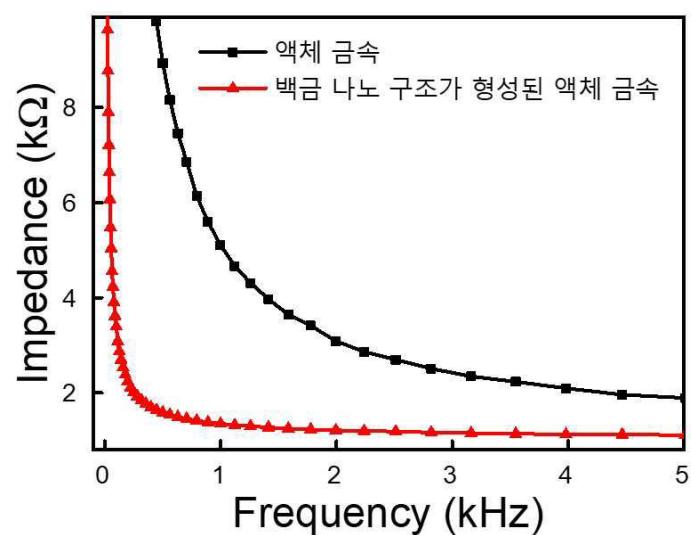


도면6

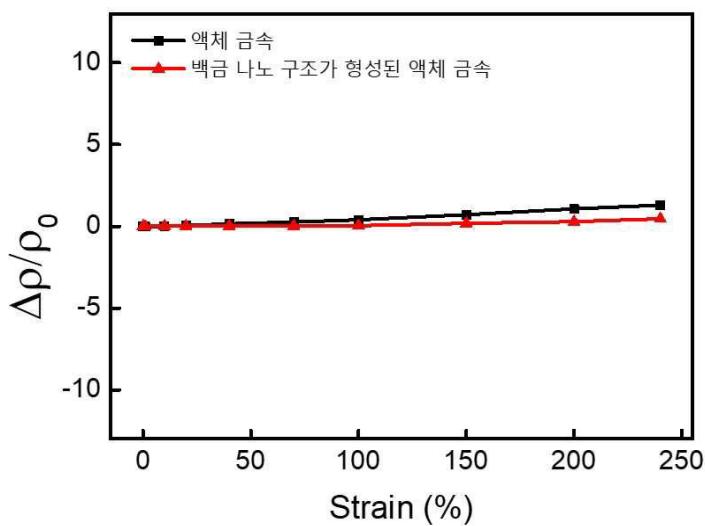


Scale bar : 1 μm

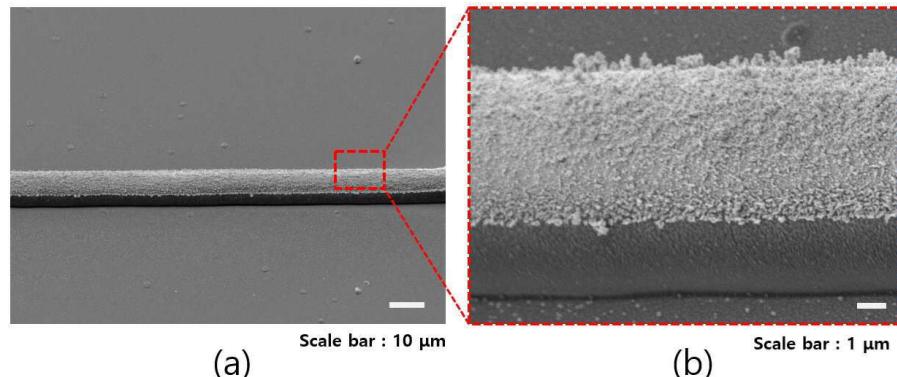
도면7



도면8



도면9



도면10

