



(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2015년06월16일  
(11) 등록번호 10-1527178  
(24) 등록일자 2015년06월02일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
D06M 17/00 (2006.01) D06M 15/564 (2006.01)  
D06M 15/59 (2006.01) D06M 15/643 (2006.01)  
(21) 출원번호 10-2013-0111768  
(22) 출원일자 2013년09월17일  
심사청구일자 2013년09월17일  
(65) 공개번호 10-2015-0031929  
(43) 공개일자 2015년03월25일  
(56) 선행기술조사문헌  
KR1020100115837 A\*  
KR101309074 B1  
KR101210433 B1  
\*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자  
국립대학법인 울산과학기술대학교 산학협력단  
울산광역시 울주군 언양읍 유니스트길 50  
(72) 발명자  
조윤경  
울산 울주군 범서읍 대리로 15-17, 703동 305호  
(우미린2차아파트)  
이원석  
인천 부평구 영성동로18번길 20, 204동 1404호 (삼산동, 서해그랑블)  
비자야썬카라  
울산 울주군 언양읍 유니스트길 50, 402-202 (울산과학기술대학교)  
(74) 대리인  
특허법인태백

전체 청구항 수 : 총 11 항

심사관 : 이근완

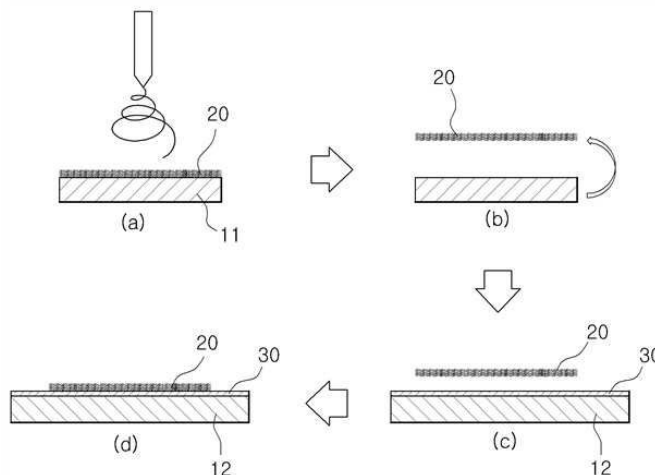
(54) 발명의 명칭 나노섬유 박막층 제조방법

(57) 요약

본 발명은, 나노섬유시트를 제조하는 단계, 기관의 상면에 고분자층을 형성하는 단계, 고분자층을 프리 큐어링(Pre-curing)하는 단계, 고분자층의 상면에 상기 나노섬유시트를 접착하는 단계 및 고분자층과 나노섬유시트가 서로 고정되도록 메인 큐어링(Main-curing)하는 단계를 포함하는 나노섬유 박막층 제조방법을 제공한다.

따라서 얇은 고분자층을 접착수단(접착층)으로 이용하여 원하는 타겟(Target)기관에 안정적으로 나노섬유시트를 집적시킬 수 있기 때문에, 용액 내에서 불안정해지는 것을 방지할 수 있으며, 쉽게 부서지거나 찢어지는 것을 방지하여 용이하게 디바이스 단계로 적용할 수 있다.

대표도 - 도2



이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 2013R1A2A2A05004314  
 부처명 미래창조과학부  
 연구관리전문기관 한국연구재단  
 연구사업명 후속연구지원(개인)  
 연구과제명 혈액으로부터 병원균 유전자 검출 전과정이 일체화된 Lab-on-a-disc 개발  
 기여율 1/2  
 주관기관 국립대학법인 울산과학기술대학교 산학협력단  
 연구기간 2013.05.01 ~ 2014.04.30

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 A121994  
 부처명 보건복지부  
 연구관리전문기관 한국보건산업진흥원  
 연구사업명 보건의료연구개발사업  
 연구과제명 암조기 진단을 위한 혈액순환종양세포 기반 분자진단 칩 개발  
 기여율 1/2  
 주관기관 국립대학법인 울산과학기술대학교 산학협력단  
 연구기간 2012.12.01 ~ 2013.10.31

---

## 명세서

### 청구범위

#### 청구항 1

나노섬유시트를 제조하는 단계;

실리콘 기판의 상면에 고분자층을 형성하는 단계;

상기 고분자층을 60℃ 내지 70℃에서 5분 내지 30분 동안 경화시켜 프리 큐어링(Pre-curing)하는 단계;

상기 고분자층의 상면에 상기 나노섬유시트를 접착하는 단계; 및

상기 고분자층과 상기 나노섬유시트가 서로 고정되도록 메인 큐어링(Main-curing)하는 단계를 포함하고,

상기 고분자층의 상면에 상기 나노섬유시트를 접착하는 단계는,

전기방사로 제작되는 나노섬유를 상기 실리콘 기판 상의 상기 고분자층의 상면에 전사하여 수행하는 나노섬유 박막층 제조방법.

#### 청구항 2

청구항 1에 있어서,

상기 고분자층은,

고분자용액과 경화제를 혼합하고, 상기 고분자용액과 상기 경화제가 혼합된 혼합액을 상기 기판의 상면에 스핀 코팅하여 형성하는 나노섬유 박막층 제조방법.

#### 청구항 3

청구항 2에 있어서,

상기 혼합액은, 상기 기판에 스핀 코팅 하기 전에 데시케이터 챔버 내에 일정 시간동안 보관하는 나노섬유 박막층 제조방법.

#### 청구항 4

청구항 2에 있어서,

상기 혼합액은,

상기 고분자용액과 상기 경화제를 10 : 1의 중량비로 혼합하는 나노섬유 박막층 제조방법.

#### 청구항 5

청구항 2에 있어서,

상기 고분자용액은,

PDMS(Polydimethylsiloxane)용액, 폴리이미드(Polyimide)용액 및 폴리카보네이트(Polycarbonate), 폴리우레테인(Polyurethane)용액 중 선택된 어느 하나 또는 어느 하나 이상의 용액을 혼합한 나노섬유 박막층 제조방법.

**청구항 6**

청구항 2에 있어서,  
상기 고분자층은,  
상기 기관의 상면에 1000rpm 내지 6000rpm으로 10초 내지 180초 동안 스핀 코팅하는 나노섬유 박막층 제조방법.

**청구항 7**

청구항 2 내지 청구항 6중 어느 한 항에 있어서,  
상기 고분자층은 5 $\mu$ m 내지 100 $\mu$ m의 두께로 형성되는 나노섬유 박막층 제조방법.

**청구항 8**

삭제

**청구항 9**

청구항 1에 있어서,  
상기 고분자층을 프리 큐어링(Pre-curing)하는 단계는,  
상기 고분자층을 9분 내지 11분 동안 경화하는 나노섬유 박막층 제조방법.

**청구항 10**

삭제

**청구항 11**

청구항 1에 있어서,  
상기 고분자층과 상기 나노섬유시트가 서로 고정되도록 메인 큐어링(Main-curing)하는 단계는,  
상기 고분자층과 상기 나노섬유시트를 60 $^{\circ}$ C 내지 70 $^{\circ}$ C에서 210분 내지 270분 동안 경화하는 나노섬유 박막층 제조방법.

**청구항 12**

청구항 1에 있어서,  
상기 고분자층과 상기 나노섬유시트가 서로 고정되도록 메인 큐어링(Main-curing)하는 단계는,  
상기 고분자층과 상기 나노섬유시트를 75 $^{\circ}$ C 내지 85 $^{\circ}$ C에서 30분 내지 90분 동안 경화하는 나노섬유 박막층 제조방법.

**청구항 13**

청구항 1에 있어서,  
상기 나노섬유는,  
고분자 나노섬유, 반도체 나노섬유 및 탄소 나노섬유 중 선택된 어느 하나인 나노섬유 박막층 제조방법

**발명의 설명**

**기술 분야**

[0001] 본 발명은 나노섬유 박막층 제조방법에 관한 것으로서, 보다 상세하게는 나노섬유시트를 원하는 기판에 용이하게 집적시킬 수 있는 나노섬유 박막층 제조방법에 관한 것이다.

**배경 기술**

[0002] 일반적으로 전기방사(Electrospinning)방법으로 제작되는 나노섬유(Nanofiber)들은 높은 표면적(High surface area)을 갖고 있으며, 그 구조형태가 덩굴모양으로 되어 있기 때문에 필터용이나 코팅재로 이용하거나, 바이오 어플리케이션(Bioapplication)으로 가령 면역검사(Immunoassay), 세포획(Cell capture), 멤브레인(Membrane), 조직공학용 스캐폴드(Scaffold for Tissue Engineering) 등 그 적용범위 또한 확대되고 있다. 여기서, 상기한 전기방사를 이용한 나노섬유의 제조기술에 대하여 대한민국공개특허 제10-2012-0117912호에는 전기방사 장치 및 이로부터 제조된 나노섬유가 개시된 바 있다.

[0003] 그런데, 상기한 나노섬유들은 시트(Mats; sheet)형태로 제작되어지는데, 고분자 나노섬유(Polymer nanofiber)의 경우에는 실타래처럼 쉽게 풀리는 단점이 있고, 반도체(Semiconductor; ZnO, TiO<sub>2</sub> 등)나 탄소 나노섬유(Carbon nanofiber)의 경우에는 쉽게 부서지거나(Brittle), 용액 내에서 쉽게 찢어지는 특성으로 인하여, 상기한 장점에도 불구하고, 이러한 나노섬유들을 다양한 디바이스 플랫폼(Device platform)에 쉽게 집적시킬 수가 없기 때문에, 특히 바이오관련 다양한 응용 분야에 적용하기 어려운 문제점이 있다.

**발명의 내용**

**해결하려는 과제**

[0004] 본 발명은, 전기방사로 제작되는 나노섬유시트를 원하는 기판에 쉽게 집적시킬 수 있는 나노섬유 박막층 제조방법을 제공하는데 목적이 있다.

**과제의 해결 수단**

[0005] 본 발명은, 나노섬유시트를 제조하는 단계; 기판의 상면에 고분자층을 형성하는 단계; 상기 고분자층을 프리 큐어링(Pre-curing)하는 단계; 상기 고분자층의 상면에 상기 나노섬유시트를 접착하는 단계; 및 상기 고분자층과 상기 나노섬유시트가 서로 고정되도록 메인 큐어링(Main-curing)하는 단계를 포함하는 나노섬유 박막층 제조방법을 제공한다.

[0006] 여기서, 상기 고분자층은, 고분자용액과 경화제를 혼합하고, 상기 고분자용액과 상기 경화제가 혼합된 혼합액을 상기 기판의 상면에 스핀 코팅하여 형성할 수 있으며, 이때 상기 혼합액은, 상기 기판에 스핀 코팅하기 전에 기포(Bubble)를 없애기 위해 데시케이터 챔버 내에서 진공상태로 일정 시간동안 보관하는 것이 바람직하다. 한편, 상기 혼합액은, 상기 고분자용액과 상기 경화제(curing agent)를 10 : 1의 중량비로 혼합하는 것이 바람직하며, 상기 고분자용액은, PDMS(Polydimethylsiloxane)용액, 폴리이미드(Polyimide)용액 및 폴리카보네이트(Polycarbonate)용액 중 선택된 어느 하나 또는 어느 하나 이상의 용액을 혼합할 수 있다.

[0007] 또한, 상기 고분자층은, 상기 기판의 상면에 1000rpm 내지 6000rpm으로 10초 내지 180초 동안 스핀 코팅할 수 있으며, 상기 고분자층은 약 5 $\mu$ m 내지 100 $\mu$ m의 두께로 형성될 수 있다.

[0008] 또한, 상기 고분자층을 프리 큐어링(Pre-curing)하는 단계는, 상기 고분자층을 60 $^{\circ}$ C 내지 70 $^{\circ}$ C에서 5분 내지 30분 동안 경화하거나, 상기 고분자층을 9분 내지 11분 동안 경화할 수 있다.

[0009] 또한, 상기 고분자층의 상면에 상기 나노섬유시트를 접착하는 단계는, 상기 고분자층의 상면에 나노섬유를 전사하여 상기 고분자층과 접합하도록 할 수 있다.

[0010] 또한, 상기 고분자층과 상기 나노섬유시트가 서로 고정되도록 메인 큐어링(Main-curing)하는 단계는, 상기 고분

자층과 상기 나노섬유시트를 60℃ 내지 70℃에서 210분 내지 270분 동안 경화하거나, 상기 고분자층과 상기 나노섬유시트를 75℃ 내지 85℃에서 30분 내지 90분 동안 경화하는 것이 바람직하다.

[0011] 또한, 상기 나노섬유는, 고분자 나노섬유, 반도체 나노섬유 및 탄소나노섬유 등 다양하게 적용될 수 있다.

**발명의 효과**

[0012] 본 발명에 따른 나노섬유 박막층 제조방법은 다음과 같은 효과를 제공한다.

[0013] 첫째, PDMS 얇은 고분자필름을 접착수단(접착층)으로 이용하여 원하는 타겟(Target) 기관에 안정적으로 나노섬유시트를 집적시킬 수 있기 때문에, 용액 내에서 불안정해지는 것을 방지할 수 있으며, 쉽게 부서지거나 찢어지는 것을 방지하여 용이하게 디바이스 단계로 적용할 수 있다.

[0014] 둘째, 기존의 나노섬유시트의 적용한계를 극복하여, 다양한 어플리케이션 즉, 바이오 분야에서는 태아 세포 포획(Rare cell capture), 세포검출(Cell detection), 면역검사(Immunoassay), 조직 공학(Tissue Engineering) 등으로 쉽게 적용이 가능하며, 무기물(Inorganic)재료에 경우에는 광학, 바이오센서(Biosensor), 솔라셀(Solar cell), LED, 가스센서(Gas sensor), UV센서 등을 포함하는 전자분야로도 폭넓게 응용할 수 있다.

**도면의 간단한 설명**

[0015] 도 1은 본 발명의 실시예에 따른 나노섬유 박막층 제조방법을 나타내는 절차도이다.

도 2는 도 1의 나노섬유 박막층 제조방법을 개략적으로 나타낸 구성도이다.

도 3은 도 1의 나노섬유 박막층 제조방법을 통하여 제조된 나노섬유 박막층이 기관에 접합되어 있는 상태를 나타낸 SEM사진이다.

도 4 및 도 5는 도 1의 나노섬유 박막층 제조방법에서 경화시간에 따른 나노섬유와 고분자필름간의 결합상태를 나타낸 SEM사진이다.

**발명을 실시하기 위한 구체적인 내용**

[0016] 이하 첨부된 도면을 참조하면서 본 발명에 따른 바람직한 실시예를 상세히 설명하기로 한다.

[0017] 먼저, 도 1을 참조하면, 본 발명의 실시예에 따른 나노섬유 박막층 제조방법은, 나노섬유시트를 제조하는 단계(S10)와, 기관의 상면에 고분자층을 형성하는 단계(S20)와, 상기 고분자층을 프리 큐어링(Pre-curing)하는 단계(S30)와, 상기 고분자층의 상면에 상기 나노섬유시트를 접착하는 단계(S40)와, 상기 고분자층과 상기 나노섬유시트가 서로 고정되도록 메인 큐어링(Main-curing)하는 단계(S50)를 포함한다.

[0018] 상기 나노섬유시트 제조는(S10), 전기방사를 통하여 제조되며, 이러한 전기방사를 이용한 나노섬유시트 제조방법은 공지의 전기장을 이용하여 나노섬유(Nanofiber)를 뽑아내어 나노섬유시트를 제조하는 방법을 적용할 수 있으며, 이에 대한 상세한 설명은 생략하기로 한다. 상기 나노섬유는, 연성이 좋은 고분자 나노섬유를 포함하여, 잘 부서지는 TiO<sub>2</sub>(타이타늄 다이옥사이드), ZnO 등 다양한 나노섬유를 적용할 수 있다.

[0019] 상기 기관의 상면에 고분자층을 형성하는 단계(S20)는, 먼저, 혼합액을 제조한 뒤 상기 혼합액을 상기 기관의 상면에 스핀 코팅하여 형성한다.

[0020] 여기서, 상기 혼합액은, 고분자용액과 경화제를 10 : 1의 중량비로 혼합하여 제조한다. 이때 상기 고분자용액은 PDMS(Polydimethylsiloxane)용액, 폴리이미드(Polyimide)용액 및 폴리카보네이트(Polycarbonate)용액 등 다양하게 적용 가능하며, 상기 경화제는 상기한 목적을 달성할 수 있다면 공지의 다양한 경화제를 적용할 수 있다.

[0021] 나아가, 상기한 바와 같이 혼합액을 제조한 후에는 상기 혼합액을 상기 기관에 스핀 코팅 하기 전 테시케이터 챔버 내에서 진공상태로 일정시간동안 보관하여 기포를 없애도록 한다.

[0022] 한편, 상기 혼합액을 스핀 코팅하여 고분자층을 제조하는 세부적인 방법은, 상기 혼합액을 기관의 상면에

1000rpm 내지 6000rpm으로 10초 내지 180초 동안 스핀 코팅하여 실시하고, 이때의 상기 고분자층의 두께는 약 5  $\mu\text{m}$  내지 100 $\mu\text{m}$ 의 범위가 되도록 한다.

[0023] 이때, 상기 기판은 실리콘기판(Silicon substrate)을 비롯하여, 폴리머기판(Polymer substrate), 유리기판(Glass substrate) 등 집적하고자하는 디바이스 기판 어느 것이든 다양하게 적용할 수 있다.

[0024] 상기 고분자층을 프리 큐어링(Pre-curing)하는 단계(S30)는, 상기한 상태에서 상기 고분자층을 오븐에서 60 $^{\circ}\text{C}$  내지 70 $^{\circ}\text{C}$ 에서 5분 내지 30분 동안 경화하여 이루어지며, 바람직하게는 상기 고분자층을 9분 내지 11분 동안 경화하는 것이 바람직하다.

[0025] 상기 고분자층의 상면에 상기 나노섬유시트를 접착하는 단계(S40)는, 상기한 프리 큐어링(Pre-curing)단계를 통하여 경화된 상기 고분자층의 상면에 전기방사로 제작된 상기 나노섬유시트를 전사하여 접착시킨다. 여기서, '전사'에 간략히 설명하면 다음과 같다. 즉, 전기방사로 제작되는 나노섬유(도 2에서 20)는 Si 기판(Si substrate; 11) 상에 제작되고, 제작된 나노섬유를 Si 기판(11)에서 타겟(target)인 실리콘 기판(12)으로 옮기는 것을 '전사'라 한다.

[0026] 이때, 상기 나노섬유는 고분자 나노섬유, 반도체 나노섬유 및 탄소나노섬유등 다양하게 적용될 수 있다.

[0027] 이렇게, 상기 고분자층에 상기 나노섬유시트가 접합된 후에는, 상기 고분자층과 상기 나노섬유시트가 서로 고정되도록 메인 큐어링(Main-curing)하는 단계(S50)를 거친다.

[0028] 상기 고분자층과 나노섬유시트층을 메인 큐어링 하는 과정은, 60 $^{\circ}\text{C}$  내지 70 $^{\circ}\text{C}$ 에서 210분 내지 270분 동안 경화하여 이루어질 수 있다.

[0029] 또 다른 방법으로, 상기 고분자층과 나노섬유시트층을 75 $^{\circ}\text{C}$  내지 85 $^{\circ}\text{C}$ 에서 30분 내지 90분 동안 경화하여, 상기한 방법에 비하여 보다 높은 온도에서 짧은 시간으로 경화를 수행할 수도 있다.

[0030] 상기한 바에 따라, 나노섬유 박막층 제조방법은, 나노섬유시트를 고분자층을 접착층으로 이용하여 기판에 안정적으로 집적함으로써, 기존의 나노섬유들이 생물학적 검사(Bioassay)를 수행하는 동안 용액 내에서 불안정하거나, 특히 쉽게 부서지고 찢어지기 때문에 쉽게 디바이스 단계로 적용하기 어려웠던 한계를 극복할 수 있으며, 이는 바이오분야, 광학분야, 전자분야 등 다양한 어플리케이션으로도 폭넓게 응용 가능하다.

[0031] 이하, 상기한 나노섬유 박막층 제조방법의 세부적인 실시예를 도 2를 참조하여 살펴보기로 한다.

[0032] (실시예)

[0033] 우선, Si 기판(Si substrate; 11)에 TiO<sub>2</sub> 나노섬유를 전기방사(Electrospun)하여 TiO<sub>2</sub> 나노섬유시트(20) 형태로 만든 후(a), Si 기판(11)으로부터 분리하여 TiO<sub>2</sub> 나노섬유시트(20)를 제조한다.

[0034] PDMS 프리폴리머(PDMS prepolymer)용액과 경화제(Curing agent)용액을 10:1의 중량비율로 섞은 후에, 기포(Bubble)을 없애기 위해 데시케이터 챔버 안의 진공상태에 상기한 PDMS 프리폴리머용액과 경화제용액을 혼합한 혼합액을 약 1시간동안 놔둔다.

[0035] 그런 다음, 실리콘 기판(12)에 상기 혼합액을 3000rpm으로 60초 동안 스핀 코팅하여, 두께가 약 20  $\mu\text{m}$ 인 PDMS 필름층(30)을 만든다.

[0036] 이 후, 형성된 PDMS필름층(30)을 65 $^{\circ}\text{C}$ 에서 10분 동안 오븐에서 프리 큐어링(Pre-curing)을 하여 살짝 경화시킴으로써, 졸(Sol)상태를 살짝 굳혀(Solidify) 겔(Gel)상태로 만든다.

[0037] 그런 다음, 상기한 바와 같이 겔 상태로 된 PDMS필름층(30)에 제작된 TiO<sub>2</sub> 나노섬유시트(20)를 접합시키고(c), 65 $^{\circ}\text{C}$ 에서 4시간 또는 80 $^{\circ}\text{C}$ 에서 1시간 동안 완전히 경화시킨다(d).

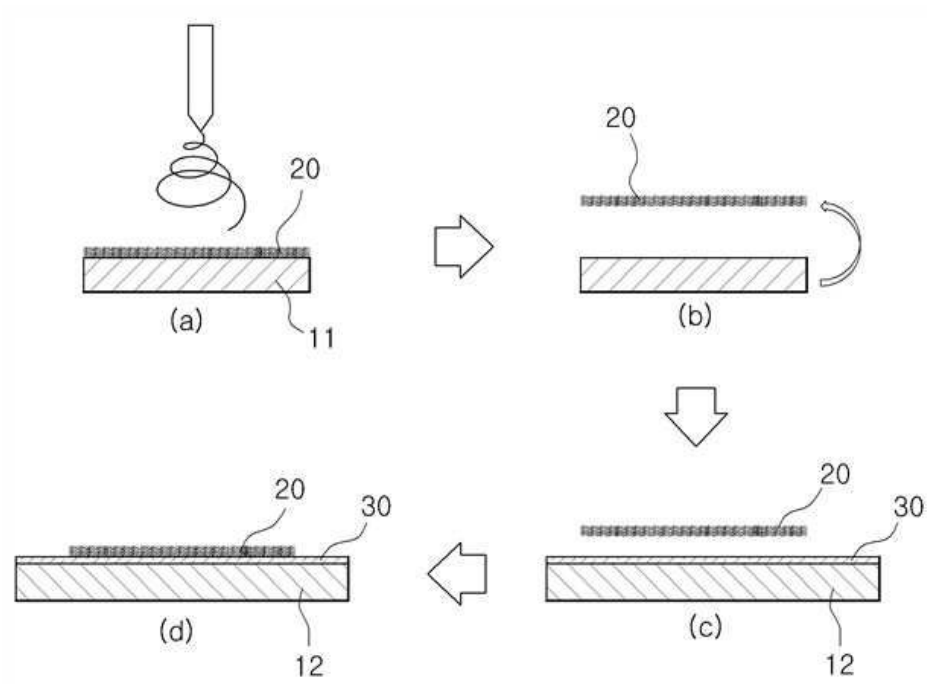
[0038] 한편, 상기 PDMS필름층(30)은, 그 경화정도에 따라 상기 나노섬유시트(20)와의 접합성이 결정되는데, 이에 대하여 살펴보기로 한다.

[0039] 먼저, 도 3은 상기한 방법에 의하여 제조된 나노섬유 박막층을 나타낸 SEM이미지로서, 이를 살펴보면 TiO<sub>2</sub> 나노섬유가 PDMS가 코팅되어 있는 실리콘 기판에 접합되어 잘 고정되어 있음을 확인할 수 있다.

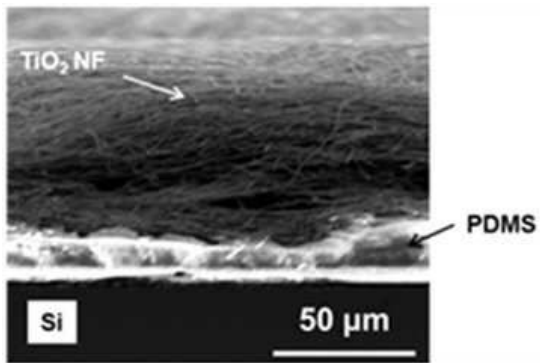
[0040] 반면, 상기 PDMS층의 프리 큐어링 시간을 5분으로 짧게 하게 되면, 도 4에 나타난 바와 같이 기판위에 존재하는 PDMS 내부로 TiO<sub>2</sub> 나노섬유시트가 침투하면서 오히려 최상면이 PDMS로 덮여있는 것을 확인할 수 있다. 이는, 상



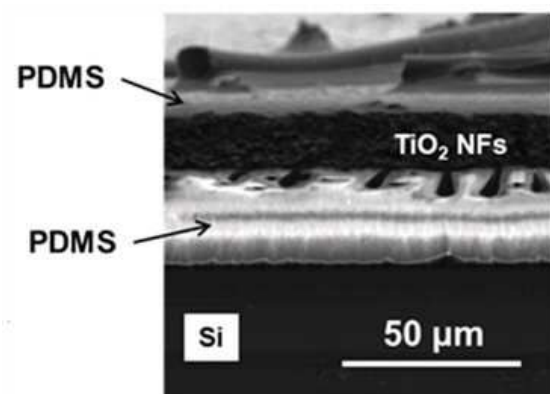
도면2



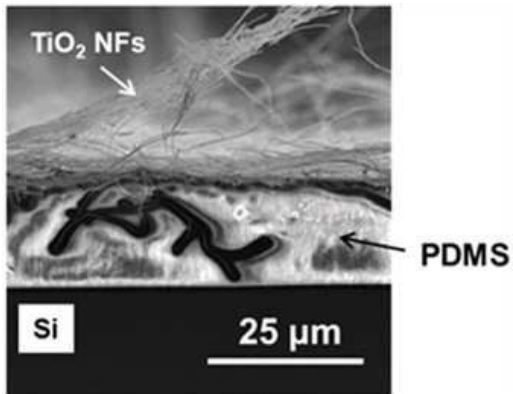
도면3



도면4



도면5



【심사관 직권보정사항】

【직권보정 1】

【보정항목】 명세서

【보정세부항목】 식별번호 [0008]

【변경전】

70℃도

【변경후】

70℃

【직권보정 2】

【보정항목】 명세서

【보정세부항목】 식별번호 [0024]

【변경전】

70℃도

【변경후】

70℃

【직권보정 3】

【보정항목】 명세서

【보정세부항목】 식별번호 [0036]

【변경전】

65도

【변경후】

65℃

【직권보정 4】

【보정항목】 명세서

【보정세부항목】 식별번호 [0037]

【변경전】

65℃에서 4시간 또는 80℃에서

【변경후】

65℃에서 4시간 또는 80℃에서

【직권보정 5】

【보정항목】 청구범위

【보정세부항목】 청구항 1

【변경전】

70℃도

【변경후】

70℃