



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2019-0108538
(43) 공개일자 2019년09월24일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C08J 5/18 (2006.01) C08G 73/10 (2006.01)
C08L 79/08 (2006.01)
(52) CPC특허분류
C08J 5/18 (2013.01)
C08G 73/10 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2019-0112862(분할)
(22) 출원일자 2019년09월11일
심사청구일자 2019년09월11일
(62) 원출원 특허 10-2017-0066419
원출원일자 2017년05월29일
심사청구일자 2017년05월29일

(71) 출원인
연세대학교 원주산학협력단
강원도 원주시 흥업면 연세대길 1
(72) 발명자
정찬문
강원도 원주시 판부면 시청로 264, 103동 801호(원주더샵아파트)
최주영
강원도 원주시 일산로 61-2(원동)
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
김보민

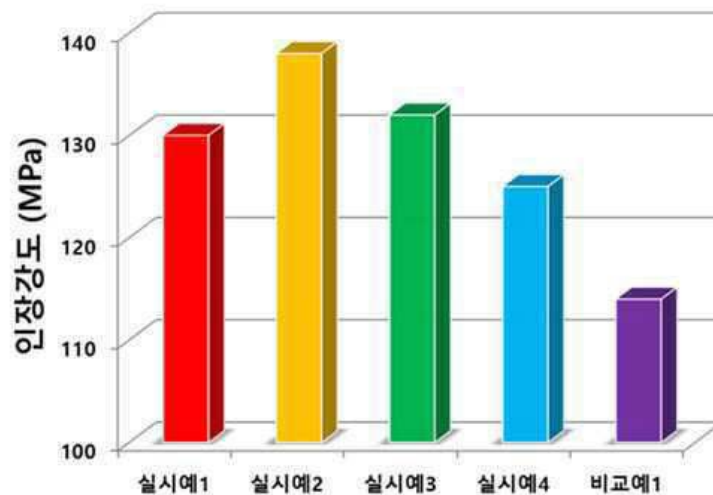
전체 청구항 수 : 총 11 항

(54) 발명의 명칭 마이크로파를 이용한 폴리이미드 필름의 제조방법

(57) 요약

본 발명은 마이크로파를 이용한 폴리이미드 필름의 제조방법에 관한 것이다. 본 발명의 제조방법에 따라 특정 출력의 마이크로파를 처리하는 전처리 과정을 거친 후, 열적 이미드화 공정으로 폴리이미드 필름을 제조하는 경우, 기본적인 열적 이미드화 공정으로 제조된 종래 폴리이미드 필름에 비하여 인장강도가 우수한 폴리이미드 필름을 제조하는 것이 가능하다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

C08L 79/08 (2013.01)

(72) 발명자

진승원

경기도 하남시 하남유니온로 70, 106동 1603호(신장동, 하남유니온시티에일린의딸)

김범준

경기도 화성시 금반1길 14-14, 120동(반송동, 동탄인앤인타운하우스)

김동민

강원도 삼척시 동해대로 4122-27, 404호(교동, 강부2차아파트)

조유진

서울특별시 광진구 긴고랑로16길 39(중곡동)

명세서

청구범위

청구항 1

(a) 폴리아믹산 용액에 용액 상태가 보존되도록 마이크로파를 조사하는 단계; 및

(b) 단계(a)에서 수득된 폴리아믹산 용액을 가열하는 단계를 포함하고,

상기 단계(a)에서 마이크로파는 80 W 내지 400 W의 범위이며,

상기 단계(a)를 거치지 않고 제조된 폴리이미드 필름에 비하여 인장강도가 향상된, 폴리이미드 필름의 제조방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 단계(a)에서 마이크로파는 100 W 내지 240 W의 범위인, 폴리이미드 필름의 제조방법.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 단계(a)에서 마이크로파는 200 W 내지 240 W의 범위인, 폴리이미드 필름의 제조방법.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 단계(a)에서 출력세기가 80 W 내지 100 W인 경우 5분 내지 360분 동안 마이크로파가 인가되는, 폴리이미드 필름의 제조방법.

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 단계(a)에서 출력세기가 100 W 내지 200 W인 경우 30초 내지 60분 동안 마이크로파가 인가되는, 폴리이미드 필름의 제조방법.

청구항 6

제1항에 있어서,

상기 단계(a)에서 출력세기가 200 W 내지 240 W인 경우 1분 내지 30분 동안 마이크로파가 인가되는, 폴리이미드 필름의 제조방법.

청구항 7

제1항에 있어서,

상기 단계(a)에서 출력세기가 240 W 내지 400 W인 경우 10초 내지 2분 동안 마이크로파가 인가되는, 폴리이미드 필름의 제조방법.

청구항 8

제1항에 있어서,

상기 단계(a)에서 마이크로파는 240 W로 1분 내지 4분 조사되는, 폴리이미드 필름의 제조방법.

청구항 9

제1항 및 제3항 내지 제9항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 단계(a) 및 (b)를 거쳐 제조된 폴리이미드 필름은,

단계(a)를 거치지 않고 제조된 폴리이미드 필름에 비하여 인장강도가 10% 이상 향상되는 것을 특징으로 하는, 폴리이미드 필름의 제조방법.

청구항 10

제1항 및 제3항 내지 제9항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 단계(a) 및 (b)를 거쳐 제조된 폴리이미드 필름은,

단계(a)를 거치지 않고 제조된 폴리이미드 필름에 비하여 인장강도가 20% 이상 향상되는 것을 특징으로 하는, 폴리이미드 필름의 제조방법.

청구항 11

제1항 및 제3항 내지 제9항 중 어느 한 항의 방법에 따라 제조된, 폴리이미드 필름.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 마이크로파를 이용한 폴리이미드 필름의 제조방법에 관한 것이다. 본 발명의 제조방법에 따라 특정 출력의 마이크로파를 처리하는 전처리 과정을 거친 후, 열적 이미드화 공정으로 폴리이미드 필름을 제조하는 경우, 기본적인 열적 이미드화 공정으로 제조된 종래 폴리이미드 필름에 비하여 인장강도가 우수한 폴리이미드 필름을 제조하는 것이 가능하다.

배경 기술

[0002] 최근 첨단산업의 성장으로 인하여 다양한 첨단 재료들의 연구 개발이 이루어지고 있다. 이들 중 고내열성 고분자 재료는 첨단 기술의 발달에 따라 제품의 소형 경박화, 고성능화, 고신뢰화를 위한 필수적인 소재로서 필름, 성형품, 섬유, 도료, 접착제 및 복합재 등의 형태로 우주, 항공, 전기/전자, 자동차 및 정밀기기 등 광범위한 산업분야에 이용되고 있다.

[0003] 이들 중 필름은 전자 재료와 패키징(packaging) 재료로 개발되어 왔으며, 이들을 분류하면 폴리에스터 필름을 중심으로 한 일반 목적 엔지니어링 플라스틱 필름, 고내열, 내화학성 및 전기적 특성이 우수하여 유연회로기판 등으로 사용되는 폴리이미드(Polyimide, PI) 필름, 고탄성 특성을 갖는 아라미드 필름 및 불소 필름, 슈퍼엔지니어링 열가소성 필름 등으로 나눌 수 있고, 또한 이들은 내열성 및 용도에 따라 다양한 목적의 특수 필름으로 분류할 수 있다. 한편, 이들 재료의 사용은 IT 산업의 발달에 따라 꾸준한 증가 추세에 있다.

[0004] 한편, 상기 고분자 재료 중 폴리이미드는 이미드 고리의 화학적 안정성을 기초로 하여 우수한 기계적 강도, 내

화학적, 내후성, 내열성을 가진다. 뿐만 아니라 합성이 용이하고, 박막형 필름을 만들 수 있으며, 경화를 위한 가교기가 필요없는 장점을 가진다. 또한 뛰어난 전기적 특성으로 인하여 미소전자 분야, 광학 분야 등에 이르기까지 고기능성 고분자 재료로 각광받고 있다.

[0005] 본 발명자는 폴리아미드의 친환경적 제조방법, 고수율화 공정, 물리/화학적 성질을 향상시키기 위한 공정, 보다 경제적인 제조방법 등, 폴리아미드 및 폴리아미드 필름의 제조방법에 대한 연구를 꾸준히 수행해왔다(한국특허 공개 제2016-0105378호, 한국등록특허 제1,728,833호, 한국등록특허 제1,728,823호, 한국등록특허 제1,728,830호, 한국공개특허 제2016-0147697호, 한국등록특허 제1,725,739호, 한국공개특허 제2017-0014422호, 한국공개특허 제2016-0094660호, 한국등록특허 제1,714,980호, 한국등록특허 제1,709,378호, 한국등록특허 제1,692,137호, 한국등록특허 제1,692,133호, 한국등록특허 제1,654,431호, 한국등록특허 제1,654,425호, 한국등록특허 제1,548,877호 등).

[0006] 이 중 본 발명자에 의한 폴리아미드 겔 또는 폴리아미드 겔에 마이크로파를 조사하여 폴리아미드 필름을 제조하는 단계를 포함하는 폴리아미드 필름의 제조방법에 대한 선행특허가 있다(특허문헌2 참조). 이는 폴리아미드 필름 제조과정에서 나오는 폴리아미드 겔 또는 폴리아미드 겔을 폐기하는 대신 이들을 회수하여, 여기에 마이크로파를 조사하는 경우 폴리아미드 필름이 제조된다는 점을 새로이 발견한 내용에 기초한 특허이다. 상기 선행연구는 폴리아미드를 제조하는 과정에서 생성된 폴리아미드 겔에 마이크로파를 조사하여 폴리아미드 필름을 제조할 수 있다는 점을 새로 밝힌데 기술적 의의가 있다.

[0007] 한편 마이크로파 가열을 이용한 고강도 나노섬유의 제조방법에 관한 기술이 존재한다(특허문헌3 참조). 그러나, 이는 전기방사 방식으로 제조된 나노섬유를 습식 또는 습윤 조건에서 마이크로파를 조사함으로써 전기방사된 나노섬유에 잔존하는 잔류 용매 및 부산물들을 제거하여 나노섬유의 강도를 향상시킬 수 있는 방법에 관한 것에 불과하다.

[0008] 본 발명자는 폴리아미드 필름의 인장강도를 높이기 위한 방법을 연구하던 중, 특정 출력의 마이크로파를 처리한 후, 열적 이미드화 공정으로 폴리아미드 필름을 제조하는 경우, 기본적인 열적 이미드화 공정으로 제조된 종래 폴리아미드 필름에 비하여 인장강도가 우수한 폴리아미드 필름을 제조하는 것이 가능하다는 사실을 새로이 발견하였으며, 이와 같은 방법으로 폴리아미드 필름의 물리화학적 특성을 향상시켜 산업적 응용성을 보다 높이고자 하였다.

선행기술문헌

특허문헌

- [0009] (특허문헌 0001) 한국등록특허 제947,257호 (2003. 1. 29. 공개)
(특허문헌 0002) 한국공개특허 제2016-0146113호 (2016. 12. 21. 공개)
(특허문헌 0003) 한국특허공개 제2015-0039967호 (2015. 4. 14. 공개)
(특허문헌 0004) 한국공개특허 제2015-0001918호 (2015. 1. 7. 공개)

비특허문헌

- [0010] (비특허문헌 0001) Qi Xiu-xiu et al., "Copolycondensation synthesis of polyamic acid and polyimide by microwave irradiation" Polymeric Materials Science & Engineering, 2004-04
(비특허문헌 0002) LU Jian-mei et al., "Synthesis of Polyureas and Polyimide by Microwave Irradiation" Journal of Chemical Engineering of Chinese Universities, 2001-03
(비특허문헌 0003) Zhipeng Wang et al., "Synthesis of carbon nanosheets from Kapton polyimide by microwave plasma treatment" Carbon Vol.72, June 2014, pages 421-424
(비특허문헌 0004) DAI Wei-quan et al., "Study on the Solid Phase Coordination Synthesis of Samarium and Polyimide under Microwave Radiation and its characterization" Journal of Chemical Engineering of Chinese Universities, 2002-06

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0011] 본 발명에서는, 간편하면서도 경제적인 방법으로 기계적 물성이 증진된 폴리이미드 필름을 제조하고자 한다. 보다 구체적으로 본 발명에서는, 인장강도가 현저히 증진된 폴리이미드 필름의 새로운 제조방법을 제공하고자 한다.

과제의 해결 수단

- [0012] 본 발명의 발명자는 폴리이미드 필름의 인장강도를 높이기 위한 방법을 연구하던 중, 특정 출력의 마이크로파를 처리한 후, 열적 이미드화 공정으로 폴리이미드 필름을 제조하는 경우, 기본적인 열적 이미드화 공정으로 제조된 종래 폴리이미드 필름에 비하여 인장강도가 우수한 폴리이미드 필름을 제조하는 것이 가능하다는 점을 새로이 밝혔고, 최적 출력 및 출력시간에 대한 심도 있는 연구를 통해 본 발명을 완성하게 되었다.

발명의 효과

- [0013] 특정 출력의 마이크로파를 특정 시간동안 처리한 후, 열적 이미드화 공정으로 폴리이미드 필름을 제조하는 경우, 기본적인 열적 이미드화 공정으로 제조된 종래 폴리이미드 필름에 비하여 인장강도가 우수한 폴리이미드 필름을 제조하는 것이 가능하다.
- [0014] 또한 종래 인장강도의 증진을 위하여 특정 기능기를 포함하는 모노머를 투입하거나, 나노스케일 물질을 분산시키는 등 추가로 첨가제를 사용할 필요가 없어 보다 경제적이면서도 간편하게 기계적 물성이 향상된 폴리이미드 필름을 제조할 수 있다는 장점이 있다.

도면의 간단한 설명

- [0015] 도 1은 실시예 1 내지 4, 비교예 1에 따른 폴리이미드 필름의 인장강도를 측정한 결과를 나타낸 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0016] 이하, 본 발명에 대해 보다 상세히 설명한다.
- [0018] 본 발명은 (a) 폴리아믹산 용액에 마이크로파를 조사하는 단계; (b) 단계(a)에서 수득된 폴리아믹산 용액을 가열하는 단계를 포함하는, 폴리이미드 필름의 제조방법에 관한 것이다.
- [0020] *본 발명의 일 양태에서, 상기 단계(a)에서 마이크로파는 80 W 내지 400 W의 범위, 100 W 내지 240 W의 범위, 200 W 내지 240 W의 범위, 보다 구체적으로 약 240 W의 출력세기로 조사될 수 있다.
- [0021] 상기 출력세기 범위를 벗어나는 경우, 수득되는 폴리이미드 필름의 인장강도가 향상되지 않거나, 침전이 생겨 필름 형성이 불가능하게 되므로 바람직하지 않다.
- [0022] 마이크로파의 출력세기가 400 W를 초과하는 경우, 부분적으로 침전이 발생하게 되어 필름 형성이 어려운 문제가 나타날 수 있다. 마이크로파 처리 후에도 용액 상태로 보존이 되어야 폴리이미드 필름의 제조가 가능하다. 다만 마이크로파의 출력세기가 240 W인 경우에도 4분 이상 조사하는 경우에는 부분적으로 침전이 발생하여 필름 형성이 어려운 것으로 나타났다.
- [0023] 본 발명의 일 양태에서, 상기 단계(a)에서 마이크로파는 10초 내지 360분, 30초 내지 60분, 1분 내지 30분, 2분 내지 4분 조사될 수 있다.
- [0024] 본 발명의 일 양태에서, 상기 단계(a)에서 마이크로파는, 출력세기가 80 W 내지 100 W인 경우 5분 이상, 10분 이상, 30분 이상, 60분 이상, 90분 이상, 120분 이상, 180분 이상, 240분 이상, 약 360분 정도 마이크로파를 조사하는 경우 차후 수득되는 폴리이미드 필름의 인장강도의 향상효과가 나타날 수 있다.
- [0025] 본 발명의 일 양태에서, 상기 단계(a)에서 마이크로파는, 출력세기가 100 W 내지 200 W인 경우에는, 30초 내지

60분 정도 마이크로파를 조사하는 경우 차후 수득되는 폴리이미드 필름의 인장강도의 향상효과가 나타날 수 있다.

- [0026] 본 발명의 일 양태에서, 상기 단계(a)에서 마이크로파는, 출력세기가 200 W 내지 240 W인 경우에는, 1분 내지 30분, 1분 내지 4분 정도 마이크로파를 조사하는 경우 차후 수득되는 폴리이미드 필름의 인장강도의 향상효과가 나타날 수 있다.
- [0027] 본 발명의 일 양태에서, 상기 단계(a)에서 마이크로파는, 출력세기가 240 W 내지 400 W인 경우에는, 10초 내지 2분, 30초 내지 1분 정도 마이크로파를 조사하는 경우 차후 수득되는 폴리이미드 필름의 인장강도의 향상효과가 나타날 수 있다. 예를 들어 400 W로 2분 이상 마이크로파를 조사하는 경우 부분적으로 침전이 생기게 되어 필름의 제조가 불가능해질 수 있다.
- [0028] 본 발명의 일 양태에서, 상기 단계(a)에서 마이크로파는 240 W로 1분 내지 4분, 보다 구체적으로 240 W로 약 2분간 조사될 수 있다. 240 W로 약 2분간 마이크로파를 인가하였을 때, 수득되는 폴리이미드 필름의 인장강도가 가장 높은 것으로 나타났다.
- [0030] 본 발명의 일 양태에서, 상기 단계(a) 및 (b)를 거쳐 제조된 폴리이미드 필름은, 단계(a), 즉 마이크로파의 조사단계를 거치지 않고 제조된 폴리이미드 필름에 비하여 인장강도가 10% 이상, 보다 구체적으로 20% 이상 향상될 수 있다.
- [0031] 본 발명의 일 양태에서, 인장강도가 120 MPa 이상인, 폴리이미드 필름이 제조될 수 있으며, 보다 구체적으로 인장강도가 125 MPa 이상, 130 MPa 이상, 135 MPa 이상인 폴리이미드 필름이 제조될 수 있다.
- [0033] 본 발명의 일 양태에서, 폴리아믹산 용액은, 다이안하이드라이드와 다이아민을 용매에 넣고 교반하여 제조될 수 있다.
- [0034] 본 발명의 일 양태에서 상기 다이안하이드라이드는 방향족 또는 지방족 다이안하이드라이드일 수 있고, 다이아민은 방향족 또는 지방족 다이아민일 수 있으며, 사용가능한 다이안하이드라이드 및 다이아민의 비한정적 예시는 선행특허(한국특허공개 제2016-0105378호, 한국등록특허 1,728,833호, 한국등록특허 제1,728,823호, 한국등록특허 제1,728,830호, 한국공개특허 제2016-0147697호, 한국등록특허 제1,725,739호, 한국공개특허 제2017-0014422호, 한국공개특허 제2016-0094660호, 한국등록특허 제1,714,980호, 한국등록특허 제1,709,378호, 한국등록특허 제1,692,137호, 한국등록특허 제1,692,133호, 한국등록특허 제1,654,431호, 한국등록특허 제1,654,425호, 한국등록특허 제1,548,877호 등)에 개시된 바를 참조하여 적절히 선택하여 적용이 가능하다.
- [0036] 본 발명의 일 양태에서, 폴리이미드 필름은 다음과 같은 방법으로 제조될 수 있다.
- [0037] 예를 들어 비활성 기체로 치환한 플라스크에 용매를 넣고 다이안하이드라이드 및 다이아민을 넣은 후 반응시켜 폴리아믹산 용액을 합성하고, 폴리아믹산 용액을 기관 상에 캐스팅한 후 특정 출력세기의 마이크로파를 조사한 후, 마이크로파 조사 처리된 폴리아믹산 용액을 열적 이미드화 공정으로 진공 오븐에서 각각 50℃, 100℃, 150℃에서 30분 내지 2시간, 보다 구체적으로 약 1시간 동안 진행하고, 250℃에서 1시간 내지 3시간, 보다 구체적으로 약 2시간 동안 이미드화를 진행하여 폴리이미드 필름을 제조할 수 있다.
- [0039] 본 발명의 방법에 따라 제조된 폴리이미드 필름은 폴리이미드 필름으로 활용하거나, 고내열성 엔지니어링 플라스틱, 접착제, 테이프, 섬유, 액정 배향막, 층간 절연체, 코팅막 수지, 인쇄회로 기판 및 플렉서블 디스플레이 기판으로 활용이 가능하다.
- [0041] 한편, 본 발명의 일실시예에서, 제조된 폴리이미드 필름을 용융 가공, 중공 가공, 캘린더 가공을 포함하는 필름 가공; 캐스팅, 적층법, 압축 성형, 사출 성형, 중공 성형, 회전 성형, 열 성형 및 슬러시 성형을 포함하는 성형품 가공; 및 습식 방사, 건식 방사 및 용융 방사를 포함하는 섬유 가공;으로 이루어지는 군에서 선택되는 1종 이상의 가공 방법으로 가공하여 폴리이미드 성형품을 제조할 수 있다.

[0043] 또한, 본 발명의 일실시예에 따라 제조된 폴리이미드 성형품은 고내열성 엔지니어링 플라스틱, 접착제, 테이프, 섬유, 액정 배향막, 층간 절연체, 코팅막 수지, 인쇄회로 기판, 이차전지용 전극 바인더 또는 플렉서블 디스플레이 기판 용도로 다양하게 활용이 가능하다.

[0044] 본 발명에 따라 제조된 폴리이미드 성형품은 우주, 항공, 전기/전자, 반도체, 투명/유연 디스플레이, 액정 배향막, 자동차, 정밀기기, 패키징, 의료용 소재, 분리막, 연료전지 및 2차전지 등 광범위한 산업분야에 이용 가치가 높다.

[0046] 이하, 본 발명의 실시예 및 비교예를 통해 본 발명을 보다 상세히 설명한다. 다만, 하기 실시예 및 비교예는 본 발명의 이해를 돕기 위한 것이지 본 발명의 권리범위를 이로 한정하는 것을 의도하지 않는다.

[0048] 실시예 1: MW-80 W 처리 후 폴리이미드 필름 제조

[0049] 질소 가스로 치환한 100-mL 2구 둥근바닥 플라스크에 N-메틸-2-피롤리돈(NMP) 36.5 mL을 넣고 피로멜리틱 디안하이드라이드 2.18g (0.01mol)과 4,4'-옥시디아닐린 2.00g (0.01mol)을 넣은 후 상온에서 24시간 반응시켜 폴리아믹산 용액을 합성하였다. 다음으로 상기 폴리아믹산 용액을 유리 기판 위에 올려놓고, 출력 세기 80W로 마이크로파를 3시간 동안 조사하였다.

[0050] 상기 마이크로파 조사된 폴리아믹산 용액을 열적 이미드화 공정으로 진공 오븐에서 각각 50℃, 100℃, 150℃에서 1시간 진행한 후, 250℃에서 2시간으로 이미드화를 진행하여 폴리이미드 필름을 제작하였다.

[0051] 상기 제작된 폴리이미드 필름을 만능인장시험기를 이용하여 인장강도를 측정하였고, 130 MPa의 결과를 얻었다.

[0053] 실시예 2: MW-240 W 처리 후 폴리이미드 필름 제조

[0054] 질소 가스로 치환한 100-mL 2구 둥근바닥 플라스크에 N-메틸-2-피롤리돈(NMP) 36.5 mL을 넣고 피로멜리틱 디안하이드라이드 2.18g (0.01mol)과 4,4'-옥시디아닐린 2.00g (0.01mol)을 넣은 후 상온에서 24시간 반응시켜 폴리아믹산 용액을 합성하였다. 다음으로 상기 폴리아믹산 용액을 유리 기판 위에 올려놓고, 출력 세기 240W로 마이크로파를 2분 동안 조사하였다.

[0055] 상기 마이크로파 조사된 폴리아믹산 용액을 열적 이미드화 공정으로 진공 오븐에서 각각 50℃, 100℃, 150℃에서 1시간 진행한 후, 250℃에서 2시간으로 이미드화를 진행하여 폴리이미드 필름을 제작하였다.

[0056] 상기 제작된 폴리이미드 필름을 만능인장시험기를 이용하여 인장강도를 측정하였고, 138 MPa의 결과를 얻었다.

[0058] 실시예 3: MW-240 W 처리 후 폴리이미드 필름 제조

[0059] 질소 가스로 치환한 100-mL 2구 둥근바닥 플라스크에 N-메틸-2-피롤리돈(NMP) 36.5 mL을 넣고 피로멜리틱 디안하이드라이드 2.18g (0.01mol)과 4,4'-옥시디아닐린 2.00g (0.01mol)을 넣은 후 상온에서 24시간 반응시켜 폴리아믹산 용액을 합성하였다. 다음으로 상기 폴리아믹산 용액을 유리 기판 위에 올려놓고, 출력 세기 240W로 마이크로파를 3분 동안 조사하였다.

[0060] 상기 마이크로파 조사된 폴리아믹산 용액을 열적 이미드화 공정으로 진공 오븐에서 각각 50℃, 100℃, 150℃에서 1시간 진행한 후, 250℃에서 2시간으로 이미드화를 진행하여 폴리이미드 필름을 제작하였다.

[0061] 상기 제작된 폴리이미드 필름을 만능인장시험기를 이용하여 인장강도를 측정하였고, 132 MPa의 결과를 얻었다.

[0063] 실시예 4: MW-400 W 처리 후 폴리이미드 필름 제조

[0064] 질소 가스로 치환한 100-mL 2구 둥근바닥 플라스크에 N-메틸-2-피롤리돈(NMP) 36.5 mL을 넣고 피로멜리틱 디안하이드라이드 2.18g (0.01mol)과 4,4'-옥시디아닐린 2.00g (0.01mol)을 넣은 후 상온에서 24시간 반응시켜

폴리아믹산 용액을 합성하였다. 다음으로 상기 폴리아믹산 용액을 유리 기판 위에 올려놓고, 출력 세기 400W로 마이크로파를 1분 동안 조사하였다.

[0065] 상기 마이크로파 조사된 폴리아믹산 용액을 열적 이미드화 공정으로 진공 오븐에서 각각 50℃, 100℃, 150℃에서 1시간 진행한 후, 250℃에서 2시간으로 이미드화를 진행하여 폴리이미드 필름을 제작하였다. 상기 제작된 폴리이미드 필름을 만능인장시험기를 이용하여 인장강도를 측정하였고, 125 MPa의 결과를 얻었다.

[0068] ***비교예 1: 폴리이미드의 필름 제조**

[0069] 질소 가스로 치환한 100-mL 2구 둥근바닥 플라스크에 N-메틸-2-피롤리돈(NMP) 36.5 mL을 넣고 피로멜리틱 디안하이드라이드 2.18g (0.01mol)과 4,4'-옥시디아닐린 2.00g (0.01mol)을 넣은 후 상온에서 24시간 반응시켜 폴리아믹산 용액을 합성하였다.

[0070] 다음으로 상기 폴리아믹산 용액을 유리 기판 위에 올려놓고, 열적 이미드화 공정으로 진공 오븐에서 각각 50℃, 100℃, 150℃에서 1시간 진행한 후, 250℃에서 2시간으로 이미드화를 진행하여 폴리이미드 필름을 제작하였다.

[0071] 상기 제작된 폴리이미드 필름을 만능인장시험기를 이용하여 인장강도를 측정하였고, 114 MPa의 결과를 얻었다.

[0073] **비교예 2: MW-240 W 처리 후 폴리이미드 필름 제조**

[0074] 질소 가스로 치환한 100-mL 2구 둥근바닥 플라스크에 N-메틸-2-피롤리돈(NMP) 36.5 mL을 넣고 피로멜리틱 디안하이드라이드 2.18g (0.01mol)과 4,4'-옥시디아닐린 2.00g (0.01mol)을 넣은 후 상온에서 24시간 반응시켜 폴리아믹산 용액을 합성하였다. 다음으로 상기 폴리아믹산 용액을 유리 기판 위에 올려놓고, 출력 세기 240W로 마이크로파를 4분 동안 조사하였다.

[0075] 상기 마이크로파 조사된 폴리아믹산 용액은 부분적으로 침전이 생겨서 필름을 제조할 수 없었다.

[0077] **비교예 3: MW-400 W 처리 후 폴리이미드 필름 제조**

[0078] 질소 가스로 치환한 100-mL 2구 둥근바닥 플라스크에 N-메틸-2-피롤리돈(NMP) 36.5 mL을 넣고 피로멜리틱 디안하이드라이드 2.18g (0.01mol)과 4,4'-옥시디아닐린 2.00g (0.01mol)을 넣은 후 상온에서 24시간 반응시켜 폴리아믹산 용액을 합성하였다. 다음으로 상기 폴리아믹산 용액을 유리 기판 위에 올려놓고, 출력 세기 400W로 마이크로파를 2분 동안 조사하였다.

[0079] 상기 마이크로파 조사된 폴리아믹산 용액은 부분적으로 침전이 생겨서 필름을 제조할 수 없었다.

[0081] **비교예 4: MW-600 W 처리 후 폴리이미드 필름 제조**

[0082] 질소 가스로 치환한 100-mL 2구 둥근바닥 플라스크에 N-메틸-2-피롤리돈(NMP) 36.5 mL을 넣고 피로멜리틱 디안하이드라이드 2.18g (0.01mol)과 4,4'-옥시디아닐린 2.00g (0.01mol)을 넣은 후 상온에서 24시간 반응시켜 폴리아믹산 용액을 합성하였다. 다음으로 상기 폴리아믹산 용액을 유리 기판 위에 올려놓고, 출력 세기 600W로 마이크로파를 1분 동안 조사하였다.

[0083] 상기 마이크로파 조사된 폴리아믹산 용액은 부분적으로 침전이 생겨서 필름을 제조할 수 없었다.

[0085] **< 마이크로파 처리 조건에 따른 상태변화 실험 >**

[0086] 마이크로파 처리 조건을 달리하여 폴리아믹산 용액의 상태의 변화를 관찰해 보았다. 그 결과는 다음 표에 나타낸 바와 같다.

표 1

	실시예1	실시예2	실시예3	실시예4	비교예1	비교예2	비교예3	비교예4
마이크로파전력세기	80W	240W	240W	400W	-	240W	400W	600W
마이크로파조사시간	3시간	2분	3분	1분	-	4분	2분	1분
마이크로파조사후 용액상태	용액	용액	용액	용액	용액	부분 침전	부분 침전	부분 침전
폴리이미드필름의 인 장강도(MPa)	130	138	132	125	114	-	-	-

상기 표 1에서 실시한 인장강도는 표점거리 3 cm와 변형률 속도 2 cm/min 으로 측정하였으며, 시편은 길이 6 cm, 폭 0.5 cm를 이용하였다.

상기 표 1에서 확인할 수 있듯이 실시예 1 내지 4에서는 마이크로파를 조사 후, 열적 이미드화를 진행하여 폴리이미드 필름을 제작하였을 경우, 마이크로파 조사를 하지 않고 열적 이미드화를 진행하여 폴리이미드 필름을 얻은 비교예 1 과 비교하였을 때 약 20%의 인장강도가 증가함을 알 수 있다.

또한 비교예 2 내지 4를 통해 마이크로파를 조사 시, 적절한 출력과 조사 시간이 수행되어야만 폴리이미드 필름을 제작할 수 있음을 알 수 있다.

명세서 전체에 걸쳐 다수의 논문 및/또는 특허문헌이 참조되고 그 인용이 표시되어 있다. 인용된 논문 및/또는 특허문헌의 개시 내용은 그 전체로서 본 명세서에 참조로 삽입되어 본 발명이 속하는 기술 분야의 수준 및 본 발명의 내용이 보다 명확하게 설명된다.

도면

도면1

