



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2011-0017536
(43) 공개일자 2011년02월22일

(51) Int. Cl.

B82B 3/00 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2009-0075049

(22) 출원일자 2009년08월14일

심사청구일자 2009년08월14일

(71) 출원인

충남대학교산학협력단

대전광역시 유성구 공동 220번지 충남대학교

(72) 발명자

이영석

대전광역시 유성구 전민동 464-1 엑스포 아파트
503동 1101호

김민일

경북 구미시 원평2동 19-3

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

이동희

전체 청구항 수 : 총 11 항

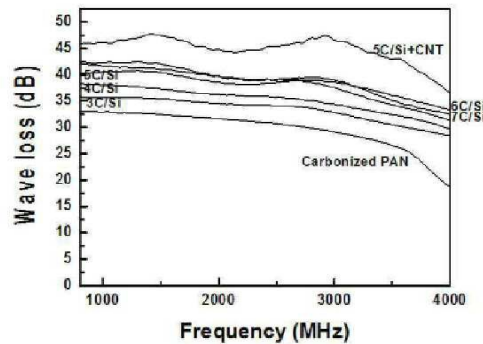
(54) 고온에서 내산화성을 갖는 다공성 나노 탄화규소를 이용한 전자파 차폐 및 흡수재의 제조방법

(57) 요약

고온에서 내산화성을 갖는 다공성 나노 탄화규소를 이용한 전자파 차폐 및 흡수재의 제조방법이 개시된다.

본 발명에 따른 전자파 차폐 및 흡수재의 제조방법은, (1) 폴리머 전구체와 실리콘화합물 또는 폴리머 전구체, 실리콘 화합물 및 전도성 탄소재를 용매와 혼합하는 단계; (2) 상기 '단계 (1)'의 과정을 통하여 얻어진 혼합물을 전기방사하는 단계; (3) 상기 '단계 (2)'의 과정을 통하여 얻어진 전기방사 결과물에 열처리를 하여 고온에서 내산화성을 갖는 다공성 나노 탄화규소를 얻는 단계; 및 (4) 상기 '단계 (3)'의 과정을 통하여 얻어진 고온에서 내산화성을 갖는 다공성 나노 탄화규소를 이용하여 전자파 차폐 및 흡수재를 제조하는 단계;를 포함하여 이루어진다.

대표도 - 도7



(72) 발명자

김상진

경북 구미시 송정동 497-13번지

윤석민

대전시 대덕구 석봉동 원창등마루아파트 509호

강필현

대전광역시 유성구 도룡동 385-15 로얄밸리 607호

특허청구의 범위

청구항 1

- (1) 폴리머 전구체와 실리콘화합물 또는 폴리머 전구체, 실리콘 화합물 및 전도성 탄소재를 용매와 혼합하는 단계;
- (2) 상기 '단계 (1)'의 과정을 통하여 얻어진 혼합물을 전기방사하는 단계;
- (3) 상기 '단계 (2)'의 과정을 통하여 얻어진 전기방사 결과물에 열처리를 하여 고온에서 내산화성을 갖는 다공성 나노 탄화규소를 얻는 단계; 및
- (4) 상기 '단계 (3)'의 과정을 통하여 얻어진 고온에서 내산화성을 갖는 다공성 나노 탄화규소를 이용하여 전자파 차폐 및 흡수재를 제조하는 단계;를 포함하여 이루어지는 전자파 차폐 및 흡수재의 제조방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 '단계 (1)'에서 사용되는 폴리머 전구체는, 석유계 피치, 석탄계 피치, 폴리에미드, 폴리벤즈이미다졸, 폴리아크릴로니트릴, 폴리아라미드, 폴리아닐린, 메조페이스 피치, 푸르프릴 알콜, 페놀, 셀룰로오스, 수크로오스, 폴리비닐 클로라이드 및 이들의 혼합물로 구성되는 군으로부터 선택되는 것을 특징으로 하는 전자파 차폐 및 흡수재의 제조방법.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 '단계 (1)'에서 사용되는 용매는, 디메틸포름아마이드, 클로로포름, N-메틸피롤리돈테트라하이드로퓨란, 황산, 질산, 아세트산, 염산, 암모니아, 증류수 및 이들의 혼합물로 구성되는 군으로부터 선택되는 것을 특징으로 하는 전자파 차폐 및 흡수재의 제조방법.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 '단계 (1)'에서 사용되는 전도성 탄소재는 단일벽 탄소나노튜브, 이중벽 탄소나노튜브, 다중벽 탄소나노튜브, 흑연, 팽창흑연, 흑연섬유, 탄소섬유, 활성탄소섬유, 카본블랙, 그래펜, 플러렌, 벤젠, 폴리아크릴로니트릴 및 이들의 혼합물로 구성되는 군으로부터 선택되는 것을 특징으로 하는 전자파 차폐 및 흡수재의 제조방법.

청구항 5

상기 '단계 (1)'의 과정을 통하여 얻어지는 혼합물에서 탄소(C)와 규소(Si)의 몰비는 3 내지 7 : 1 인 것을 특징으로 하는 전자파 차폐 및 흡수재의 제조방법.

청구항 6

제1항에 있어서,

상기 '단계 (1)'의 과정을 통하여 얻어지는 혼합물의 점도는 100 내지 800 cP 인 것을 특징으로 하는 전자파 차폐 및 흡수재의 제조방법.

청구항 7

제1항에 있어서,

상기 '단계 (2)'의 전기방사하는 과정에서의 전기방사 조건은, 전압 5 내지 50kV, 방사량 1 내지 20 ml/h인 것을 특징으로 하는 전자파 차폐 및 흡수재의 제조방법.

청구항 8

제1항에 있어서,

상기 '단계 (3)'의 열처리하는 단계는, 1,500 내지 2,000℃의 온도범위에서 0.5 내지 10 시간 동안 이루어지는 것을 특징으로 하는 전자파 차폐 및 흡수재의 제조방법.

청구항 9

제1항에 있어서,

상기 '단계 (4)'의 전자파 차폐 및 흡수재를 제조하는 단계는, 상기 '단계 (3)'의 과정을 통하여 얻어진 고온에서 내산화성을 갖는 다공성 나노 탄화규소와 도료, 고분자수지 및 이들의 혼합물로 이루어진 균으로부터 선택되는 물질을 혼합하고 성형함으로써 이루어지는 것을 특징으로 하는 전자파 차폐 및 흡수재의 제조방법.

청구항 10

제9항에 있어서,

상기 다공성 나노 탄화규소와 도료, 고분자수지 및 이들의 혼합물로 이루어진 균으로부터 선택되는 물질의 무게비는 0.01 내지 1 : 1인 것을 특징으로 하는 전자파 차폐 및 흡수재의 제조방법.

청구항 11

제1항 내지 제10항의 어느 한 항의 전자파 차폐 및 흡수재의 제조방법에 의하여 제조된 전자파 차폐 및 흡수재

명 세 서

발명의 상세한 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 전자파 차폐 및 흡수재의 제조방법에 관한 것으로서, 보다 상세하게는 고온에서 내산화성을 갖는 다공성 나노 탄화규소를 제조하고, 이를 이용하여 전자파 차폐 및 흡수재를 제조하는 방법 및 이에 따라 제조된 전자파 차폐 및 흡수재에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 전자파는 전기장 성분과 자기장 성분으로 구성되어 있으며, 이들 성분은 상호 간 영향을 주고 매질 중으로 전파하는 에너지이다. 최근 무선통신과 전자 장비에서 발생하는 유해한 전자파를 제어하기 위해 전자파 흡수재(electromagnetic wave absorber)에 대한 관심이 증가하고 있다. 전자파 차폐는 입사된 전자파를 반사 또는 흡수하여 재료의 배면 층으로 전이시키지 않는 것을 의미하는데 전자파의 반사특성을 이용하는 경우와 달리 전자파 흡수재는 입사된 전자파를 열에너지로 전환하여 차폐로 인한 신호의 재반사에 의해 수반되는 문제를 해결할

수 있는 장점을 가진다. 근래, 전자과 흡수제로는, 고무나 수지 등의 전기적 절연성 유기물과 스피넬 결정 구조의 연자성 금속 재료 및 탄소 재료 등의 손실 재료를 복합화하여 주로 사용되고 있다. 하지만, 금속 및 탄소재료는 고온 내산화성이 낮고, 물리적·화학적 안정성이 떨어지는 단점이 있다.

[0003] 또한, 스피넬 결정 구조의 연자성 금속 산화물 재료는 중량이 크기 때문에 경량의 전자과 흡수제는 실현할 수 없다.

[0004] 한편, 주로 사용되는 카본 블랙 입자나 탄소섬유 등의 탄소계 재료를 이용한 전자과 흡수제는 내산화성이 요구되는 고온환경에서 전자과 흡수 성능이 충분하다고 할 수 없어서, 고온에서 내산화성을 가지며 전자과 흡수 특성이 우수한 전자과 흡수제의 개발이 요망되고 있다.

발명의 내용

해결 하고자하는 과제

[0005] 본 발명은 상기한 문제점을 해결하기 위하여 안출된 것으로서, 우수한 고온 내산화성 및 향상된 물성을 지니는 다공성 나노 탄화규소를 용이하게 제조하고, 이를 이용하여 전자과 차폐 및 흡수재를 제조함으로써, 전자과 차폐 및 흡수 능력이 우수한 전자과 차폐 및 흡수재를 제조하는 방법을 제공하는 것에 그 목적이 있다.

과제 해결수단

[0006] 본 발명은 고온에서 내산화성을 갖는 다공성 나노 탄화규소를 이용한 전자과 차폐 및 흡수제의 제조방법을 제공하는데, 본 발명에 따른 전자과 차폐 및 흡수제의 제조방법은,

[0007] (1) 폴리머 전구체와 실리콘화합물 또는 폴리머 전구체, 실리콘 화합물 및 전도성 탄소재를 용매와 혼합하는 단계; (2) 상기 '단계 (1)'의 과정을 통하여 얻어진 혼합물을 전기방사하는 단계; (3) 상기 '단계 (2)'의 과정을 통하여 얻어진 전기방사 결과물에 열처리를 하여 고온에서 내산화성을 갖는 다공성 나노 탄화규소를 얻는 단계; 및 (4) 상기 '단계 (3)'의 과정을 통하여 얻어진 고온에서 내산화성을 갖는 다공성 나노 탄화규소를 이용하여 전자과 차폐 및 흡수재를 제조하는 단계;를 포함하여 이루어진다.

[0008] 상기 '단계 (1)'의 과정을 통하여 얻어지는 혼합물에서 탄소(C)와 규소(Si)의 몰비는 3 내지 7 : 1인 것이 바람직하다.

[0009] 상기 '단계 (1)'의 과정을 통하여 얻어지는 혼합물의 점도는 100 내지 800 cP인 것이 바람직하다.

[0010] 상기 '단계 (2)'의 전기방사하는 과정에서의 전기방사 조건은, 전압 5 내지 50 kV, 방사량 1 내지 20 ml/h인 것이 바람직하다.

[0011] 상기 '단계 (3)'의 열처리하는 단계는, 1,500 내지 2,000 °C의 온도범위에서 0.5 내지 10 시간동안 이루어지는 것이 바람직하다.

[0012] 상기 '단계 (4)'의 전자과 차폐 및 흡수재를 제조하는 단계는, 상기 '단계 (3)'의 과정을 통하여 얻어지는 다공성 나노 탄화규소와 도료, 고분자수지 및 이들의 혼합물로 이루어진 균으로부터 선택되는 물질을 혼합하고 성형함으로써 이루어지는데, 상기 다공성 나노 탄화규소와 도료, 고분자수지 및 이들의 혼합물로 이루어진 균으로부터 선택되는 물질을 혼합하는 과정에서의 무게비는 0.01 내지 1 : 1인 것이 바람직하다.

[0013] 또한 본 발명은 상기의 방법에 의하여 제조된 전자과 차폐 및 흡수재를 제공한다.

효 과

[0014] 본 발명에 의할 경우, 조공조건의 까다로움, 용매의 제거, 조공제의 사용 및 이에 따른 환경오염 등과 같이 다공성 탄화규소를 제조하기 위한 종래의 방법이 가지는 문제점을 발생시키지 않으면서도, 간편하고 경제적으로 고온에서 우수한 내산화성 및 향상된 물성을 지니는 다공성 나노 탄화규소를 제조할 수 있게 된다. 또한 상기 다공성 나노 탄화규소를 이용하여 제조된 전자과 차폐 및 흡수제는 고온의 산화분위기에서도 열화학적으로 안정할 뿐 아니라, 유전율과 전자과 차폐율이 우수하다.

발명의 실시를 위한 구체적인 내용

- [0015] 이하 본 발명을 상세하게 설명한다.
- [0016] 본 발명은 고온에서 내산화성을 갖는 다공성 나노 탄화규소를 이용한 전자파 차폐 및 흡수재의 제조방법을 제공 하는데, 본 발명에 따른 전자파 차폐 및 흡수재의 제조방법은, (1) 폴리머 전구체와 실리콘화합물 또는 폴리머 전구체, 실리콘 화합물 및 전도성 탄소재를 용매와 혼합하는 단계; (2) 상기 '단계 (1)'의 과정을 통하여 얻어진 혼합물을 전기방사하는 단계; (3) 상기 '단계 (2)'의 과정을 통하여 얻어진 전기방사 결과물에 열처리를 하여 고온에서 내산화성을 갖는 다공성 나노 탄화규소를 얻는 단계; 및 (4) 상기 '단계 (3)'의 과정을 통하여 얻어진 고온에서 내산화성을 갖는 다공성 나노 탄화규소를 이용하여 전자파 차폐 및 흡수재를 제조하는 단계;를 포함하여 이루어진다.
- [0017] 상기 '단계 (1)'에서 사용되는 폴리머 전구체는 탄소로 변환 가능한 재료라면 어느 것을 사용하여도 무방하다. 구체적인 예를 들어보면 석유계 핏치, 석탄계 핏치, 폴리이미드, 폴리벤즈이미다졸, 폴리아크릴로니트릴, 폴리아라미드, 폴리아닐린, 메조페이스 핏치, 푸르프릴 알콜, 페놀, 셀룰로오스, 수크로오스, 폴리비닐 클로라이드 및 이들의 혼합물로 구성되는 군으로부터 선택될 수 있다.
- [0018] 상기 '단계 (1)'에서 사용되는 용매는 상기 폴리머 전구체, 실리콘화합물을 용해시키는 것이라면 어느 것을 사용하여도 무방하며, 예를 들어보면, 디메틸포름아마이드, 클로로포름, N-메틸피롤리돈테트라하이드로퓨란, 황산, 질산, 아세트산, 염산, 암모니아, 증류수 및 이들의 혼합물로 구성되는 군으로부터 선택될 수 있다.
- [0019] 상기 '단계 (1)'에서 사용되는 전도성 탄소재는 전도성을 가진 탄소재료 뿐아니라 열처리를 통해 전도성 탄소재 변환 가능한 것이라면 어느 것을 사용하여도 무방하다. 구체적인 예를 들어보면 단일벽 탄소나노튜브, 이중벽 탄소나노튜브, 다중벽 탄소나노튜브, 흑연, 팽창흑연, 흑연섬유, 탄소섬유, 활성탄소섬유, 카본블랙, 그래핀, 플러렌, 벤젠, 폴리아크릴로나이트릴 및 이들의 혼합물로 구성되는 군으로부터 선택될 수 있다.
- [0020] 상기 '단계 (1)'에서 사용되는 전도성 탄소재는 필요로 하는 전자파 차폐 및 흡수 효율과 경제적 여건 등에 따라 다양하게 선택 및 혼합될 수 있다.
- [0021] 상기 '단계 (1)'의 과정을 통하여 얻어지는 혼합물에서 탄소(C)와 규소(Si)의 몰비는 3 내지 7 : 1 인 것이 바람직하다. 여기서 탄소와 규소의 몰비는 폴리머전구체 또는 폴리머전구체와 전도성 탄소재에서의 탄소와 실리콘 화합물에서의 규소의 몰비를 의미한다. 규소 1몰을 기준으로 탄소가 3몰 보다 작게 혼합될 경우에는 탄소가 실리콘화합물에 포함되어 있는 산소와 반응하여 일산화탄소(CO), 또는 이산화탄소(CO₂)로 됨으로써, 규소가 탄화규소로 되지 않고 규소 자체(free Si)로 남아있어 내산화성에 문제가 있게 된다. 또한 규소 1몰을 기준으로 탄소가 7몰 보다 많이 혼합될 경우에는 탄소의 양이 너무 많아 탄화규소가 아닌 탄소 자체(free carbon)로 남아 있는 양이 많게 된다. 즉, 탄화규소가 내재된 탄소의 형태로 존재할 수 있어 본 발명의 취지에 적합하지 않고 고온 내산화성과 물리적 강도가 약하다.
- [0022] 상기 '단계 (1)'의 과정을 통하여 얻어지는 혼합물의 점도는 100 내지 800 cP 인 것이 바람직하다. '단계 (1)'의 과정을 통하여 얻어진 혼합물은 전기방사 장치를 이용하여 전기방사를 하게 된다. 도 1에 전기방사 장치를 나타내었다. 도 1에 나타낸 바와 같이 전기방사 장치는 미세정량펌프(1), 전압발생장치(2), 집속기(3) 및 방사기(4)를 포함하여 이루어진다. 이의 동작을 간단히 설명하면 정량펌프(1)를 통하여 용액이 방사기(4)로 주입되고 방사기(4)를 통하여 방사된 용액은 회전하는 집속기(3)에 의하여 집속된다. 전압발생장치(2)는 필요한 전압을 인가하게 된다. 즉, 상기 '단계 (1)'을 통하여 얻어진 혼합물은 방사기를 통하여 방사되는데, 혼합물의 점도가 800 cP를 초과하는 경우에는 고분자 상호간의 응집력에 의하여 방사기 노즐을 막아 원활한 방사가 이루어지지 않는 문제가 발생할 수 있게 된다. 또한 혼합물의 점도가 100 cP 미만인 경우에는 너무 낮은 점도로 인하여 일정한 형상을 갖지 못하는 문제점이 있어 바람직하지 않다.
- [0023] 상기 '단계 (2)'의 전기방사하는 과정에서 제어가능한 조건은 크게 전압, 방사량(방사속도), 방사기와 집속기 간의 거리, 집속기의 회전속도이다. 즉, 상기의 조건들을 적절히 제어함에 따라 다양한 형상 및 물성을 갖는 탄화규소를 얻을 수 있게 된다.
- [0024] 전기방사 과정에서의 전압은 5 내지 50 kV 범위에 있는 것이 바람직하다. 전압이 하한치 미만일 경우에는 용액의 점도를 극복하지 못하게 되어 원활한 방사가 이루어지지 않는 문제점이 발생하고, 전압이 상한치를 초과할

경우에는 너무 강한 정전기적 힘에 의하여 섬유상이 끊어지거나 일정한 형상을 얻기 힘든 문제점이 발생할 우려가 있어 바람직하지 않다.

[0025] 또한 방사량은 1 내지 20 ml/h 인 것이 바람직하다. 방사량이 하한치 미만일 경우에는 방사가 가능하지 않게 되거나, 방사되는 직경이 너무 작아 섬유상이 끊어지거나 일정한 크기 및 형상의 비드를 얻기가 어려운 문제점이 있고, 방사량이 상한치를 초과할 경우에는 나노크기로 제조하기 어려운 문제점이 있어 바람직하지 않다.

[0026] 방사기와 집속기 간의 거리는 5 내지 50 cm 인 것이 바람직한데, 방사기와 집속기 간의 거리가 하한치 미만일 경우에는 직경 및 형태를 조절하기가 힘들고, 나노크기로 제조하기 어려운 문제점이 있으며, 방사기와 집속기 간의 거리가 상한치를 초과할 경우에는 방사된 혼합물이 집속기에 도달하지 못할 우려가 있으며, 또한 집속기에 도달할 때까지 물성의 변화가 생길 우려가 있어 바람직하지 않다.

[0027] 집속기의 회전속도는 10 내지 1,000 rpm 인 것이 바람직한데, 회전속도가 하한치 미만일 경우에는 포집(집속)이 어려운 문제점이 있고, 회전속도가 상한치를 초과할 경우에는 포집된 형상이 일그러지는 문제점이 있어 바람직하지 않다.

[0028] 이와 같은 네 가지의 조건들 중 공정을 지배하는 주요조건은 전압과 방사량이다. 방사기와 집속기 간의 거리 및 집속기의 회전속도 역시 중요한 조건이긴 하나, 전압과 방사량에 따라 변동하여 맞추어야 할 종속조건으로 볼 수 있다. 또한 상기 조건들은 전기방사 장치의 스케일 등에 따라 변화될 수 있다.

[0029] 상기 '단계 (3)'의 열처리하는 단계는, 1,500 내지 2,000℃의 온도범위에서 0.5 내지 10 시간 동안 이루어지는 것이 바람직하다. 열처리 온도 및 열처리 시간이 하한치 미만일 경우에는 탄소와 규소의 결합반응 및 소결이 충분히 일어나지 않을 우려가 있으며, 열처리 온도 및 열처리 시간이 상한치를 초과할 경우에는 높은 온도에서의 긴 반응시간으로 인하여 탄소와 규소가 치밀하게 소결되어 기공을 막게 되는 문제점과 불필요한 에너지를 낭비하게 되므로 바람직하지 않다.

[0030] 상기 '단계 (4)'의 전자과 차폐 및 흡수재를 제조하는 단계는, 상기 '단계 (3)'의 과정을 통하여 얻어진 고온에서 내산화성을 갖는 다공성 나노 탄화규소와 도료, 고분자수지 및 이들의 혼합물로 이루어진 균으로부터 선택되는 물질을 혼합하고 성형함으로써 이루어진다. 원하는 형상에 따라 성형방법은 다양하게 이루어질 수 있으며, 교반, 함침, 사출, 압출, 압축 성형 등과 같이 종래에 알려진 방법에 따라 성형이 이루어진다. 상기의 성형방법 자체는 공지의 기술이므로 이의 상세한 설명은 생략한다.

[0031] 상기 다공성 나노 탄화규소와 도료, 고분자수지 및 이들의 혼합물로 이루어진 균으로부터 선택되는 물질의 무게비는 0.01 내지 1 : 1인 것이 바람직하다. 무게비가 하한치 미만일 경우에는 전자과 차폐 및 흡수의 효과를 발휘하기 어려울 수 있으며, 무게비가 상한치를 초과할 경우에는 전자과 차폐 및 흡수재에 분산이 일정하지 않을 수 있어 고분자 복합체의 경우 고분자 수지와 계면사이의 접합이 원활치 못하여 경화시 크랙이 발생하거나 물리적 강도가 약해지는 결과가 생길 수 있어 바람직하지 못하고, 도료의 경우 색이 일정하지 못하여 미관상 좋지 못할 결과가 있어 바람직하지 못하다.

[0032] 상기 '단계 (4)'에서 사용되는 도료는, 라텍스형 수지, 콜로이달 디스퍼전, 수지 에멀전 등과 같은 모든 수성도료와 알키드 수지, 아미노수지, 페놀수지, 아크릴수지, 에폭시 수지, 우레탄 수지, 불포화폴리에스터, 포화폴리에스터, 비닐수지 등과 같은 모든 유성도료와 PE, PP, PVC, 나일론, 폴리에스터 수지, 에폭시 수지, 에폭시-폴리에스터 수지, 폴리에스터 수지, 아크릴 수지, 아크릴-폴리에스터 수지 등과 같은 모든 분체도료 및 이들의 혼합물이 사용 가능하다.

[0033] 또한 상기 '단계 (4)'에서 사용되는 고분자수지는, 파라핀, 아크릴, 폴리이미드, 우레탄, 폴리에틸렌테레프탈레이트, 폴리스타렌, 폴리비닐클로라이드, 에폭시 등과 같은 모든 고분자수지 및 이들의 혼합물이 사용가능하다.

[0034] 이하 실시예에 의하여 본 발명을 더욱 상세하게 설명한다.

[0035] 실시예 : 다공성 나노탄화규소 및 전자과 차폐 및 흡수재의 제조

[0036] 폴리아크릴로니트릴(PAN)과 실리콘다이옥사이드(SiO_2)를 디메틸포름알데하이드(DMF)에 용해시켜 다양한 탄소와 규소의 몰비로 전구체 용액을 제조하였다. 또한 탄소와 규소의 몰비가 5:1인 샘플에 0.1 g의 다중벽 탄소나노튜브를 첨가한 전구체 용액 또한 제조하였다. 비교예로서 실리콘화합물과 다중벽 탄소나노튜브(MWCNT)를 첨가하지

많은 PAN을 같은 조건으로 같은 공정을 거쳐 탄소나노섬유를 제조하였다. 각 성분의 조성비는 하기의 표와 같다.

샘플 이름	PAN	SiO ₂	DMF	MWCNT	물 비율 (C/Si)
3C/Si	3g	3.4g	27g	-	3.0
4C/Si	3g	2.5g	27g	-	4.0
5C/Si	3g	2.0g	27g	-	5.0
6C/Si	3g	1.7g	27g	-	6.0
7C/Si	3g	1.5g	27g	-	7.0
5C/Si+CNT	3g	2.0g	27g	0.1g	5.3
Carbonized PAN	3g	-	27g	-	-

[0037]

[0038] 상기 전구체 용액을 도 1에 모식도를 나타낸 것과 같은 전기방사장치를 이용하여 전기방사하였다.

[0039] 전기방사의 조건은 전압 20 kV, 집속기와 방사기 팁과의 거리(TCD) 20 cm, 방사량 15.0 ml/h, 집속기 회전속도 300 rpm, 방사기 팁 18 게이지 니들(내경 1.27 mm)이었다.

[0040] 전기방사 결과물을 공기 분위기 하에서 250℃에서 5시간 동안 안정화시킨 다음, 아르곤 분위기하에서 20℃/min의 승온 속도로 가열하여 최종적으로 1,600℃에서 1시간 동안 열처리하였다.

[0041] 상기와 같은 과정을 통하여 고온에서 내산화성을 갖는 섬유상의 다공성 나노 탄화규소를 제조하였다.

[0042] 본 실시예 및 비교예에 따른 탄화규소의 표면특성을 알아보기 위하여 주사전자현미경(SEM: scanning electron microscope) 이미지를 촬영하여, 이중 6C/Si를 도 2에 나타내었다. 도면에 나타나듯이 다공성 및 나노크기의 탄화규소가 섬유상으로 형성되었음을 확인할 수 있었다.

[0043] 도 3은 본 실시예에 의하여 제조된 다공성 탄화규소 및 비교예에 의하여 제조된 탄소섬유의 X-선 회절분석(XRD:X-ray diffraction)을 나타낸 그래프인데, 이를 통하여 실시예의 샘플이 β-SiC의 구조를 지님을 확인할 수 있었다. 또한 실시예의 XRD 데이터 및 쉬레리식과 브래그식을 이용하여 β-SiC(220)의 회절각에서 결정사이즈와 격자상수를 계산하여 하기의 표에 나타내었다. 비교예의 XRD 데이터에서는 β-SiC(220)에 피크가 존재하지 않는다.

샘플 이름	Center (2θ)	FWHM (2θ)	Crystallite size (nm)	Lattice parameter (Å)
3C/Si	60.00	0.24	28.7	4.3609
4C/Si	59.96	0.24	28.7	4.3635
5C/Si	60.02	0.26	26.5	4.3596
6C/Si	59.98	0.27	25.5	4.3622
7C/Si	60.06	0.31	22.2	4.3569
5C/Si+CNT	59.98	0.22	31.1	4.3620

[0044]

[0045] 도 4는 공기분위기에서의 열중량분석(TGA: thermo gravimetric analysis) 결과를 나타낸 것인데, 이를 통하여

본 실시예에 의하여 제조된 탄화규소 및 비교예에 의하여 제조된 탄소섬유의 내산화성을 확인할 수 있었다. 3C/Si, 4C/Si, 5C/Si, 5C/Si+CNT와 같은 다공성 탄화규소는 공기분위기에서 1,000℃까지 무게의 변화가 거의 없는 것으로 보아 아주 높은 내산화성을 지님을 확인할 수 있었고, 6C/Si, 7C/Si와 같은 다공성 탄화규소는 600℃ 이상의 온도에서 각각 2 wt%, 6 wt%의 감소를 나타낸다. 하지만 비교예의 탄소나노섬유 (Carbonized PAN)는 500℃부터 산화·분해되기 시작하여 완전히 산화·분해된다.

[0046] 본 실시예 및 비교예에 의하여 제조된 샘플의 기공도를 확인하기 위하여 77K에서의 질소흡착등온선을 도 5에 나타내었다. 이를 통하여 실시예에 의하여 제조된 다공성 탄화규소가 높은 비표면적과 기공도를 지님을 확인할 수 있었다. 이 흡착등온선을 통해서 도출한 기공성을 하기의 표에 비표면적, 평균 세공직경, BJH 총기공부피, HK 마이크로세공부피로 나타내었다.

샘플 이름	BET 비표면적 (m ² /g)	평균 기공 직경 (nm)	BJH 총 기공 부피 (cm ³ /g)	HK 마이크로세공 부피 (cm ³ /g)
3C/Si	9.2	90.0	0.018	0.002
4C/Si	9.8	66.3	0.033	0.003
5C/Si	13.4	20.4	0.041	0.003
6C/Si	42.8	21.1	0.123	0.008
7C/Si	54.7	21.5	0.160	0.014
5C/Si+CNT	93.7	17.3	0.461	0.033
Carbonized PAN	11.4	41.1	0.035	0.002

[0047]

[0048] 또한 상기 흡착등온선으로부터의 정보 및 DFT 이론을 이용하여 구한 본 실시예에 의하여 제조된 탄화규소 및 비교예에 의하여 제조된 탄소섬유의 기공크기 분포를 도 6에 나타내었다.

[0049] 상기한 특성을 지닌 샘플들을 이용하여 샘플과 파라핀의 무게비를 2:8로하여 파라핀에 몰딩법을 이용하여 복합체를 제조하였다. 일정량의 파라핀을 녹인 다음 샘플을 함침시킨 후 굳히는 방법을 사용하였다.

[0050] 상기의 방법으로 제조된 전자과 차폐 및 흡수 복합체를 ASTM D4935-99의 방법에 따라 network analyzer(model:E5071A, Agilent technologies, USA)를 이용하여 전자과 차폐 및 흡수효율을 측정하여 도 7에 나타내었다. 도면에서 알 수 있듯이 본 실시예에 의하여 제조된 전자과 차폐 및 흡수재가 비교예에 비하여 전자과 차폐 및 흡수효율이 우수함을 확인할 수 있었다.

[0051] 본 발명은 상기한 실시예와 첨부한 도면을 참조하여 설명되었지만, 본 발명의 개념 및 범위 내에서 상이한 실시예를 구성할 수도 있다. 따라서 본 발명의 범위는 첨부된 청구범위 및 이와 균등한 것들에 의해 정해지며, 본 명세서에 기재된 특정 실시예에 의해 한정되지는 않는다.

도면의 간단한 설명

[0052] 도 1은 전기방사 장치를 나타낸 사진이다.

[0053] 도 2는 본 발명의 실시예에 의하여 제조된 탄화규소 중, 6C/Si의 10,000 배율의 SEM 이미지이다.

[0054] 도 3은 본 발명의 실시예에 의하여 제조된 탄화규소 및 비교예에 의하여 제조된 탄소섬유의 XRD 격자 분석 데이터이다.

[0055] 도 4는 본 발명의 실시예에 의하여 제조된 탄화규소 및 비교예에 의하여 제조된 탄소섬유의 공기 분위기에서의 TGA 분석 데이터이다.

[0056] 도 5는 본 발명의 실시예에 의하여 제조된 탄화규소의 77K에서의 질소흡착 및 탈착 등온선이다.

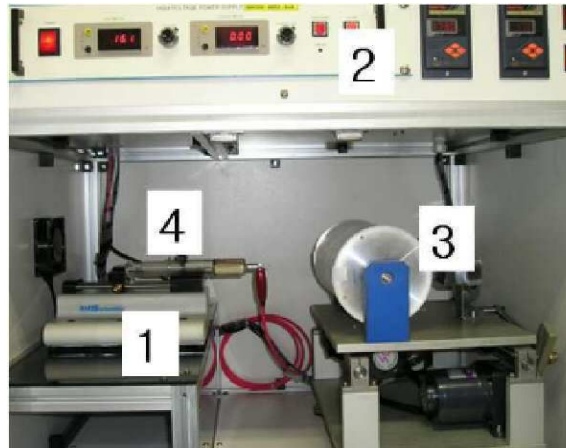
[0057] 도 6은 본 발명의 실시예에 의하여 제조된 탄화규소 및 비교예에 의하여 제조된 탄소섬유의 기공 크기 분석 결

과이다.

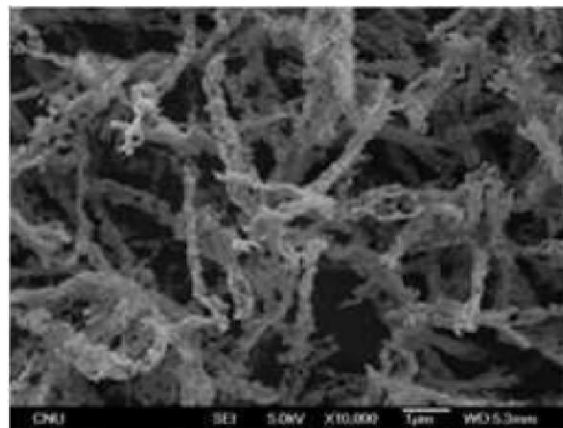
[0058] 도 7 은 본 발명의 실시예 및 비교예에 의하여 제조된 전자파 차폐 및 흡수재의 전자파 흡수효율을 나타낸 것이다.

도면

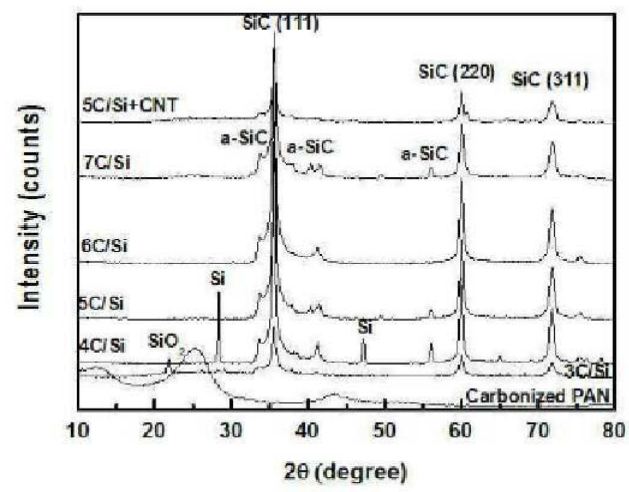
도면1



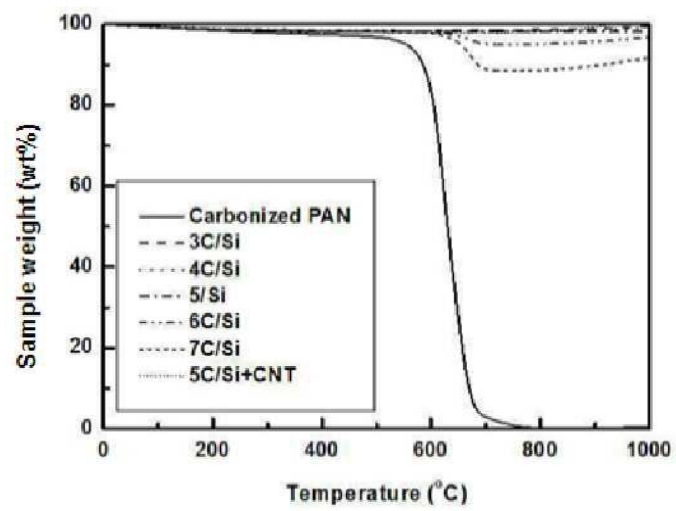
도면2



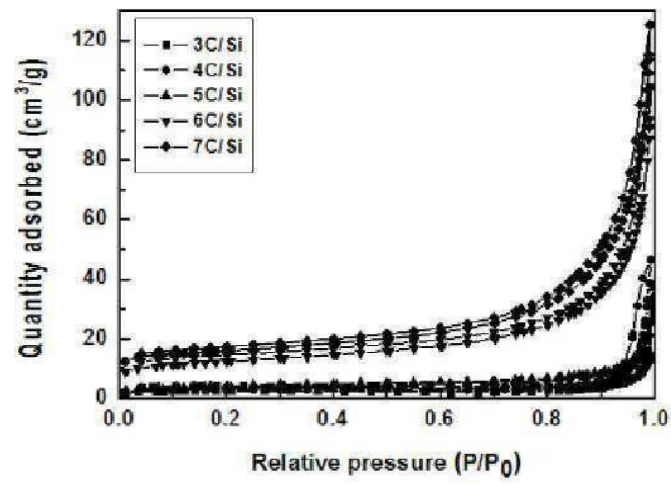
도면3



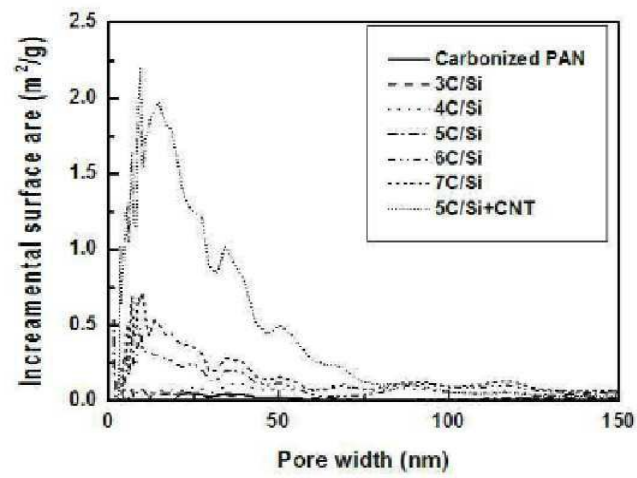
도면4



도면5



도면6



도면7

