



등록특허 10-2480029



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2022년12월21일
(11) 등록번호 10-2480029
(24) 등록일자 2022년12월16일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)
G01N 33/544 (2006.01) *G01N 33/52* (2006.01)
- (52) CPC특허분류
G01N 33/544 (2013.01)
G01N 33/523 (2013.01)
- (21) 출원번호 10-2022-0051136(분할)
- (22) 출원일자 2022년04월26일
심사청구일자 2022년04월26일
- (65) 공개번호 10-2022-0058875
- (43) 공개일자 2022년05월10일
- (62) 원출원 특허 10-2019-0176971
원출원일자 2019년12월27일
심사청구일자 2019년12월27일
- (30) 우선권주장
1020180173140 2018년12월28일 대한민국(KR)
- (56) 선행기술조사문헌
ACS Nano, vol.9, pp.2689-2695 (2015) 1부.
(뒷면에 계속)
- 전체 청구항 수 : 총 5 항

- (73) 특허권자
세종대학교산학협력단
서울특별시 광진구 능동로 209 (군자동, 세종대학
교)
- (72) 발명자
허광
서울특별시 송파구 올림픽로 99, 124동 1801호(잠
실동, 잠실엘스아파트)
이용훈
서울특별시 광진구 아차산로 331, 504호(자양동,
경우그린빌)
(뒷면에 계속)
- (74) 대리인
특허법인리처

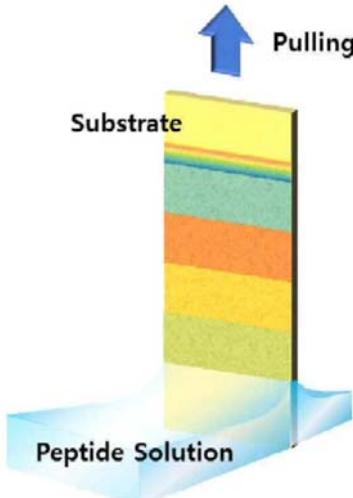
심사관 : 차명훈

(54) 발명의 명칭 자가조립 웨타이드 구조체

(57) 요 약

본 발명은 자가조립성 웨타이드를 포함하는 것으로, 색상 구조체는 다양한 색상을 가질 수 있고, 콜레스테릭 유
사 구조체는 거시적인 생체 유사 구조를 가질 수 있으며, 웨타이드 필름은 높은 결정성을 가질 수 있다.

대 표 도 - 도1



(52) CPC특허분류

G01N 2610/00 (2013.01)

(72) 발명자

곽민지

서울특별시 강서구 강서로 532, 106동 901호(가양동, 동신아파트, 대아아파트)

박인우

서울특별시 중구 다산로36길 109, 3동 1304호(신당동, 현대아파트)

(56) 선행기술조사문현

Nature Communications, vol.7, 13566
(2016.11.18.) 1부.Sensors and Actuators B, vol.282, pp.868-875
(2018.11.27. 온라인 공개) 1부.

KR1020170084510 A

KR1020100060645 A

KR101136504 B1

KR1020140082970 A

KR1020140124582 A

이) 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 1711074171

과제번호 10080633

부처명 과학기술정보통신부

과제관리(전문)기관명 한국산업기술평가관리원

연구사업명 전자정보디바이스산업원천기술개발(R&D)

연구과제명 3nm급 이하 패터닝을 위한 자기제어 유기박막 소재 및 선택적 금속 증착 기술 개발

기여율 1/1

과제수행기관명 한양대학교산학협력단

연구기간 2018.04.01 ~ 2018.12.31

명세서

청구범위

청구항 1

기판 및 기판의 적어도 일면에 위치한 곡선형 웨타이드 와이어를 포함하는 웨타이드 색상 구조체로, 상기 웨타이드는 디페닐알라닌(Diphenylalanine)이고, 상기 구조체는 색상이 상이한 복수개의 영역을 포함하는 것인 구조체.

청구항 2

청구항 1에 있어서, 상기 기판은 Si, SiO₂, 금 박막 및 알루미늄 박막으로 이루어진 군에서 선택된 적어도 하나를 포함하는 것인 구조체.

청구항 3

청구항 1 및 2 중 어느 한 항의 구조체를 포함하는 외부 환경 감지용 센서.

청구항 4

청구항 3에 있어서, 상기 외부 환경은 열, 습도 및 휘발성 화합물로 이루어진 군에서 선택된 적어도 하나인 센서.

청구항 5

청구항 4에 있어서, 상기 휘발성 화합물은 알데하이드인 센서.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 자가조립성 웨타이드를 포함하는 다양한 색상을 갖는 색상 구조체, 거시적인 생체 유사 구조를 갖는 콜레스테릭 유사 구조체 및 결정성을 갖는 웨타이드 필름에 관한 것이다.

배경 기술

[0003] 자연계에서 영감을 받은 물질들, 특히 웨타이드 종류는 자연친화적인 특성과, 작용기의 변화를 통한 다양한 물성을 재현할 수 있다는 점으로 인해 주목받고 있다. 그 중에서도 자가조립 특성을 갖는 웨타이드는 무기물 구조체로는 재현할 수 없는 복잡한 나노구조체로 정밀하게 성장할 수 있다. 또한 자가조립 특성은 바텀 업(bottom-up) 공정의 가능성을 열어주기 때문에 웨타이드 구조체에 보다 더 흥미를 끌게 만든다. 대표적으로 알츠하이머 질병의 β -amyloid를 모티브로 하는 웨타이드인 디페닐알라닌(FF)은 다양한 물성과 자가조립 특성으로 인해 많은 연구가 진행되어 왔다. 이러한 자가조립 특성을 가지는 웨타이드를 활용하여 나노 구조체를 형성하는 연구와, 구조체의 특성을 확인하는 연구, 그리고 구조체를 대면적에 일정한 형태를 갖는 균일한 구조를 형성하는 연구들이 진행되고 있다. 이러한 연구들을 통해 자가조립된 웨타이드 구조체는 에너지 변환 소자 등 다양한 분야에 대한 가능성이 확인되었다. 그러나 기존의 연구들은 소자의 특성을 극대화하기 위해 구조체를 대면적에 균일하게 형성시키는 것에 주력해왔다. 또한 웨타이드를 활용한 센서기술의 개발은 크게 진행되지 않았다.

[0004] 우리는 웨타이드를 대면적에 증착하는 도중, 공정의 조건을 변화시켜 웨타이드로 구성된 육안으로 확인할 수 있

는 다양한 색상이 존재하는 구조를 제작할 수 있었다. 또한 웹타이드 구조체의 화학적인 특성을 활용하여, 유기물, 진공, 열에 의한 반응을 통해 색상이 사라지는 컬러센서를 제작하였다.

[0005] 또한, 자가조립 웹타이드를 사용하여 거시적인 생체 유사 구조를 만든 연구는 아직 발표되지 않았다. 자연계가 만들어내는 구조들은 인공적으로 만들어 낼 수 없는 물성들이 존재하기 때문에, 자연계에서 영감을 받은 물질들이 목표로하는 응용 방향 중 큰 한 출기는 자연계의 구조를 흡내내는 것이다.

[0006] 이에, 우리는 자가조립 웹타이드를 사용하여 거시적인 생체 유사 구조인 콜레스테릭 유사 구조를 제작하였다. 콜레스테릭 유사 구조는 치아, 인공 뼈 등 생체 구조체를 성장시키는 발판으로 활용할 수 있다.

[0007] 또한, 대면적에 웹타이드 구조체를 일정하게 배열시키기 위한 기준의 연구들은 주로 구조체가 기판에 수직한 방향으로 성장시키는 방법이었다. 웹타이드 구조체가 기판과 수평한 방향을 갖는 방식도 존재하나, 구조체가 기판 전면을 덮는 기술은 존재하지 않는다.

[0008] 이에, 우리는 웹타이드 구조체를 기판과 평행한 방향으로 성장시켜 결정성을 갖는 웹타이드 필름을 제작하였다. 결정성을 갖는 웹타이드 필름은 정보 전자 소자의 기판으로써 사용하거나, 생체 구조체를 성장시키는 발판으로써 활용될 수 있다.

선행기술문헌

특허문헌

[0010] (특허문헌 0001) 한국공개특허 2018-0113181호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0011] 본 발명은 본 발명은 자가조립성 웹타이드를 포함하는 다양한 색상을 갖는 색상 구조체, 거시적인 생체 유사 구조를 갖는 콜레스테릭 유사 구조체 및 결정성을 갖는 웹타이드 필름을 제공하는 것을 목적으로 한다.

[0012] 본 발명은 외부 환경 감지용 센서를 제공하는 것을 목적으로 한다.

[0013] 본 발명은 마찰전기 에너지 변환 소자를 제공하는 것을 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

[0015] 1. 기판 및 기판의 적어도 일면에 위치한 곡선형 웹타이드 와이어를 포함하는 웹타이드 색상 구조체로,

[0016] 상기 웹타이드는 디이페닐알라닌(Diphenylalanine)이고,

[0017] 상기 구조체는 색상이 상이한 복수개의 영역을 포함하는 것인 구조체.

[0018] 2. 위 1에 있어서, 상기 기판은 Si, SiO₂, 금 박막 및 알루미늄 박막으로 이루어진 군에서 선택된 적어도 하나를 포함하는 것인 구조체.

[0019] 3. 위 1 및 2 중 어느 한 항의 구조체를 포함하는 외부 환경 감지용 센서.

[0020] 4. 위 2에 있어서, 상기 외부 환경은 열, 습도 및 휘발성 화합물로 이루어진 군에서 선택된 적어도 하나인 센서.

[0021] 5. 위 4에 있어서, 상기 휘발성 화합물은 알데하이드인 센서.

발명의 효과

[0023] 본 발명은 자가조립성 웹타이드를 포함하는 것으로, 색상 구조체는 다양한 색상을 가질 수 있고, 콜레스테릭 유사 구조체는 거시적인 생체 유사 구조를 가질 수 있으며, 웹타이드 필름은 높은 결정성을 가질 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0025]

도 1은 웨타이드 색상 구조체의 제조방법을 모식적으로 나타낸 것이다.

도 2는 콜레스테릭 유사 웨타이드 구조체의 제조방법을 모식적으로 나타낸 것이다.

도 3은 웨타이드 용액에 기판을 침지시킨 후 들어올리는 방법(pulling method)으로 웨타이드 구조체를 기판 표면에 코팅하는 방법 및 그에 따라 형성된 구조체를 모식적으로 나타낸 것이다.

도 4는 웨타이드 용액에 기판을 침지시킨 후 들어올리는 방법으로 웨타이드 구조체를 기판 표면에 형성시에 들어올리는 속도에 따라 다른 색상을 나타내는 구조체 및 그에 사용된 웨타이드 파우더를 나타낸 것이다. 사용된 웨타이드 파우더가 무색이므로, 형성된 구조에 의해서 색상이 발현됨을 알 수 있다.

도 5는 실시예 1-1의 제조조건을 만족하지 못한 경우 생성된 구조체의 표면을 나타낸 OM 이미지(a), SEM 이미지(b), AFM Topography(c), (c)의 빨간선 wire profile(d)이다.

도 6은 실시예 1-1의 제조조건을 만족하여 생성된 구조체의 표면을 나타낸 OM 이미지(a), SEM 이미지(b)이다.

도 7은 구조체의 각 색상 구역이 갖는 구조의 형태 및, 표준 광원(standard illuminant) D line을 각 구역에 입사하였을 때 반사되는 가시광선 영역의 파장 형태를 나타낸 것이다.

도 8은 풀링 속도를 일정하게 제어하여 콜레스테릭 유사 구조로 형성된 웨타이드 구조체의 사진이다.

도 9는 본 발명 웨타이드 색상 구조체가 외부 환경을 감지하는 색변환 센서로서 활용가능함을 보여주는 모식도이다.

도 10은 본 발명 웨타이드 색상 구조체가 글루타르알데하이드와 반응한 후의 색상 변화 및 구조 변화를 나타낸 것이다.

도 11은 화학 반응 전후 XRD 및 RAMAN 데이터 변화를 확인한 그래프이다.

도 12는 본 발명 웨타이드 색상 구조체가 열 반응한 후의 색상 변화 및 구조 변화를 나타낸 것이다.

도 13은 열 반응 전후 XRD 및 RAMAN 데이터 변화를 확인한 그래프이다.

도 14는 결정성을 갖는 대면적 웨타이드 구조체의 형상을 모식적으로 나타낸 것이다.

도 15는 본 발명 웨타이드 색상 구조체가 물과 반응한 전 후의 구조 변화를 나타낸 것이다.

도 16은 결정성을 갖는 웨타이드 구조체의 전자, 원자 및 편광 현미경 사진, 그리고 XRD 분석 결과이다. 이를 통해서 형성된 웨타이드 구조체가 결정성을 갖는 박막임을 확인할 수 있다.

도 17은 공정 조건을 다양하게 변경했을 때의 결정성을 갖는 웨타이드 구조체의 현미경 사진이다.

도 18은 결정성을 갖는 웨타이드 구조체의 마찰전기 에너지 변환능을 나타낸 것이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0026]

이하, 본 발명을 상세히 설명한다.

[0028]

본 발명은 기판 및 기판의 적어도 일면에 위치한 곡선형 웨타이드 와이어를 포함하는 웨타이드 색상 구조체에 관한 것이다.

[0029]

상기 기판은 Si, SiO₂, 금 박막 및 알루미늄 박막으로 이루어진 군에서 선택된 적어도 하나일 수 있으나, 반드시 이에 제한되지 않는다.

[0030]

상기 웨타이드는 다이페닐알라닌일 수 있으나, 곡선형 웨타이드 와이어를 형성하며 자가조립할 수 있는 웨타이드라면 특별히 제한되지 않는다.

[0031]

상기 구조체는 색상이 상이한 복수개의 영역을 포함하는 것일 수 있고, 상기 복수개의 영역은 각 영역에 위치한 곡선형 웨타이드 와이어의 직경, 길이 등의 차이로 인해 구조체가 반사하는 빛의 파장이 상이함에 따라 상이한 색상을 나타내는 것일 수 있다.

[0032]

상기 곡선형 웨타이드 와이어는 웨타이드가 기판의 적어도 일면에서 자가조립되어 형성되는 웨타이드의 3차 구조일 수 있는데, 직선 rod 형태의 구조와는 달리, 기판 상에 위치할 때 와이어의 특성에 맞추어 특정 파장의 빛을 반사함에 따라, 색상을 나타내는 특징이 있다.

- [0033] 상기 곡선형 웨타이드 와이어는 기판의 적어도 일면에 위치하는 것으로서, 기판의 하면, 상면, 측면, 상하면, 상측면, 하측면 또는 상하측면에 위치할 수 있다.
- [0035] 또한, 본 발명은 상기 구조체를 포함하는 외부 환경 감지용 센서에 관한 것이다.
- [0036] 본 발명의 센서는 상술한 구조체가 외부 환경의 변화에 따라 웨타이드 와이어의 구조가 상이하게 변화함으로써, 구조체 자체가 반사하는 빛의 파장이 변화하거나 색상을 잃는 것을 육안으로 관찰할 수 있고, 이로 인해 외부 환경을 감지할 수 있음에 기반한 것이다.
- [0037] 본 발명의 센서가 감지할 수 있는 외부 환경으로서, 열, 습도 및 휘발성 화합물로 이루어진 군에서 선택된 적어도 하나일 수 있으나, 웨타이드 와이어의 구조적 변화를 유도할 수 있는 외부 환경이라면 특별히 제한되지 않는다.
- [0038] 본 발명의 센서가 감지할 수 있는 휘발성 화합물로서, 알데하이드, 에탄올, 이소프로필알코올, 톨루엔, 프로판올 및 펜tan올로 이루어진 군에서 선택된 적어도 하나일 수 있으며, 구체적으로는 알데하이드일 수 있다. 이 역시 웨타이드 와이어의 구조적 변화를 유도할 수 있는 외부 환경이라면 특별히 제한되지 않는다.
- [0040] 또한, 본 발명은 웨타이드 용액에 기판을 침지시킨 후 들어올리는 단계를 포함하는 웨타이드 색상 구조체의 제조방법에 관한 것이다.
- [0041] 상기 기판은 Si, SiO₂, 금 박막 및 알루미늄 박막으로 이루어진 군에서 선택된 적어도 하나일 수 있으나, 반드시 이에 제한되지 않는다.
- [0042] 상기 제조방법은 1,1,1,3,3,3-헥사플루오로-2-프로판올(1,1,1,3,3,3-Hexafluoro-2-propanol)에 웨타이드를 용해시키는 단계를 더 포함할 수 있고, 이러한 경우 웨타이드, 특히 다이페닐알라닌을 효과적으로 용해시킬 수 있는 장점이 있어 용해된 웨타이드의 용액 내 우수한 분산성을 확보할 수 있다.
- [0043] 상기 웨타이드는 다이페닐알라닌일 수 있으나, 곡선형 웨타이드 와이어를 형성하며 자가조립할 수 있는 웨타이드라면 특별히 제한되지 않는다.
- [0044] 상기 웨타이드 용액은 탈염 중류수가 첨가된 것일 수 있는데, 이러한 경우 탈염 중류수가 용액 내 분산도의 불균형을 야기하고, 기판의 적어도 일면에 웨타이드 와이어가 성장할 수 있는 핵으로서 작용할 수 있어, 웨타이드 와이어 형성이 일정한 조건에서 일정하고 우수한 재현성을 가질 수 있도록 할 수 있다.
- [0045] 탈염 중류수는 예를 들면 용액 총 부피 중 5% 내지 50%, 구체적으로 10% 내지 30%, 보다 구체적으로 10% 내지 25%가 되도록 첨가될 수 있다. 탈염 중류수 농도가 너무 낮으면 기판에 구조체가 충분히 형성되기 어려울 수 있고, 농도가 너무 높으면 웨타이드가 응집되어 침전되므로 마찬가지로 구조체가 충분히 형성되기 어려울 수 있다.
- [0046] 웨타이드 용액 내 웨타이드 농도는 예를 들면 0.1mg/ml 내지 10mg/ml일 수 있고, 구체적으로 0.5mg/ml 내지 5mg/ml, 보다 구체적으로 0.8mg/ml 내지 1.5mg/ml일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다. 웨타이드 농도가 너무 낮으면 기판에 구조체가 충분히 형성되기 어려울 수 있고, 농도가 너무 높으면 웨타이드가 응집되어 침전되므로 마찬가지로 구조체가 충분히 형성되기 어려울 수 있다.
- [0047] 상기 제조방법은 상기 웨타이드 용액을 초음파 처리하는 단계를 더 포함할 수 있는데, 이러한 경우 웨타이드의 용해 및 탈염 중류수의 첨가 등으로 인한 웨타이드 분산도의 불균형으로 인한 결과물의 재현성을 증대시키는 측면에서, 용액 내 성분들의 혼합을 증진시켜 용액 내 임의의 지점에서 각 물질들의 분산도를 최대한 동일하게 만드는 역할을 한다.
- [0048] 상기 단계는 온도 20 내지 25°C, 상대 습도 20% 이하의 환경에서 수행되는 것일 수 있는데, 이러한 경우 엄격한 온도와 습도 조건의 설정을 통해 구조체 제조의 재현성을 높이는 결과를 낳고, 상기 범위를 벗어나는 경우 목적하는 웨타이드 와이어 및 이를 포함하는 구조체의 형성이 불가능할 수 있다.
- [0049] 상기 제조방법은 상기 기판상에 복수개의 영역을 설정하고, 각 영역별 들어올리는 속도를 조절하여 색상을 달리 할 수 있는데, 이러한 경우 기판을 들어올리는 속도(pulling 속도)가 상이함에 따라 자가조립되는 웨타이드 와이어의 구조가 상이하도록 설정할 수 있고, 각 구조가 상이함에 따라 구조체 자체가 반사하는 빛의 파장이 상이하여 색상이 달라질 수 있다.
- [0050] 상기 제조방법은 기판을 지평면과 0° 초과 180° 미만의 각도로 들어올리는 것일 수 있는데, 이러한 경우 각도

에 따라 웨타이드가 기판을 덮고, 기판의 적어도 일면에서 성장하는 형태를 상이하게 조절할 수 있어, 색상 역시 상이하게 조절이 가능하다.

[0052] 또한, 본 발명은 웨타이드 용액에 기판을 침지시킨 후 들어올리는 단계를 포함하는 웨타이드 다결정 박막 구조체의 제조방법에 관한 것이다.

[0053] 본 발명의 방법으로 기판에 대해 수평한 방향성을 갖는 다결정 박막을 제조할 수 있다.

[0054] 상기 기판은 Si, SiO₂, 금 박막 및 알루미늄 박막으로 이루어진 군에서 선택된 적어도 하나일 수 있으나, 반드시 이에 제한되지 않는다.

[0055] 상기 제조방법은 1,1,1,3,3,3-헥사플루오로-2-프로판올(1,1,1,3,3,3-Hexafluoro-2-propanol)에 웨타이드를 용해시키는 단계를 더 포함할 수 있고, 이러한 경우 웨타이드, 특히 사이클로페닐 알라닌을 효과적으로 용해시킬 수 있는 장점이 있어 용해된 웨타이드의 용액 내 우수한 분산성을 확보할 수 있다.

[0056] 상기 웨타이드는 사이클로페닐알라닌일 수 있으나, 평행한 방향의 다결정성 구조를 자가조립할 수 있는 웨타이드라면 특별히 제한되지 않는다.

[0057] 상기 웨타이드 용액은 탈염 증류수가 첨가된 것일 수 있는데, 이러한 경우 탈염 증류수가 용액 내 분산도의 불균형을 야기하고, 기판의 적어도 일면에 웨타이드 와이어가 성장할 수 있는 핵으로서 작용할 수 있어, 웨타이드 와이어 형성이 일정한 조건에서 일정하고 우수한 재현성을 가질 수 있도록 할 수 있다.

[0058] 탈염 증류수는 예를 들면 용액 총 부피 중 5% 내지 50%, 구체적으로 10% 내지 30%, 보다 구체적으로 10% 내지 25%가 되도록 첨가될 수 있다. 탈염 증류수 농도가 너무 낮으면 기판에 구조체가 충분히 형성되기 어려울 수 있고, 농도가 너무 높으면 웨타이드가 응집되어 침전되므로 마찬가지로 구조체가 충분히 형성되기 어려울 수 있다.

[0059] 웨타이드 용액 내 웨타이드 농도는 예를 들면 0.1mg/ml 내지 10mg/ml일 수 있고, 구체적으로 0.5mg/ml 내지 5mg/ml, 보다 구체적으로 0.8mg/ml 내지 1.5mg/ml일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다. 웨타이드 농도가 너무 낮으면 기판에 구조체가 충분히 형성되기 어려울 수 있고, 농도가 너무 높으면 웨타이드가 응집되어 침전되므로 마찬가지로 구조체가 충분히 형성되기 어려울 수 있다.

[0060] 상기 제조방법은 상기 웨타이드 용액을 초음파 처리하는 단계를 더 포함할 수 있는데, 이러한 경우 웨타이드의 용해 및 탈염 증류수의 첨가 등으로 인한 웨타이드 분산도의 불균형으로 인한 결과물의 재현성을 증대시키는 측면에서, 용액 내 성분들의 혼합을 증진시켜 용액 내 임의의 지점에서 각 물질들의 분산도를 최대한 동일하게 만드는 역할을 한다.

[0061] 상기 단계는 온도 20 내지 25°C의 환경에서 수행될 수 있다. 또한, 상기 단계는 상대습도 40% 이하의 환경에서 수행될 수 있다. 상대 습도 40% 이하, 예를 들면 5% 내지 40%, 10 내지 40%, 20 내지 40%, 20 내지 30%일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0062] 기판을 들어올리는 속도는 예를 들면 40μm/min 이하일 수 있고, 구체적으로 5μm/min 내지 40μm/min, 보다 구체적으로 10μm/min 내지 40μm/min, 더욱 구체적으로 10μm/min 내지 30μm/min 일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0063] 상기 제조방법은 기판을 지평면과 0° 초과 180° 미만의 각도로 들어올리는 것일 수 있다.

[0065] 또한, 본 발명은 상기 방법으로 제조된 웨타이드 다결정 박막 구조체를 포함하는 마찰전기 에너지 변환 소자에 관한 것이다.

[0066] 마찰전기 에너지 변환 소자는 마찰전기(정전기)를 에너지로 변환시킨다. 마찰전기 에너지 변환 소자는 가압하여 서로 접촉할 수 있는 2개 이상의 대전체층을 갖는 것으로, 대전체층에 압력을 가하여 두 대전체층에서 마찰이 발생하면 대전체층이 서로 다른 전하로 대전되고, 압력이 사라져 두 대전체층이 서로 이격되면 그 전하로 인해 전하가 발생하고, 그 전위차로 인해 전류가 흐르게 된다.

[0067] 웨타이드 다결정 박막 구조체는 적어도 하나의 대전체층에 포함될 수 있다.

[0068] 마찰전기 에너지 변환 소자에 사용되는 웨타이드 다결정 박막 구조체는 도전성 기판 상에 형성된 것일 수 있다. 도전성 기판은 예를 들면 금 박막 또는 알루미늄 박막 기판일 수 있다. 그외 모든 도전성 소재도 제한 없이 사용될 수 있다.

- [0069] 웹타이드 다결정 박막 구조체가 가압하여 서로 접촉할 수 있는 2개 대전체층에 모두 포함되는 경우, 웹타이드 다결정 박막 구조체는 온도, 습도, 들어올리는 속도 등을 달리하여 형성된 것일 수 있다.
- [0070] 웹타이드 다결정 박막 구조체가 1개 대전체층에만 포함되는 경우, 나머지 대전체층은 도전성 기판 및 고분자층을 포함하는 것일 수 있다.
- [0071] 도전성 기판은 예를 들면 금 박막 또는 알루미늄 박막 기판일 수 있다. 그외 모든 도전성 소재도 제한 없이 사용될 수 있다.
- [0073] 고분자층은 예를 들면 폴리에틸렌 테레프탈레이트 (PET), 폴리카보네이트 (PC), 폴리에틸렌 (PE), 폴리에테르 에테르케톤 (PEEK), 폴리 에테르 이미드 (PEI), 폴리아미드 (PA), 폴리테트라플루오로에틸렌 (PTFE), 실리콘 (SI), 폴리프로필렌 (PP), 폴리 폐닐렌 셀파이드 (PPS), 폴리에틸렌 나프탈레이트 (PEN) 등일 수 있고, 보다 구체적으로는 폴리테트라플루오로에틸렌 (PTFE)일 수 있다.

[0074] 상기 웹타이드 다결정 박막 구조체는 웹타이드 영역 내에서 체적 결함이 존재하지 않으므로 단락이 발생하지 않는다.

[0076] 이하, 본 발명을 구체적으로 설명하기 위해 실시예를 들어 상세하게 설명하기로 한다.

실시예 1. 구조체의 제조

1. 웹타이드 색상 구조체의 제조

[0080] 공정은 습도가 10 % 이하, 온도가 20 °C인 공정 환경에서 진행하였다. 먼저 다이페닐알라닌 1 mg/ml가 용해된 1,1,1,3,3,3-Hexafluoro-2-propanol(HFIP) 용액과 distilled deionized water(DDW)를 50 °C로 가열하였다.

[0081] 다이페닐알라닌이 용해된 HFIP 용액과 DDW를 4:1 부피비로 혼합시켰다. 혼합 용액을 50 °C로 가열된 증류수를 통하여 초음파 처리 및 볼텍싱 처리를 하였다.

[0082] 혼합 용액에 기판을 침지시킨 후 풀링 속도를 각각 10, 40, 60, 80, 100 $\mu\text{m}/\text{min}$ 으로 비 연속적인 구간으로 증가시키며 풀링 공정을 진행하였다. 각 속도 구간으로 기판이 1.0 내지 1.5 mm 이동하면, 다음 속도로 풀링을 진행하는 형식으로 비선행적으로, 순차 진행한다.

[0083] 기판으로는 실리콘 옥사이드 웨이퍼 또는 금이 증착된 실리콘 옥사이드 웨이퍼를 0.5 cm X 1.5 cm 크기로 자른 것을 사용하였다.

2. 콜레스테릭 유사 웹타이드 구조체의 제조

[0085] 풀링 속도를 40 $\mu\text{m}/\text{min}$ 으로 유지한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 웹타이드 구조체를 제조하였다.

실시예 2. 웹타이드 색상 구조체의 형태 분석

1. 제조조건 불만족시의 구조체 표면 형태

[0091] 실시예 1-1의 제조조건을 만족하지 못한 경우, 특히 틸염 증류수가 아닌 일반 증류수를 첨가한 경우, 실험이 진행되는 공간이 20 내지 25°C 온도 범위를 벗어나는 경우 또는 습도가 20%를 초과하는 경우, 컬러 구조의 색상 구조체가 아닌, 도 6과 같이 직선형이고 무색인 wire 형태의 웹타이드 구조를 형성한다.

[0092] 이는, 본 발명 구조체 제조시 엄격히 통제된 조건에서 수행되어야 하고, 특정 조건이나 수치범위를 벗어나는 경우 다양한 색상을 갖는 색상 구조체를 형성할 수 없음을 알 수 있다.

2. 제조조건 만족시의 구조체 표면 형태

[0094] 실시예 1-1의 제조조건을 만족한 경우, 도 4와는 달리, 자가조립된 웹타이드를 포함하는 곡선형의 wire 형태를 갖고, 색상을 가지는 것을 도 7에서 확인할 수 있다.

[0095] 또한, 그 구조의 풀링 속도에 따른 구체적인 색상, 형태, 그리고 반사 파장을 도 7에서 확인할 수 있다.

[0096] 각 색상 구간은 광학 현미경 사진을 통해 서로 다른 명확한 형태를 가지고 있음을 확인할 수 있다. 구조를 구성하는 웹타이드 자기조립 구조는 유사하나, 구조의 밀도 등에 의해서 색상이 변화한다. 반사광의 파장 형태를 확인하였을 때, 구조가 밀집된 경우 붉은 색상을 갖는 장파장 영역의 비율이 커지며, 구조 밀도의 감소에 따라 기판이 갖는 파장 형태와 유사하게 파장 형태가 변하게 된다.

3. 실시예 2의 구조체

[0099] 다색상 구조와 달리, 풀링 속도를 일정하게 제어할 경우, 도 9와 같이 콜레스테릭 구조와 유사한 일정한 형태의 구조를 갖게 된다. 편광 현미경(Polarized OM) 이미지를 통해, 본 콜레스테릭 유사 구조가 일정한 방향성을 가지고 있음을 확인할 수 있다.

실시예 3. 웨타이드 색상 구조체의 외부 환경 감지능

1. 실험방법

[0103] 본 발명 웨타이드 색상 구조체는 각 웨타이드 wire의 카르복실기(-COOH) 및 아미노기(-NH₂)가 외부 화학 물질과 반응함에 따라, 웨타이드 자가조립체의 구조가 변함을 이용하여 외부 환경을 감지하는 센서로 활용가능하다(도 9).

[0104] 즉, 다이페닐알라닌(Diphenylalanine)을 웨타이드로 하여 제조한 색상 구조체의 경우, 표면에 존재하는 다이페닐알라닌의 자가조립체가 외부 환경(화학, 열 등)과 반응(탈수축합)을 일으켜 이는 웨타이드가 탈수축합 반응을 통해 분자 구조가 변화되고, 이에 의해 구조체가 붕괴되어 색상 변화가 발생한다. 이를 통해 다색상 구조를 열, 화학 물질 반응 센서로 응용할 수 있다.

2. 실험결과

[0107] (1) 도 10은 실시예 1-1의 제조방법에 따라 제조한 웨타이드 색상 구조체를 나타낸 것이고, 풀링의 속도를 비선형적으로 조절하여 속도별 상이한 색상을 나타냄을 확인할 수 있다.

[0108] 이는 글루타르알데하이드(Glutaraldehyde)와 반응하기 전의 구조체 표면 색상과 형태를 나타내고 있는데, 도 12를 참조하면, 글루타르알데하이드와 반응하자, 표면의 웨타이드 자가조립체의 wire 형태고 상이하게 변화하였고, 표면이 나타내던 색상이 무색으로 변화하였음을 알 수 있다. 이는, 다이페닐알라닌 자가조립체가 갖는 카르복실기 또는 아미노기가 글루타르알데하이드와 반응을 일으켰고, 이로 인해 자가조립체 wire의 구조가 변함에 따라, 표면이 드러내던 색상을 잃은 것으로 보인다.

[0109] 도 11을 참조하면, 보다 선명하게 글루타르알데하이드와 반응하여 wire가 변화한 것을 확인할 수 있는데, 이는 자가조립체를 구성하는 다이페닐알라닌이 싸이클로다이페닐알라닌(cyclodiphenylalanine)으로 변화하여, 새로운 자가조립체를 구성함으로써 생기는 변화로 예상된다.

[0110] 도 12는 화학 반응 전후 XRD 및 RAMAN 데이터 변화를 확인한 그래프이다. XRD 데이터를 통해 반응 후 구조체의 결정성이 파괴된 것을 확인할 수 있다. 이는 반응 후 구조체의 형태가 변화한 것을 암시한다. RAMAN 데이터를 통해 반응으로 인하여 웨타이드의 분자 구조가 변화한 것을 확인할 수 있다.

[0111] (2) 도 13은 구조체를 170°C에서 2시간 가열 시, 색상의 변화 모습 및 구조체의 변화, 반사광의 전후 광장 형태를 보여준다. 반응 후 다색상 구조가 사라진 것을 확인할 수 있으며, 가시광선 영역의 광장 형태 역시 색상이 사라지는 형태로 변화한 것을 확인할 수 있다. 변화된 구조의 광학현미경 이미지는 탈수 축합된 다른 웨타이드 파우더와 유사한 구조를 갖는 것을 확인하였다.

[0112] 도 14은 열 반응 전후 XRD 및 RAMAN 데이터 변화를 확인한 그래프이다. XRD 데이터를 통해 반응 후 구조체의 결정성이 파괴된 것을 확인할 수 있다. 이는 반응 후 구조체의 형태가 변화한 것을 암시한다. RAMAN 데이터를 통해 반응으로 인하여 웨타이드의 분자 구조가 변화한 것을 확인할 수 있다.

[0113] (3) 도 15는 물에 1분간 세척 전 후의 구조 변화를 나타낸 광학 현미경 사진이다. 물로 세척 이후에 와이어 구조가 제거되는 것을 확인한 것으로, 이에 의해 그 색상이 없어질 것인 바, 이는 습도 감지용 센서로 이용될 수 있음을 보여준다.

실시예 4. 웨타이드 기반 다결정성 박막

(1) 제조

[0117] 공정은 습도가 30~40 %, 온도가 30 °C인 환경에서 진행하였다.

[0118] 사이클로페닐알라닌을 HFIP에 10 mg/ml 농도로 용해시켰다. 제작한 사이클로페닐알라닌/HFIP 용액 120μl를 마이크로 튜브에 옮겨 담은 후, HFIP를 630μl를 첨가하여 희석시키고, DDW를 250μl 첨가하였다.

[0119] 혼합용액 내 사이클로페닐알라닌의 농도구배 최소화 및, HFIP와 2차 중류수를 균일하게 혼합하기 위해 10분간

초음파 및 볼텍싱 처리를 하였다.

[0120] 최종적으로 사이클로페닐알라닌이 1.2 mg/ml 농도로 용해되었고, HFIP와 DDW가 3:1 비율로 혼합된 다이페닐알라닌 혼합용액이 제조되었다.

[0121] 혼합용액에 금 기판을 표면에 수직으로 침지시킨 후, 수직 상태를 유지한 채 10 $\mu\text{m}/\text{min}$ 속도로 들어올렸다.

(2) 표면 형태

[0123] 제작한 웨타이드 다결정 박막 구조는 SEM, AFM을 통해 표면 결함 없는 매우 균일한 구조를 가지고 있음을 확인하였으며, XRD 및 편광 현미경을 통해 결정성을 확인할 수 있었다(도 15).

(3) 공정 변수 변화에 따른 표면 형태

[0125] 웨타이드 기반 다결정성 필름을 제작하기 위해서는 농도, 습도, 풀링 속도의 제어가 매우 중요하다. 이에, 사이클로페닐알라닌의 농도, 중류수 함유량, 습도, 풀링 속도를 조절해가며 표면 형태를 확인하였다(도 16).

[0126] 이를 참고하면, 다결정성 박막 구조는 웨타이드 농도가 1.2 mg/ml 이상, 용액 내 DDW 분율이 25부피%, 공정 환경의 상대습도는 30 % 인근이어야 하며, 특히 풀링 속도가 40 $\mu\text{m}/\text{min}$ 이하인 환경에서만 다결정 박막구조가 형성됨을 확인할 수 있다.

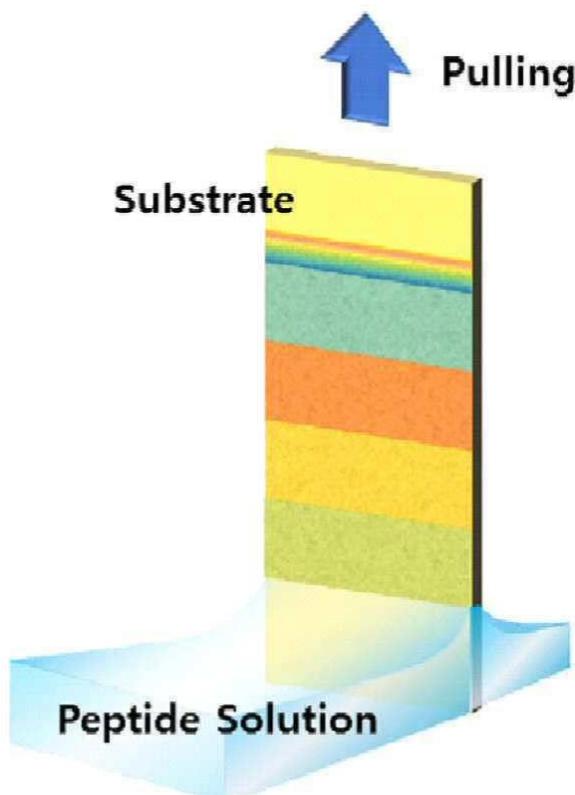
(4) 마찰전기 에너지 변환 소자

[0128] 웨타이드 기반 다결정성 박막은 마찰전기 에너지 변환 소자로 제작될 수 있다(도 17).

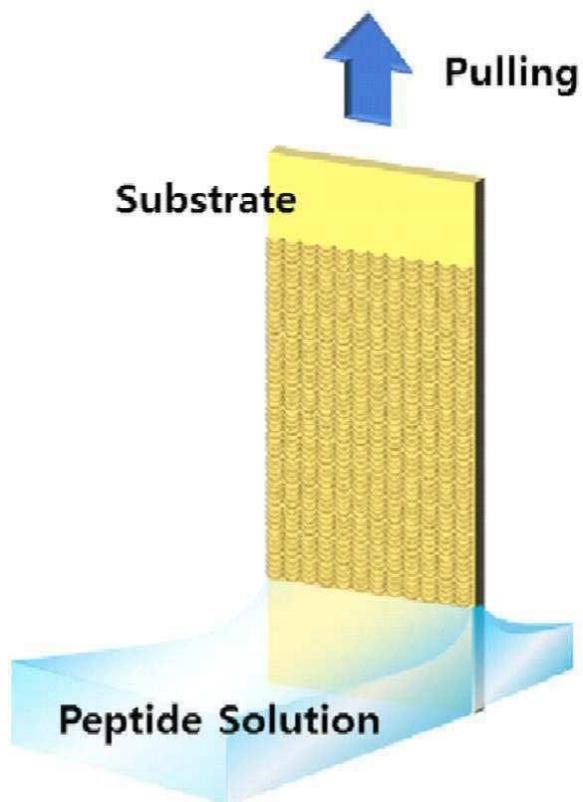
[0129] 본 공정을 이용하여 웨타이드 다결정성 박막을 제작할 경우, 표면 체적 결함이 없고, 가열 등의 에너지가 필요 없기 때문에 공정 단가를 낮출 수 있다.

도면

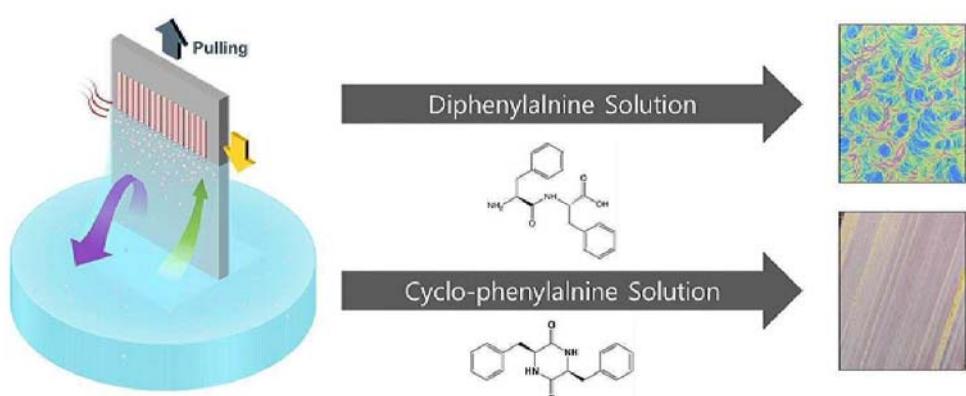
도면1



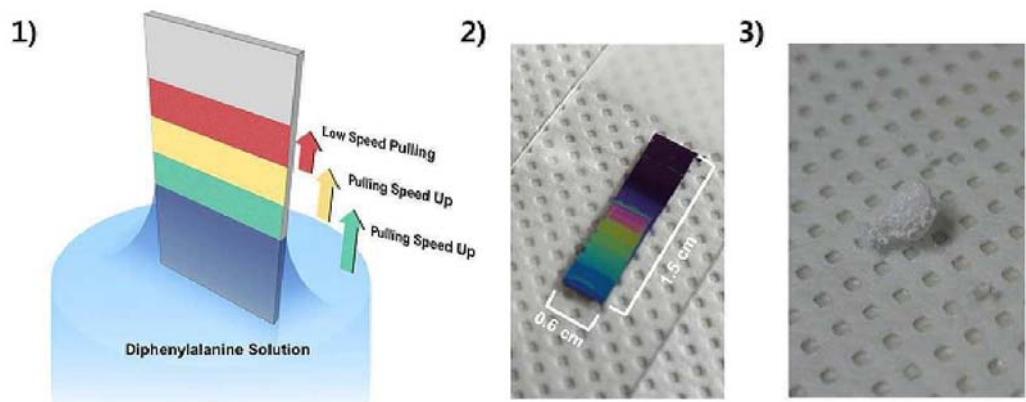
도면2



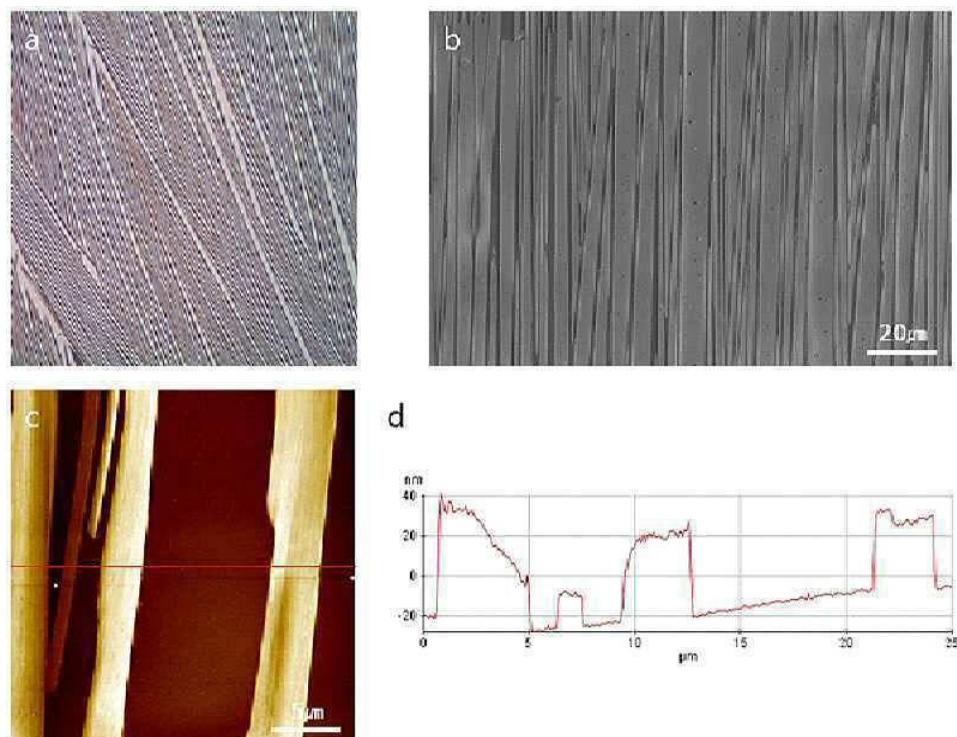
도면3



도면4

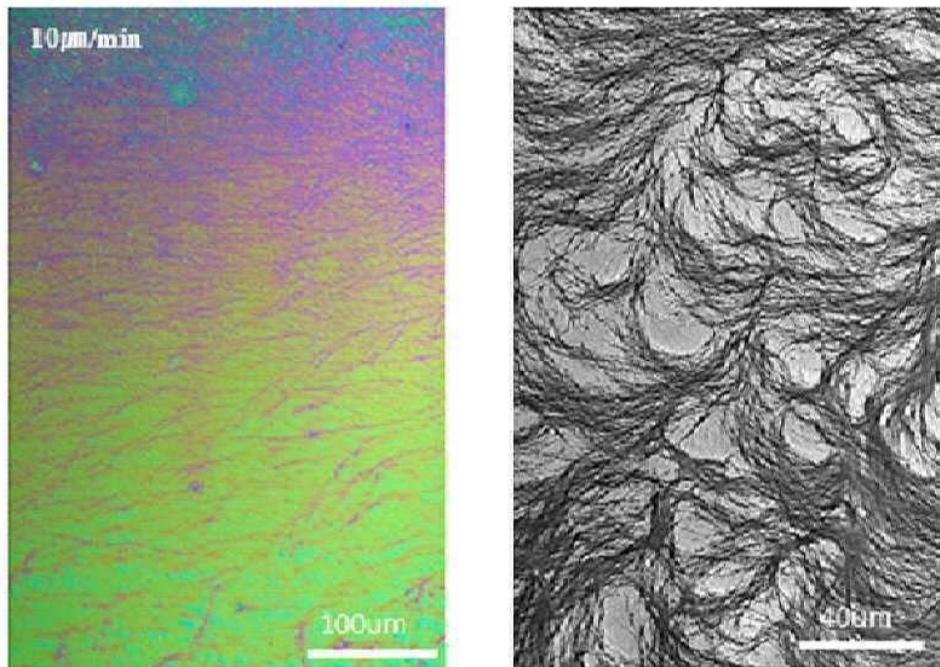


도면5

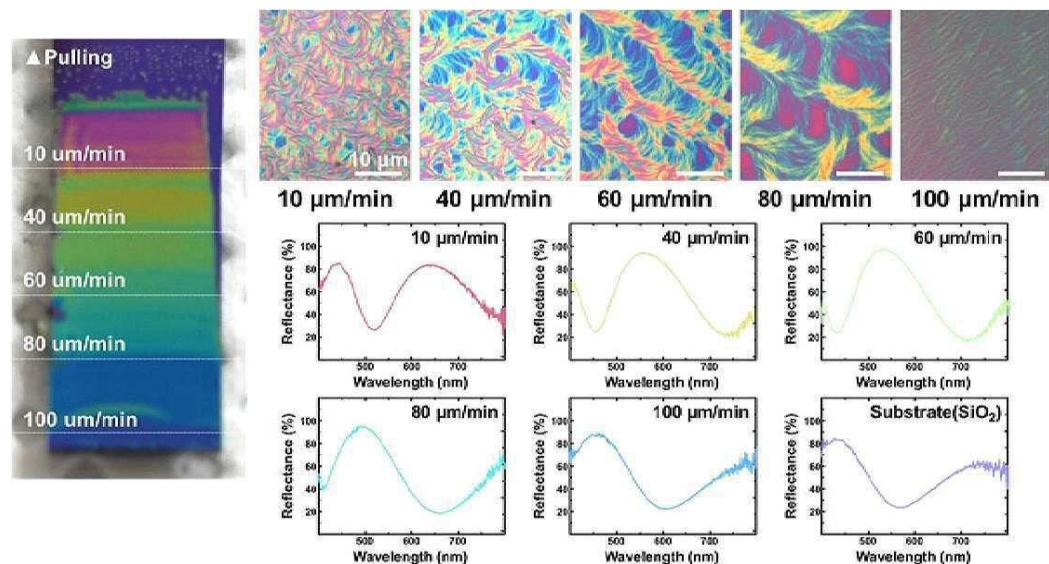


도면6

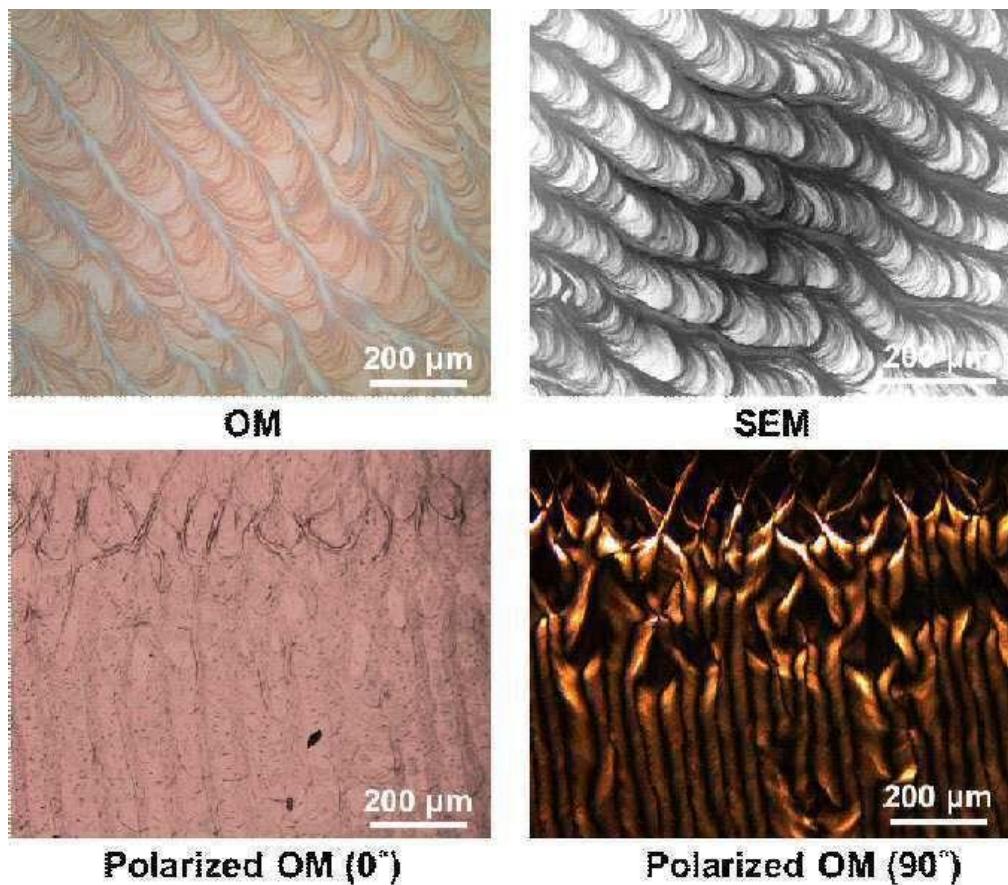
▲Pulling



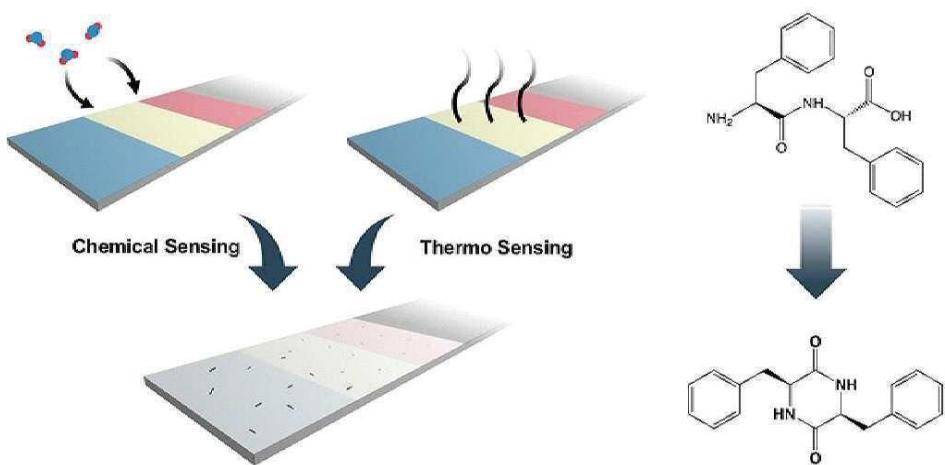
도면7



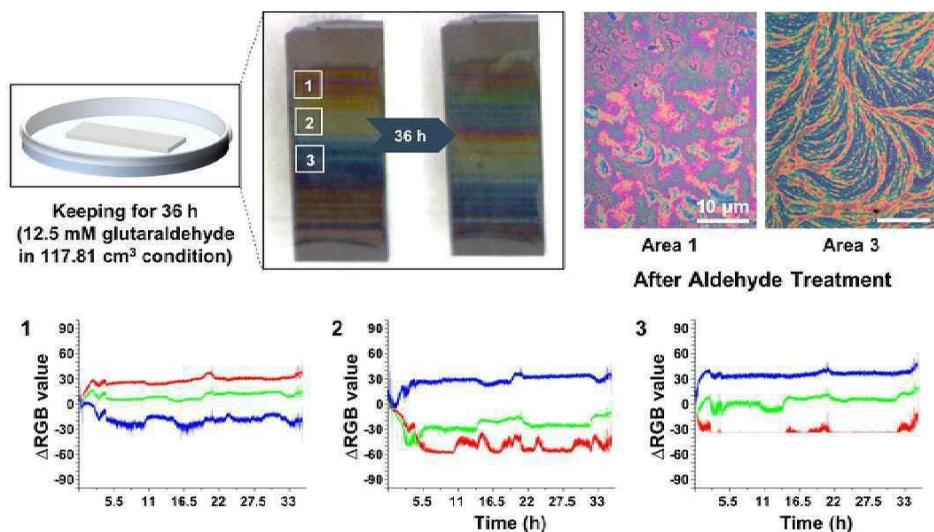
도면8



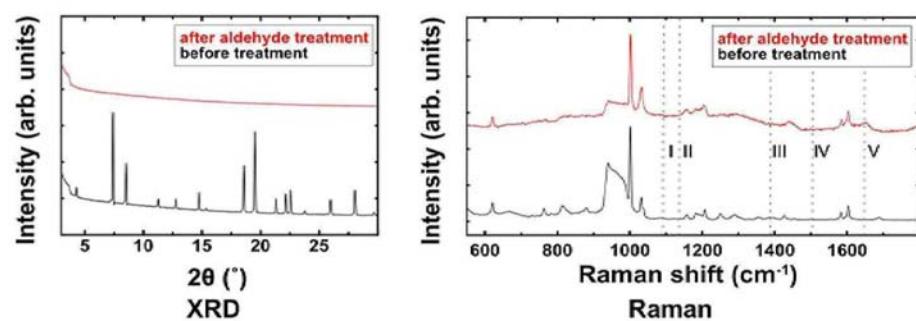
도면9



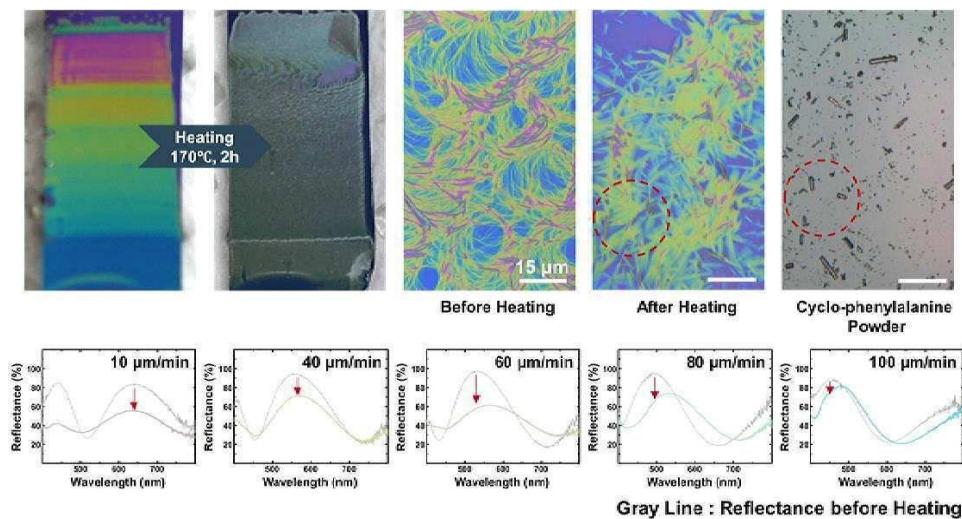
도면10



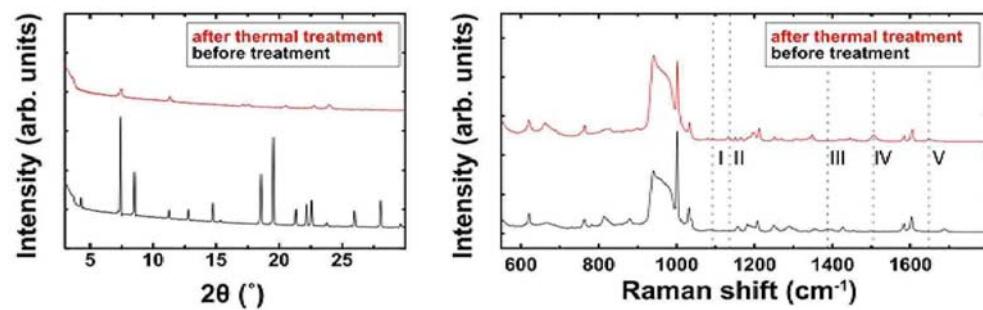
도면11



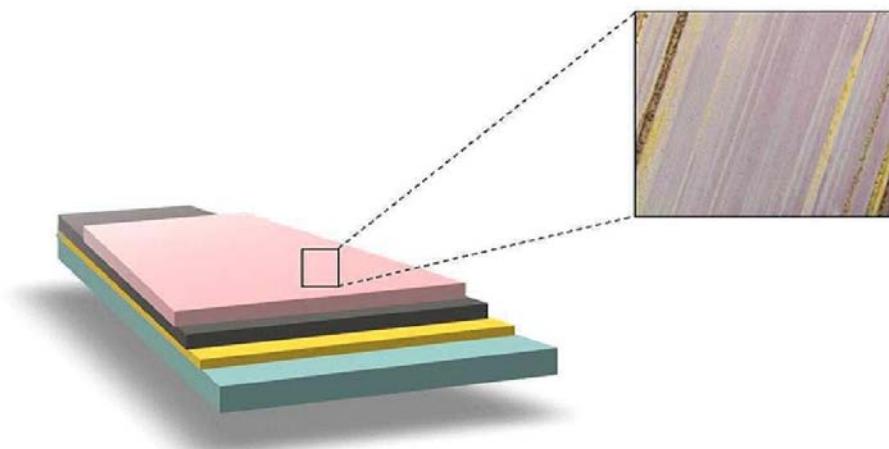
도면12



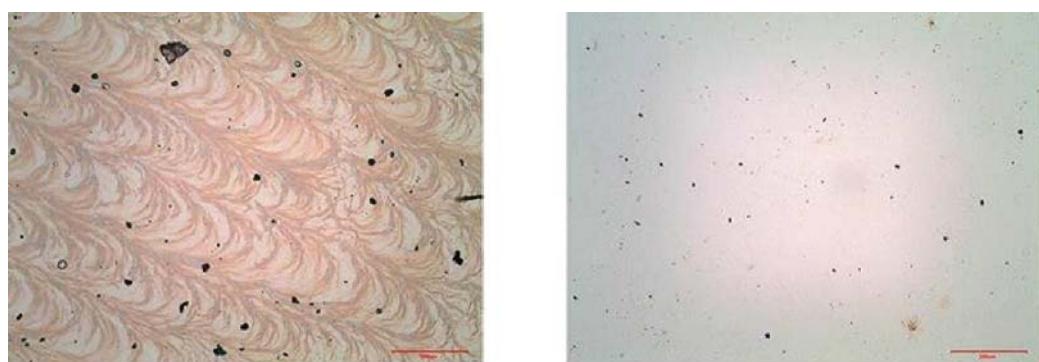
도면13



도면14



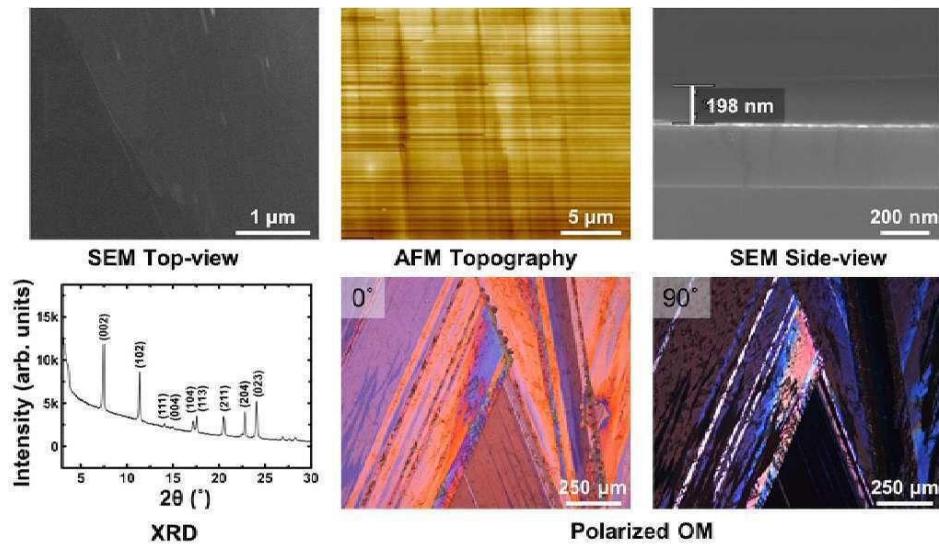
도면15



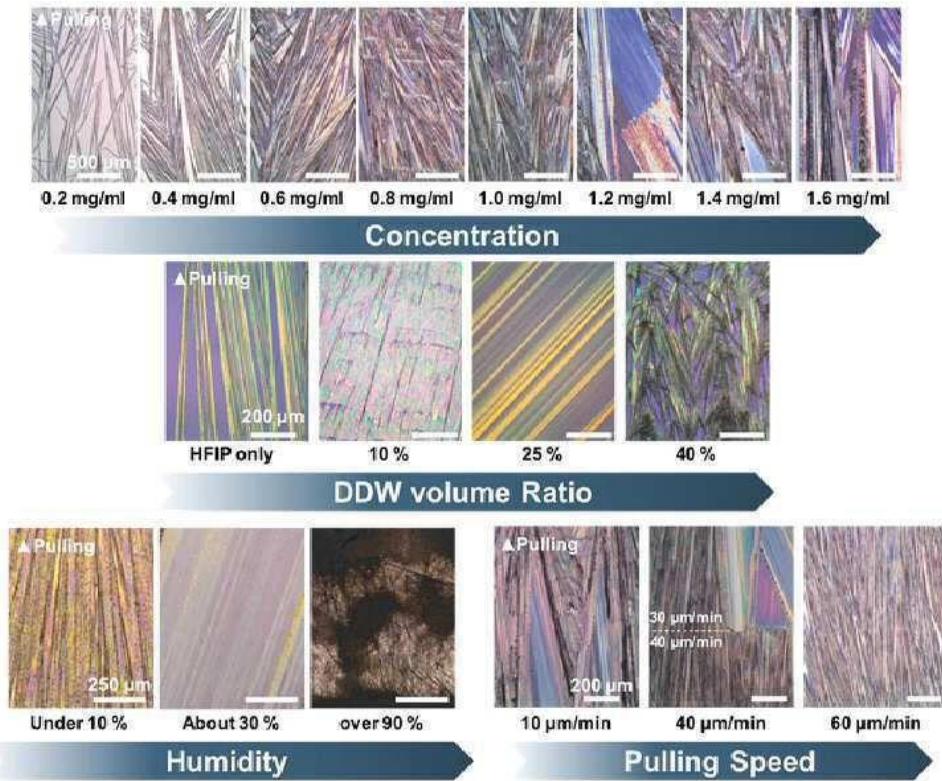
물에 세척 전

1분 간 물에 세척 후

도면16



도면17



도면18

