



등록특허 10-2418527



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2022년07월06일
(11) 등록번호 10-2418527
(24) 등록일자 2022년07월04일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
H01L 21/02 (2006.01) *B82B 3/00* (2017.01)
C01B 32/194 (2017.01) *C01G 39/00* (2006.01)
C01G 39/06 (2006.01) *B82Y 40/00* (2017.01)

(52) CPC특허분류
H01L 21/02612 (2013.01)
B82B 3/0038 (2013.01)

(21) 출원번호 10-2020-0100543
(22) 출원일자 2020년08월11일
심사청구일자 2020년08월11일
(65) 공개번호 10-2022-0020060
(43) 공개일자 2022년02월18일

(56) 선행기술조사문현

KR1020110006644 A*

(뒷면에 계속)

전체 청구항 수 : 총 9 항

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

(72) 발명자
조용수
서울특별시 서초구 명달로 20, 201호 (서초동, 서초우아파트)
정예슬
서울특별시 서대문구 신촌로1길 53, 303호 (창천동)

(74) 대리인
특허법인(유한)아이시스

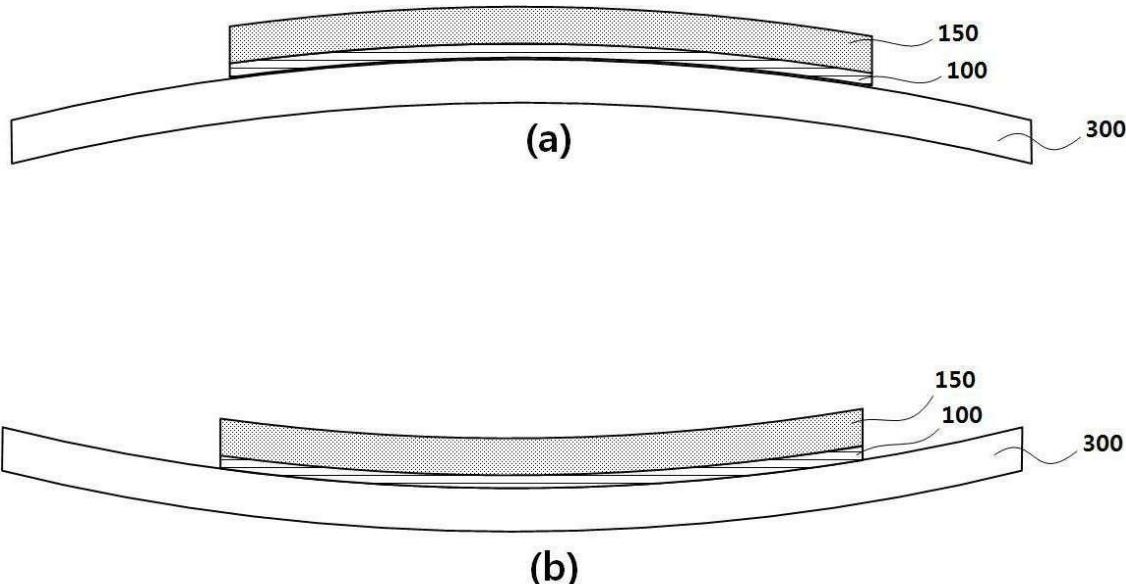
심사관 : 방기인

(54) 발명의 명칭 스트레인이 가해진 2차원 물질 제조 방법

(57) 요 약

본 실시예에 의한 스트레인이 가해진 2차원 물질 제조 방법은 기판 상에 2차원 물질을 합성하는 단계와, 합성된 2차원 물질과 기판을 유체 상에서 분리하는 단계와, 스트레인이 가해진 유연 기판의 표면에 2차원 물질이 부착되도록 유체 내에서 유연 기판을 건져올리는 단계 및 유연 기판에 제공된 스트레인을 해제하는 단계를 포함한다.

대 표 도



(52) CPC특허분류

C01B 32/194 (2017.08)
C01G 39/00 (2013.01)
C01G 39/06 (2013.01)
H01L 21/02521 (2013.01)
H01L 21/02587 (2013.01)
B82Y 40/00 (2013.01)
C01P 2004/24 (2013.01)

(56) 선행기술조사문현

KR1020150142619 A*
KR1020160081102 A*
KR1020180078690 A
KR1020190016649 A
KR1020190122076 A
KR1020160123028 A
KR1020170112151 A

*는 심사관에 의하여 인용된 문현

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	1415167937
과제번호	10079981
부처명	산업통상자원부
과제관리(전문)기관명	한국산업기술평가원
연구사업명	산업기술혁신사업
연구과제명	웨어러블 디바이스용 고효율 비납계 에너지 변환 소재 및 모듈 개발
기여율	1/4
과제수행기관명	연세대학교 산학협력단
연구기간	2020.01.01 ~ 2020.12.31

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	1415168120
과제번호	20173010013340
부처명	산업통상자원부
과제관리(전문)기관명	한국에너지기술평가원
연구사업명	에너지기술개발사업
연구과제명	10% 효율을 갖는 2인치 웨이퍼 스케일 2D 나노소재 적층형 태양전지 기술 개발
기여율	1/4
과제수행기관명	서울대학교 산학협력단
연구기간	2020.03.01 ~ 2020.11.30

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	1711105647
과제번호	2016M3A7B4910798
부처명	과학기술정보통신부
과제관리(전문)기관명	한국연구재단
연구사업명	원천기술개발사업
연구과제명	직조용 압전 나노섬유 및 에너지 하베스팅 최적화 기술 개발
기여율	1/4
과제수행기관명	연세대학교
연구기간	2020.01.01 ~ 2020.12.31

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	1711105456
과제번호	2018M3D1A1058926
부처명	과학기술정보통신부
과제관리(전문)기관명	한국연구재단
연구사업명	미래소재디스커버리사업
연구과제명	인공 공감각 일렉트로닉스 플랫폼 개발
기여율	1/4
과제수행기관명	연세대학교
연구기간	2020.01.16 ~ 2021.01.15

명세서

청구범위

청구항 1

기판 상에 2차원 물질을 합성하는 단계와,
합성된 상기 2차원 물질과 상기 기판을 유체 상에서 분리하는 단계와,
스트레인이 가해진 유연 기판의 표면에 상기 2차원 물질이 부착되도록 상기 유체 내에서 상기 유연 기판을 견쳐
올리는 단계 및
상기 유연 기판에 제공된 스트레인을 해제하는 단계를 포함하고,
상기 2차원 물질은 소수성을 가지고, 상기 기판은 친수성을 가지며, 상기 유체는 물이고,
상기 2차원 물질을 합성하는 단계는, 상기 2차원 물질이 상기 기판에 접촉하도록 상기 2차원 물질을 합성하여
수행하고,
상기 분리하는 단계는, 상기 소수성을 가지는 상기 2차원 물질을 상기 물에 침지시켜 친수성을 가지는 상기 기
판과 분리하여 수행하는 스트레인이 가해진 2차원 물질 제조 방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 2차원 물질은 그래핀, TMD(Transition Metal Dichalcogenide), 그래핀, TMD(Transition Metal Dichalcogenide) 물질, hBN, Silicene, Black phosphorus, MXenes 중 어느 하나인 방법.

청구항 3

제2항에 있어서,

상기 TMD 물질은,

MoS₂, WS₂, MoSe₂, WSe₂, MoTe₂ 중 어느 하나인 방법.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 유연 기판은 PET, PEN, PC, PAR 및 COC 중 어느 하나의 재질인 방법.

청구항 5

삭제

청구항 6

제1항에 있어서,

상기 2차원 물질을 합성하는 단계는,

굳은 기판 상에 상기 2차원 물질을 합성하는 단계 및

상기 2차원 물질 상층에 희생층을 코팅하는 단계를 포함하는 방법.

청구항 7

제6항에 있어서,

상기 희생층은,

PMMA, PDMS, PMMA PS, PLLA 및 PLC 중 어느 하나인 방법.

청구항 8

제6항에 있어서,

상기 건져올리는 단계는,

상기 2차원 물질층과 상기 스트레인이 가해진 유연 기판이 서로 마주하도록 건져올려 수행하는 방법.

청구항 9

제6항에 있어서,

상기 스트레인이 가해진 2차원 물질을 형성하는 방법은,

상기 희생층을 제거하는 단계를 더 포함하는 방법.

청구항 10

제6항에 있어서,

상기 희생층을 제거하는 단계는,

유기 용매로 상기 희생층을 용해시켜 수행하는 방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001]

본 기술은 스트레인이 가해진 2차원 물질 제조 방법과 관련된다.

배경 기술

[0002]

종래는 2차원 재료가 위치한 기판을 직접적으로 굽히거나 신장함으로써 기판 상에 형성된 소자에 스트레인을 제공하였다. 소자는 이와 같이 제공된 스트레인에 의하여 특성 및 성능에 영향을 받았다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0003]

종래 기술에 의하면 반드시 기판에 외력을 주어 변형을 주어야 하므로 외력이 인가되지 않은 상태에서 소자의 변화된 성능을 기대하는 것은 어려웠다. 특히 기판에 외력을 제공할 수 없는 상황이 있을 수 있으며 그러한 경우에는 소자의 특성 변화를 관찰하는 것이 곤란하였다.

[0004]

본 실시예는 상술한 종래 기술의 난점을 해소하기 위한 것이다. 즉, 본 실시예로 해결하고자 하는 과제 중 하나는 기판에 외력이 제공되지 않은 상태에서도 기판 상에 형성된 소자에 스트레인을 제공할 수 있는 방법을 제공하기 위한 것이다.

과제의 해결 수단

[0005]

본 실시예에 의한 스트레인이 가해진 2차원 물질 제조 방법은 기판 상에 2차원 물질을 합성하는 단계와, 합성된 2차원 물질과 기판을 유체 상에서 분리하는 단계와, 스트레인이 가해진 유연 기판의 표면에 2차원 물질이 부착되도록 유체 내에서 유연 기판을 건져올리는 단계 및 유연 기판에 제공된 스트레인을 해제하는 단계를 포함한다.

[0006]

본 실시예의 어느 한 모습에 의하면, 2차원 물질은 그래핀, TMD(Transition Metal Dichalcogenide) 물질, hBN, Silicene, Black phosphorus, MXenes 중 어느 하나이다.

[0007]

본 실시예의 어느 한 모습에 의하면, TMD 물질은, MoS₂, WS₂, MoSe₂, WSe₂, MoTe₂ 중 어느 하나이다.

[0008]

본 실시예의 어느 한 모습에 의하면, 유연 기판은 PET, PEN, PC, PAR 및 COC 중 어느 하나의 재질이다.

- [0009] 본 실시예의 어느 한 모습에 의하면, 유체는 물이다.
- [0010] 본 실시예의 어느 한 모습에 의하면, 2차원 물질을 합성하는 단계는, 굳은 기판 상에 2차원 물질을 합성하는 단계 및 2차원 물질 상층에 희생층을 코팅하는 단계를 포함한다.
- [0011] 본 실시예의 어느 한 모습에 의하면, 희생층은, PDMS, PMMA PS, PLLA 및 PLC 중 어느 하나이다.
- [0012] 본 실시예의 어느 한 모습에 의하면, 건져올리는 단계는, 2차원 물질층과 스트레인이 가해진 유연 기판이 서로 마주하도록 건져올려 수행한다.
- [0013] 본 실시예의 어느 한 모습에 의하면, 스트레인이 가해진 2차원 물질을 형성하는 방법은, 희생층을 제거하는 단계를 더 포함한다.
- [0014] 본 실시예의 어느 한 모습에 의하면, 희생층을 제거하는 단계는, 유기 용매로 희생층을 용해시켜 수행한다.

발명의 효과

- [0015] 본 실시예에 의하면 기판에 외력을 제공하지 않은 상태에서도 기판 상에 위치하는 소자에 스트레인을 제공할 수 있다는 장점이 제공된다.

도면의 간단한 설명

- [0016] 도 1은 기판 상에 2차원 물질이 형성된 상태를 개요적으로 도시한 단면도이다.
 도 2는 합성된 상기 2차원 물질과 기판을 유체에서 분리하는 단계를 개요적으로 도시한 단면도이다.
 도 3은 스트레인이 제공된 유연성 기판에 2차원 물질이 부착된 상태를 도시한 단면도이다.
 도 4는 희생층을 제거한 상태를 도시한 단면도이다.
 도 5는 유연성 기판에 제공된 스트레인을 해제한 상태를 개요적으로 도시한 단면도이다.
 도 6(a)는 유연성 기판에 외력이 제공된 상태에서 2차원 물질의 문자 구조를 개요적으로 도시한 도면이고, 도 6(b)는 유연성 기판에 제공된 외력이 해제된 상태에서 2차원 물질의 문자 구조를 개요적으로 도시한 도면이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0017] 이하에서는 첨부된 도면들을 참조하여 본 실시예에 의한 스트레인이 가해진 2차원 물질을 형성하는 방법을 설명한다. 도 1은 기판(sub) 상에 2차원 물질층(two dimensional material layer, 100)이 형성된 상태를 개요적으로 도시한 단면도이다. 도 1을 참조하면, 일 실시예로, 기판(sub)은 굳은 기판으로, 사파이어 기판, 실리콘 기판 등일 수 있다.
- [0018] 이차원 물질층(100)은 원자가 층상으로 배열되어 있는 물질을 의미하며, 각 층은 반데르발스 힘(Van der Waals force)로 부착되어 있는 것이 일반적이다. 이차원 물질층(100)을 이루는 이차원 물질은 일 예로, 그래핀, 산화그래핀, hexagonal boron nitride, h-BN), BCN, 플루오로그래핀(fluorographene)등이 있을 수 있다. 다른 예로, 이차원 물질층(100)을 이룰 수 있는 이차원 물질은 TMD(Transition Metal Dichalcogenide) 물질일 수 있으며, 일 예로, MoS₂, WS₂, MoSe₂, WSe₂, MoTe₂ 중 어느 하나일 수 있다.
- [0019] 이차원 물질층(100)은 화학적 기상 증착(CVD, Chemical Vapor Deposition), 물리적 기상 증착(PVD, Physical Vapor Deposition) 등의 증착 과정을 통하여 기판 상에 형성될 수 있다.
- [0020] 이차원 물질층(100) 상부에 희생층(sacrificial layer, 150)을 형성한다. 일 실시예로, 희생층(150)은 PMMA, PDMS, PMMA PS, PLLA 및 PLC 중 어느 한 층일 수 있다. 다른 실시예로, 희생층(150)은 PDMS층일 수 있다. 희생층(150)은 스판 코팅(spin coating), 드롭 코팅(drop coating), 닉터 블레이드 등의 방법으로 이차원 물질층(100)의 상부 표면에 코팅될 수 있다.
- [0021] 도 2는 합성된 상기 2차원 물질층(100)과 기판(sub)을 유체(fluid, 200)에서 분리하는 단계를 개요적으로 도시한 단면도이다. 도 2를 참조하면, 기판(sub, 도 1 참조) 상에 형성된 2차원 물질층(100)과 기판(sub)이 유체(200)로 침지됨에 따라 기판(sub)이 분리된다. 일 실시예로, 유체(200)이 물인 경우에, 이차원 물질층(100)은 소수성(hydrophobic)한 특성을 가지고, 기판(sub, 도 1 참조)은 친수성 특징을 가지므로, 물에 침지됨에 따라 기판(sub)과 2차원 물질층(100)은 분리된다.

- [0022] 다른 예로, 유체(200)은 물일 수 있다.
- [0023] 2차원 물질층(100)이 기판(sub)과 분리됨에 따라 희생층(150)은 2차원 물질층(100)이 유체(200) 상에서 용이하게 공정을 진행할 수 있도록 2차원 물질층(100)을 평면 형태로 유지한다. 또한, 유체(200)와 2차원 물질층(100)이 모두 투명한 경우에는 2차원 물질층(100)의 위치를 파악하는 것이 곤란할 수 있다. 희생층(150)은 2차원 물질층(100)과 서로 다른 굴절율을 가지므로 유체(200) 내에서 2차원 물질층(100)을 용이하게 파악할 수 있도록 한다.
- [0024] 유체(200) 내에 침지되어 있던 유연성 기판(300)에 2차원 물질층(100)이 부착되도록 유연성 기판(300)을 건져올린다. 도 3(a)와 도 3(b)는 유체(200) 내에 침지되어 있던 스트레인이 제공된 유연성 기판(300)을 건져올려 이 차원 물질층(100)이 유연성 기판(300)에 부착된 상태를 도시한 단면도이다. 도 3(a)를 참조하면, 유연성 기판(300)은 스트레인이 제공되어 위로 볼록한 상태이며, 유체(200)에 의하여 부착된 2차원 물질층(100)은 유연성 기판(300)이 위로 볼록한 상태에서 부착된다. 도 3(b)로 예시된 실시예에서, 유연성 기판(300)은 스트레인이 제공되어 아래로 볼록한 상태에서 2차원 물질층(100)이 부착될 수 있다. 일 예로, 유연성 기판은 PET, PEN, PC, PAR 및 COC 중 어느 하나의 재질일 수 있다.
- [0025] 도 4(a) 및 도 4(b)는 희생층(150)을 제거한 상태를 도시한 단면도이다. 도 4를 참조하면, 유기 용매(미도시)에 침지시켜 희생층(150)을 제거한다. 일 예로, 유기 용매는 아세톤일 수 있으며, 아세톤으로 희생층인 PMMA를 용해시켜 제거할 수 있다. 다른 예로, 유기 용매는 DCM 일 수 있으며, 희생층인 PMMA를 용해시켜 제거할 수 있다.
- [0026] 도 5(a) 및 도 5(b)는 유연성 기판(300)에 제공된 스트레인을 해제한 상태를 개요적으로 도시한 단면도이다. 도 5(a)를 참조하면, 위로 볼록한 유연성 기판(300)에 제공된 스트레인이 해제되어 평면 형태를 가지게 됨에 따라 2차원 물질층(100)에는 화살표로 예시된 것과 같이 중심을 향하는 압축 스트레인(compressive strain) 제공된다. 도 5(b)를 참조하면, 아래로 볼록한 유연성 기판(300)에 제공된 스트레인이 해제되어 평면 형태를 가지게 됨에 따라 2차원 물질층(100)에는 화살표로 예시된 것과 같이 이차원 물질층(100)의 주변부를 향하는 신장 스트레인(tensile strain) 제공된다.
- [0027] 도 5(a)로 예시된 것과 같이 2차원 물질은 중심 방향으로 압축 스트레인이 제공되어 분자 구조는 밀집하게 되며, 도 5(b)로 예시된 것과 같이 2차원 물질은 주변 방향으로 신장 스트레인이 제공되어 분자 구조는 팽창하게 되어 물질의 특성이 변화한다.
- [0028] 실험 결과**
- [0029] 도 6(a)와 도 6(c)는 MoS₂의 strain에 따른 진동모드 변화를 측정하는 raman spectra를 도시한다. 왼쪽 피크(peak)는 A1g 모드로 in-plane 진동모드를 의미하고 오른쪽 피크는 E12g 모드로 out-of-plane 진동모드를 의미한다. 압축 스트레인 -1.08%에서 인장 스트레인 +1.08%로 갈수록 A1g 피크는 이동이 거의 일어나지 않는 데 비해 E12g 피크는 왼쪽으로 점점 이동하는 것을 알 수 있다. 이를 통해서 인장응력이 제대로 인가되었음을 확인할 수 있다. 도 6(c)는 E12g 피크의 정확한 위치를 플롯하여 나타낸 것으로 정확한 변화를 확인할 수 있다.
- [0030] 도 6(b)와 도 6(d)는 제공된 스트레인에 따른 포토루미네센스(photoluminescence) 피크 변화를 도시한 도면이다. 스트레인이 제공됨에 따라 direct 밴드갭에서 indirect 밴드갭으로 밴드 얼라인먼트(band alignment)가 바뀌면서 피크가 왼쪽으로 이동한 것을 통해서 스트레인이 제공된 것을 확인할 수 있다.
- [0031] 도 7(a) 및 도 7(b)로 도시된 PL 그래프의 피크에 따라서 +1.08% 신장 스트레인을 가했을 때 1.75eV로 피크가 이동하였고 -1.08% 압축 스트레인을 가했을 때 1.82eV로 피크가 이동한 것을 확인할 수 있다.
- [0032] 도 7(c) 및 도 7(d)로 도시된 Raman 그래프의 E12g 피크에 따라서 +1.08% 신장 스트레인을 가했을 때 384cm⁻¹로 피크가 이동하였고 -1.08% 압축 스트레인을 가했을 때 387cm⁻¹로 피크가 이동하였다.
- [0033] 10 μm 스케일 바 수준으로 수십 마이크로미터 가로, 세로 영역을 측정하였을 때 각각의 조건에서 고루 동일한 이동한 피크를 나타내는 것을 통해 박막내에 균일하게 스트레인이 제공되었음을 알 수 있다.
- [0034] 본 발명에 대한 이해를 돋기 위하여 도면에 도시된 실시 예를 참고로 설명되었으나, 이는 실시를 위한 실시예로, 예시적인 것에 불과하며, 당해 분야에서 통상적 지식을 가진 자라면 이로부터 다양한 변형 및 균등한 타 실시 예가 가능하다는 점을 이해할 것이다. 따라서, 본 발명의 진정한 기술적 보호범위는 첨부된 특허청구범위에 의해 정해져야 할 것이다.

부호의 설명

[0035]

sub: 기판

100: 2차원 물질층

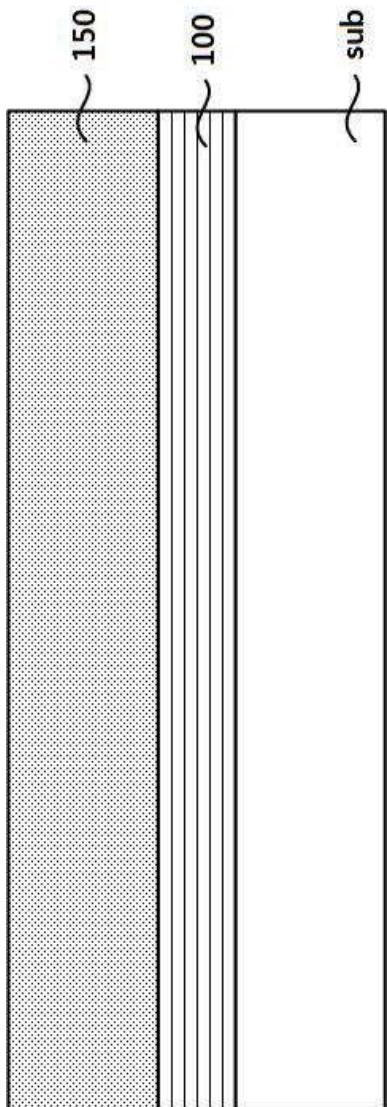
150: 희생층

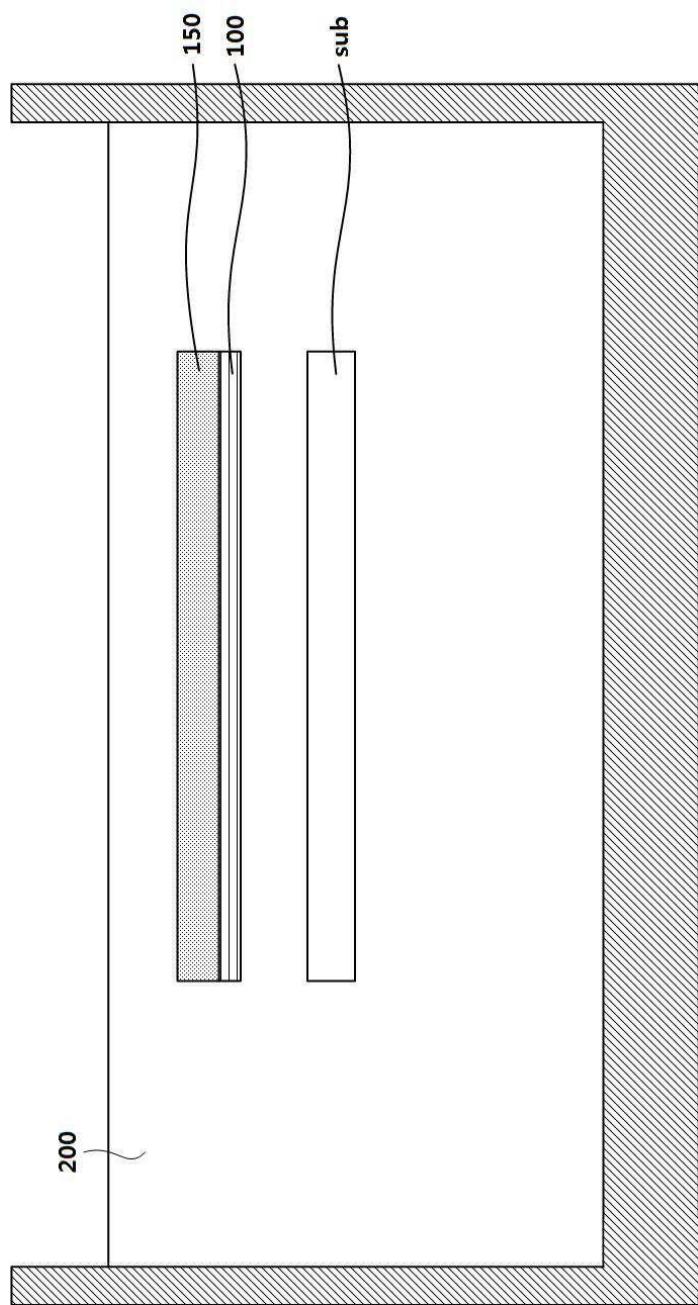
200: 유체

300: 유연 기판

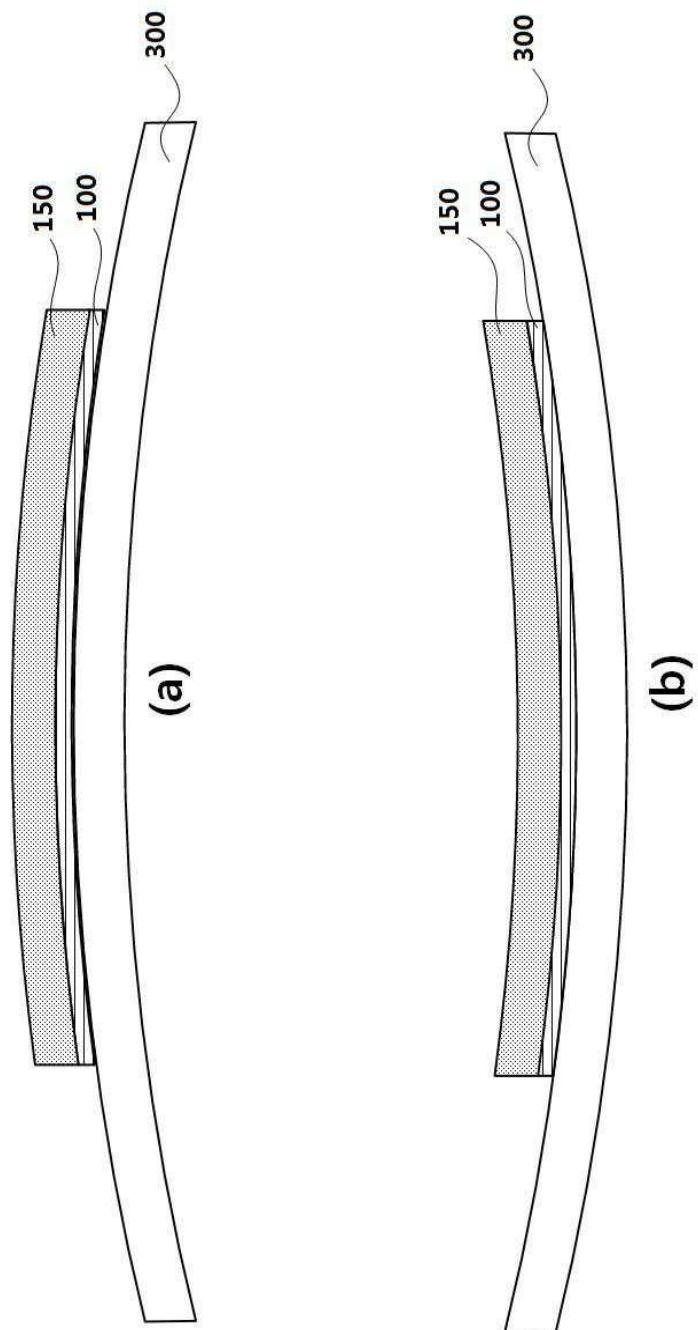
도면

도면1

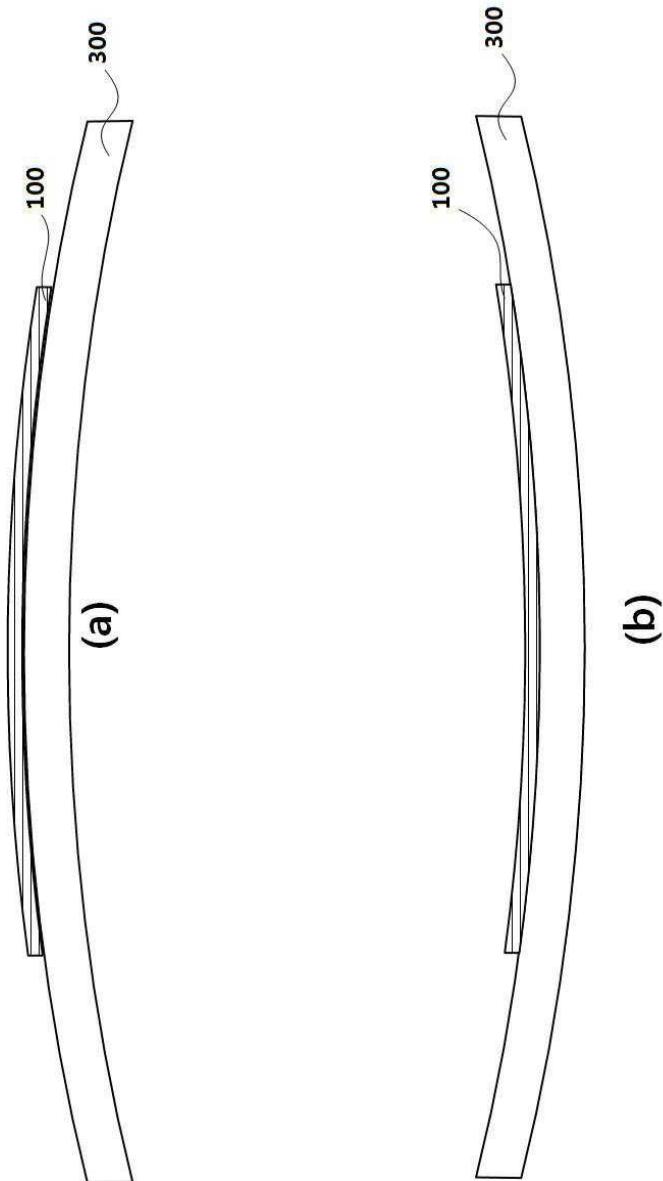




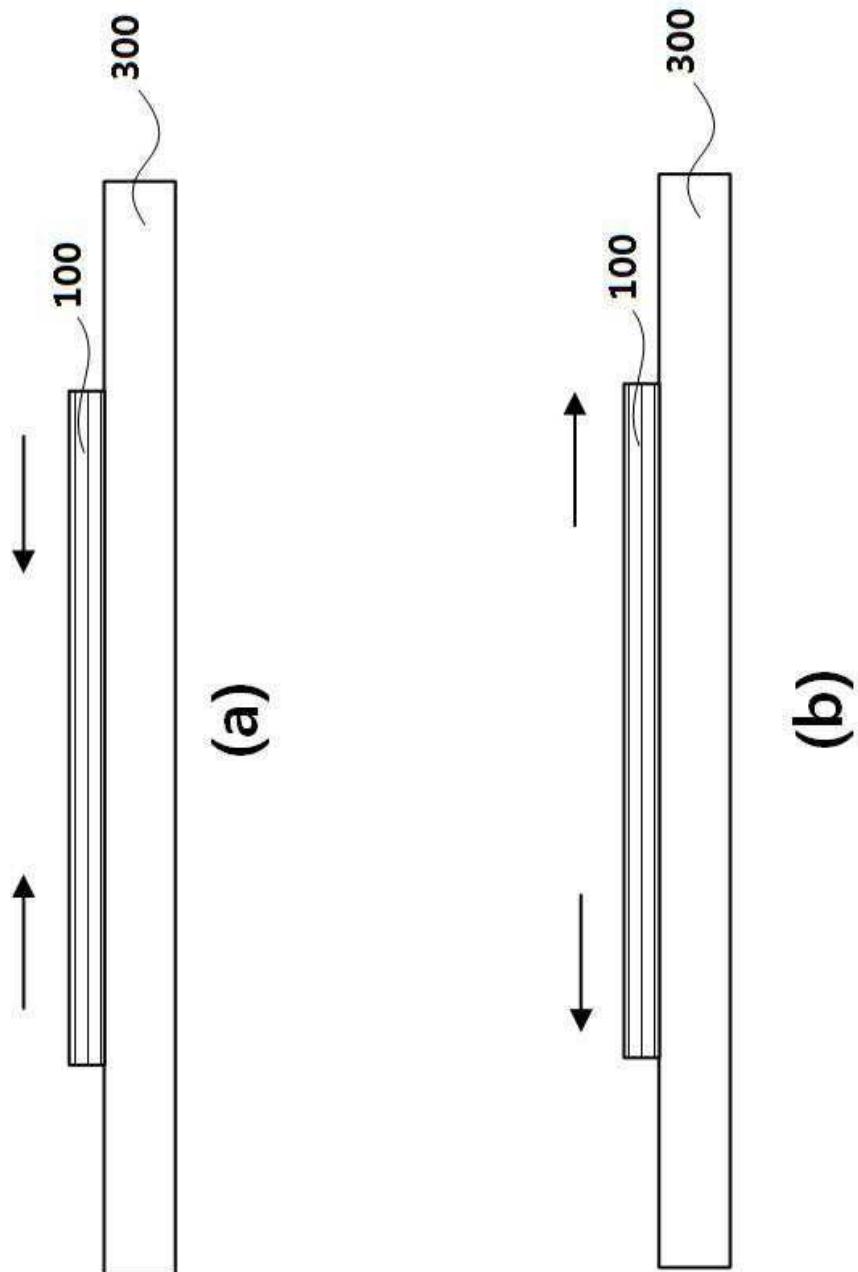
도면3



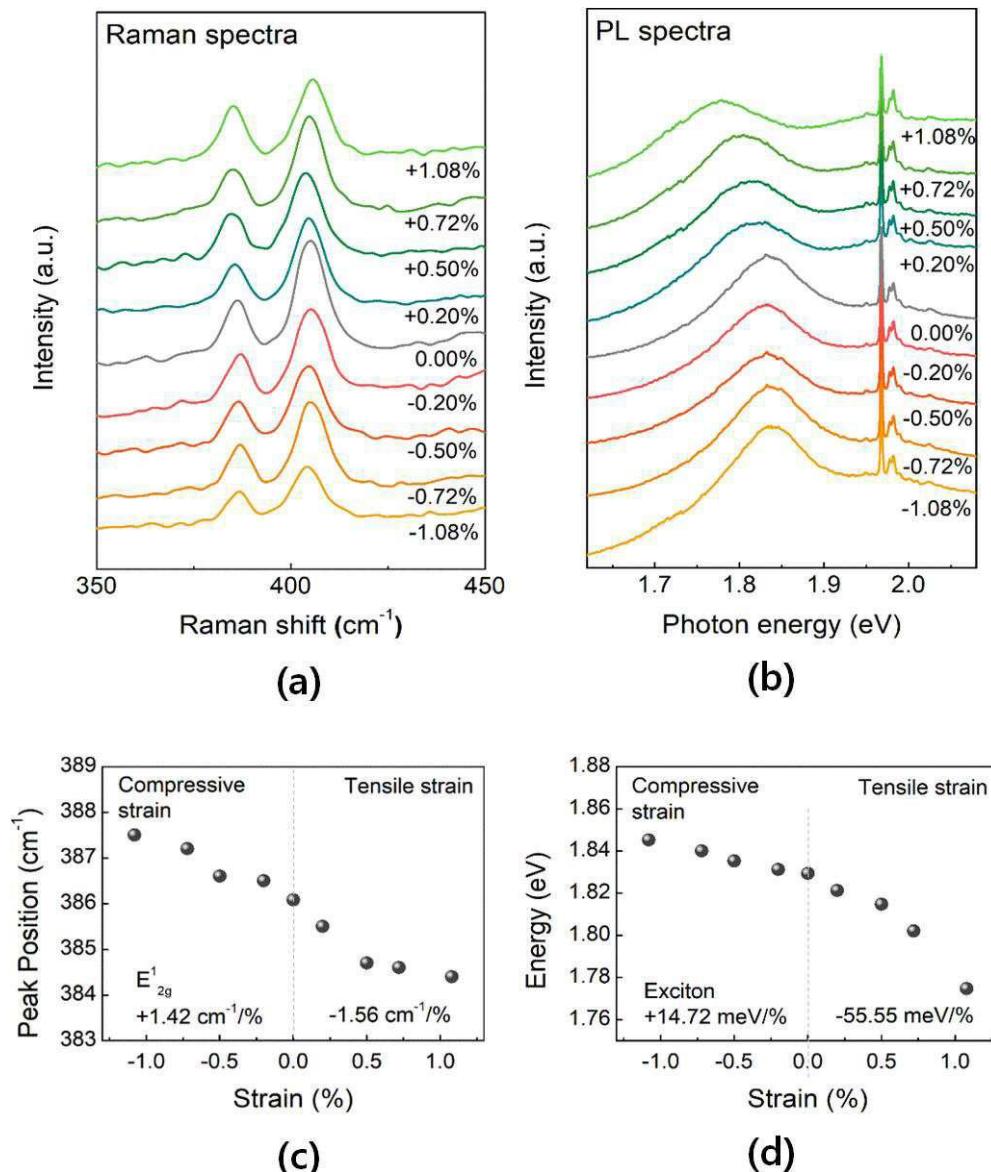
도면4



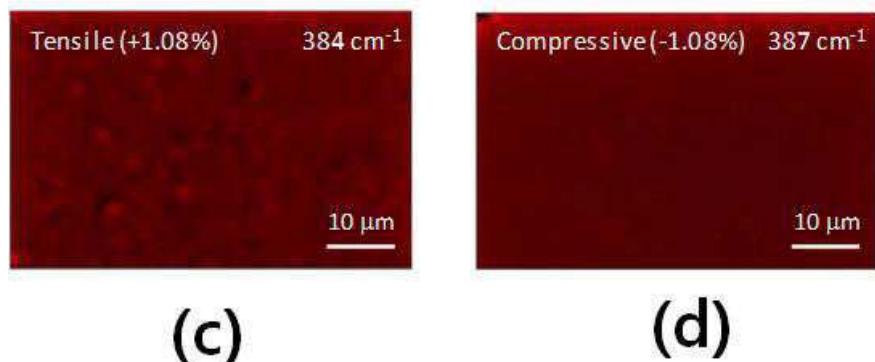
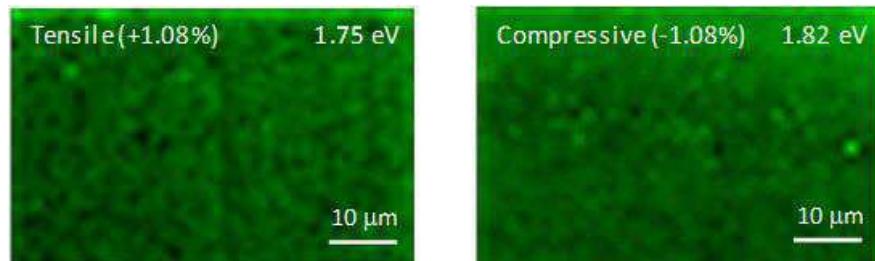
도면5



도면6



도면7



【심사관 직권보정사항】

【직권보정 1】

【보정항목】 청구범위

【보정세부항목】 청구항 3

【변경전】

제1항에 있어서,

상기 TMD 물질은,

MoS₂, WS₂, MoSe₂, WSe₂, MoTe₂ 중 어느 하나인 방법.

【변경후】

제2항에 있어서,

상기 TMD 물질은,

MoS₂, WS₂, MoSe₂, WSe₂, MoTe₂ 중 어느 하나인 방법.