



(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2022년06월28일

(11) 등록번호 10-2413680

(24) 등록일자 2022년06월22일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

B29C 70/88 (2018.01) B29B 15/10 (2006.01)

B29C 35/02 (2018.01) B29C 70/02 (2006.01)

B29C 70/22 (2006.01) B29C 70/44 (2018.01)

C08K 3/04 (2006.01) C09D 5/24 (2006.01)

B29K 105/16 (2006.01) B29K 63/00 (2006.01)

(52) CPC특허분류

B29C 70/882 (2013.01)

B29B 15/105 (2013.01)

(21) 출원번호 10-2021-0091143

(22) 출원일자 2021년07월12일

심사청구일자 2021년07월12일

(56) 선행기술조사문헌

KR1020190056934 A

KR1020110048154 A

KR101976129 B1

KR101182380 B1

(73) 특허권자

인하대학교 산학협력단

인천광역시 미추홀구 인하로 100(용현동, 인하대학교)

(72) 발명자

박수진

서울특별시 강남구 역삼로 315-1 (역삼동, 개나리 SK뷰) 501-2101

김윤섭

인천광역시 연수구 민우금로141번길 62 (동춘동, 조홍아파트) 102동 207호

(74) 대리인

이은철, 이수찬

전체 청구항 수 : 총 11 항

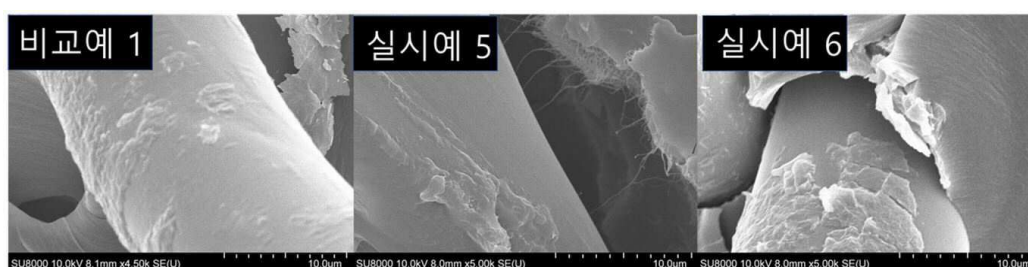
심사관 : 신상훈

(54) 발명의 명칭 환원된 그래핀산화물-탄소나노튜브가 코팅된 부직포 강화 에폭시 복합소재의 제조방법

(57) 요약

본 발명은 환원된 그래핀산화물과 단일벽 탄소나노튜브를 블렌딩하여 환원된 그래핀 산화물 및 단일벽 탄소나노튜브(rGO-SWNTs) 하이브리드 필러가 코팅된 부직포 강화 에폭시 복합재료 및 그 제조방법에 관한 것으로서, 더욱 상세하게는 부직포 강화 에폭시 복합재료의 전기전도도 및 기계적 강도가 향상된 rGO-SWNTs가 코팅된 부직포 강화 에폭시 복합재료 및 그 제조방법에 관한 것이다. 본 발명에 따르면 우수한 전기전도도 및 전자파 차폐 성능을 이끌어내며, 에폭시를 첨가함으로써 기계적 강도가 향상된 부직포 강화 에폭시 복합소재가 제조되는 효과가 있다.

대표도 - 도4



(52) CPC특허분류

B29C 35/02 (2013.01)

B29C 70/025 (2013.01)

B29C 70/22 (2013.01)

B29C 70/44 (2013.01)

C08K 3/041 (2017.05)

C08K 3/042 (2017.05)

C09D 5/24 (2013.01)

B29K 2105/162 (2013.01)

B82Y 30/00 (2013.01)

명세서

청구범위

청구항 1

- (1) 초음파 발생기를 사용하여 환원된 그래핀산화물 및 탄소나노튜브를 초음파 처리하는 단계;
- (2) 초음파 처리된 환원된 그래핀산화물 및 탄소나노튜브를 SDBS(Sodium dodecyl benzenesulfonate)를 첨가하여 분산을 진행하는 단계;
- (3) 합성된 환원된 그래핀산화물-탄소나노튜브(rGO-SWNTs)를 부직포에 코팅하는 단계;
- (4) 상기 코팅된 부직포를 세척하고 건조하는 단계;
- (5) 유기용매로서 아세톤에 에폭시수지를 첨가하여 교반하는 단계;
- (6) 상기 에폭시수지를 가열하는 단계;
- (7) 상기 에폭시수지에 경화제로서 4,4'-diaminodiphenylmethane를 첨가하여 반응시키는 단계;
- (8) 상기 (7) 단계에서 제조된 에폭시수지 혼합물을 진공오븐에서 안정화하는 단계; 및
- (9) 상기 (4) 단계에서 제조된 코팅된 부직포 및 상기 (8) 단계에서 제조된 안정화된 에폭시수지 혼합물을 함침하여 핫프레스를 통해 경화하는 단계;를 포함하는 환원된 그래핀산화물-탄소나노튜브가 코팅된 부직포 강화 에폭시 복합소재의 제조방법.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

상기 (1) 단계에서 상기 초음파 발생기에서 초음파 세기는 30% 내지 50%, 상기 초음파 처리의 온도는 20℃ 내지 50℃ 온도범위이며, 초음파처리 시간은 1분 내지 10분인 것을 특징으로 하는 환원된 그래핀산화물 및 탄소나노튜브가 코팅된 부직포 강화 에폭시 복합소재의 제조방법.

청구항 3

제 1 항에 있어서,

상기 (2) 단계에서 상기 부직포는 폴리프로필렌(Polypropylene), 폴리에스터(Polyester), 폴리에틸렌(Polyethylene), 폴리스타이렌(Polystyrene), 폴리에스터(Polyester) 및 폴리아미드(Polyamide)로 이루어진 군에서 선택된 1종 이상인 것을 특징으로 하는 환원된 그래핀산화물 및 탄소나노튜브가 코팅된 부직포 강화 에폭시 복합소재의 제조방법.

청구항 4

제 1 항에 있어서,

상기 (2) 단계에서 상기 SDBS를 1g 내지 10g 첨가하고, 상기 분산은 40℃ 내지 50℃의 온도범위에서 30분 내지 1시간 동안 반응시키는 것을 특징으로 하는 환원된 그래핀산화물 및 탄소나노튜브가 코팅된 부직포 강화 에폭시 복합소재의 제조방법.

청구항 5

제 1 항에 있어서,

상기 (3) 단계에서 상기 코팅은, 진공오븐에서 20℃ 내지 80℃의 온도로 1시간 내지 12시간 동안 10번 내지 20번 반복 수행하는 것을 특징으로 하는 환원된 그래핀산화물 및 탄소나노튜브가 코팅된 부직포 강화 에폭시 복합소재의 제조방법.

청구항 6

제 1 항에 있어서,

상기 (4) 단계에서 상기 건조는, 50℃ 내지 70℃의 진공오븐에서 1시간 내지 12시간 동안 건조 시키는 것을 특징으로 하는 환원된 그래핀산화물 및 탄소나노튜브가 코팅된 부직포 강화 에폭시 복합소재의 제조방법.

청구항 7

제 1 항에 있어서,

상기 (5) 단계에서 아세톤 100 중량부 대비 에폭시수지 20 내지 40 중량부를 첨가하고, 상기 교반은 40℃ 내지 60℃의 온도범위에서 1시간 내지 3시간 동안 진행하는 것을 특징으로 하는 환원된 그래핀산화물 및 탄소나노튜브가 코팅된 부직포 강화 에폭시 복합소재의 제조방법.

청구항 8

제 1 항에 있어서,

상기 (6) 단계에서 가열은, 100℃ 내지 150℃의 온도범위로 4시간 내지 10시간 동안 가열하여 아세톤을 제거함으로써 안정화시키는 것을 특징으로 하는 환원된 그래핀산화물 및 탄소나노튜브가 코팅된 부직포 강화 에폭시 복합소재의 제조방법.

청구항 9

제 1 항에 있어서,

상기 (7) 단계에서 상기 4,4'-diaminodiphenylmethane를 상기 에폭시수지 혼합물 100 중량부 대비 34 내지 36 중량부를 첨가하고, 상기 반응은, 20℃ 내지 70℃의 온도범위에서 1시간 내지 5시간 동안 반응시키는 것을 특징으로 하는 환원된 그래핀산화물 및 탄소나노튜브가 코팅된 부직포 강화 에폭시 복합소재의 제조방법.

청구항 10

제 1 항에 있어서,

상기 (8) 단계에서 상기 안정화는 상기 진공오븐에서 10℃ 내지 70℃의 온도범위에서 1시간 내지 3시간 동안 기포를 제거하는 것을 특징으로 하는 환원된 그래핀산화물 및 탄소나노튜브가 코팅된 부직포 강화 에폭시 복합소재의 제조방법.

청구항 11

제 1 항에 있어서,

상기 (9) 단계에서 상기 경화는 상기 핫프레스에서 1단계로서, 60℃ 내지 90℃의 온도범위에서 1시간 내지 2시간, 2단계로서, 90℃ 내지 125℃의 온도범위에서 1시간 내지 2시간, 및 3단계로서, 140℃ 내지 170℃의 온도범위에서 1시간 내지 2시간 동안 총 3단계로 경화하는 것을 특징으로 하는 환원된 그래핀산화물 및 탄소나노튜브가 코팅된 부직포 강화 에폭시 복합소재의 제조방법.

발명의 설명**기술 분야**

[0001] 본 발명은 환원된 그래핀산화물(rGO, reduced Graphene Oxide)과 단일벽 탄소나노튜브(SWNTs, Single Walled NanoTubes)를 블렌딩하여 환원된 그래핀 산화물 및 단일벽 탄소나노튜브(rGO-SWNTs) 하이브리드 필러가 코팅된 부직포(NFs, Non-woven Fabrics) 강화 에폭시 복합재료 및 그 제조방법에 관한 것으로서, 더욱 상세하게는 부직포 강화 에폭시 복합재료의 전기전도도 및 기계적 강도가 향상된 rGO-SWNTs가 코팅된 부직포 강화 에폭시 복합재료 및 그 제조방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 최근 전자 부품의 고성능화로 인한 전자 부품의 개발이 활발히 진행되고 있다. 이러한 전자 부품에서는 전자과

가 발생되며, 기기 간의 전자파 간섭으로 인한 기기 오작동 및 전자파가 인체에 악영향을 끼치기 때문에 전 세계적으로 전자파 규제가 강화되고 있으며, 이에 따라 전자파에 노출되는 것을 방지하기 위해 전자파 차폐 기술의 개발이 더욱 중요해지고 있다.

[0003] 전자파 차폐 분야에서 극한 물성이 요구되는 복합재료에 대한 수요가 요구되고 있으며, 카본필러와 같은 전기전도도가 우수한 차폐 재료가 대두되고 있다. 특히, 최근 이러한 전자파 차폐를 향상시키기 위해 다른 고분자나 탄소소재, 나노 사이즈의 입자를 복합하는 등의 방법을 도입한 연구들이 확인되고 있다.

[0004] 다양한 필러소재들 중 탄소소재는 에폭시 기지에 복합되어 전기전도도 및 기계적 강도를 월등히 향상시킬 수 있다. 다양한 탄소소재 중 그래핀과 탄소나노튜브는 나노 스케일의 우수한 특성을 마이크로 스케일로 전달할 수 있는 기능성을 제공한다. 그러나 그래핀과 탄소나노튜브는 본질적으로 소수성 물질이며 입자사이에 반데르발스(van der Waals) 힘으로 인해 매트릭스 내에서 계면상호작용과 관련하여 그래핀과 탄소나노튜브가 자체적으로 응집되는 어려움이 있다. 초음파 방법을 사용하여 그래핀과 탄소나노튜브를 합성 후 분산제를 사용하여 분산하여, 복합화를 통해 문제를 해결할 수 있다.

[0005] rGO-SWNTs 하이브리드 필러는 부직포에 코팅되어 전기전도도를 월등히 향상시킬 수 있다. 또한, 에폭시 수지를 도입함으로써 기계적 강도 및 계면 물성도 향상시킬 수 있다. 특히, rGO-SWNTs 하이브리드 필러는 우수한 시너지 효과를 나타내며 부직포 강화 에폭시 복합재료의 기계적 특성 및 전자파 차폐 성능을 매우 향상시킨 연구사례가 등장하고 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0006] 본 발명은 상기와 같은 문제점을 해결하기 위해 고안한 것으로서, 입사되는 전자파의 차폐 및 흡수 성능을 향상시키는 전자파 차폐 복합재용 하이브리드 필러 및 그 제조방법을 제공하는데 그 목적이 있다.

과제의 해결 수단

[0007] 상기 목적을 달성하기 위하여, 본 발명은 기계적 강도 및 전자파 차폐가 향상된 환원된 그래핀산화물-탄소나노튜브가 코팅된 부직포 강화 에폭시 복합소재 및 제조방법을 제공한다. 환원된 그래핀산화물 및 탄소나노튜브가 코팅된 부직포 강화 에폭시 복합소재의 제조방법에 있어서, (1) 초음파 발생기를 사용하여 환원된 그래핀산화물 및 탄소나노튜브를 초음파 처리하는 단계; (2) 초음파 처리된 환원된 그래핀산화물 및 탄소나노튜브를 SDBS(Sodium dodecyl benzenesulfonate)를 첨가하여 분산을 진행하는 단계; (3) 합성된 환원된 그래핀산화물-탄소나노튜브(rGO-SWNTs)를 부직포에 코팅하는 단계; (4) 상기 코팅된 부직포를 세척하고 건조하는 단계; (5) 유기용매로서 아세톤에 에폭시수지를 첨가하여 교반하는 단계; (6) 상기 에폭시수지를 가열하는 단계; (7) 상기 에폭시수지에 경화제로서 4,4'-diaminodiphenylmethane를 첨가하여 반응시키는 단계; (8) 상기 (7) 단계에서 제조된 에폭시수지 혼합물을 진공오븐에서 안정화하는 단계; 및 (9) 상기 (4) 단계에서 제조된 코팅된 부직포 및 상기 (8) 단계에서 제조된 안정화된 에폭시수지 혼합물을 합침하여 핫프레스를 통해 경화하는 단계;를 포함할 수 있다.

[0008] 바람직하게, 상기 (1) 단계에서 상기 초음파 발생장치에서 초음파 세기는 30% 내지 50%, 상기 초음파 처리의 온도는 20℃ 내지 50℃ 온도범위이며, 초음파처리 시간은 1분 내지 10분일 수 있다.

[0009] 바람직하게, 상기 (2) 단계에서 상기 부직포는 폴리프로필렌(Polypropylene), 폴리에스터(Polyester), 폴리에틸렌(Polyethylene), 폴리스타이렌(Polystyrene), 폴리에스터(Polyester) 및 폴리아미드(Polyamide)로 이루어진 군에서 선택된 1종 이상을 포함할 수 있다.

[0010] 바람직하게, 상기 (2) 단계에서 상기 SDBS를 1g 내지 10g 첨가하고, 상기 분산은 40℃ 내지 50℃의 온도범위에서 30분 내지 1시간 동안 반응시키는 것일 수 있다.

[0011] 바람직하게, 상기 (3) 단계에서 상기 코팅은, 진공오븐에서 20℃ 내지 80℃의 온도로 1시간 내지 12시간 동안 10번 내지 20번 반복 수행할 수 있다.

[0012] 바람직하게, 상기 (4) 단계에서 상기 건조는, 50℃ 내지 70℃의 진공오븐에서 1시간 내지 12시간 동안 건조시키는 것일 수 있다.

- [0013] 바람직하게, 상기 (5) 단계에서 아세톤 100 중량부 대비 에폭시수지 20 내지 40 중량부를 첨가하고, 상기 교반은 40℃ 내지 60℃의 온도범위에서 1시간 내지 3시간 동안 진행되는 것일 수 있다.
- [0014] 바람직하게, 상기 (6) 단계에서 가열은, 100℃ 내지 150℃의 온도범위로 4시간 내지 10시간 동안 가열하여 아세톤을 제거함으로써 안정화시키는 것일 수 있다.
- [0015] 바람직하게, 상기 (7) 단계에서 상기 4,4'-diaminodiphenylmethane를 상기 에폭시수지 혼합물 100 중량부 대비 34 내지 36 중량부를 첨가하고, 상기 반응은, 20℃ 내지 70℃의 온도범위에서 1시간 내지 5시간 동안 반응시키는 것일 수 있다.
- [0016] 바람직하게, 상기 (8) 단계에서 상기 안정화는 상기 진공오븐에서 10℃ 내지 70℃의 온도범위에서 1시간 내지 3시간 동안 기포를 제거하는 것일 수 있다.
- [0017] 바람직하게, 상기 (9) 단계에서 상기 경화는 상기 핫프레스에서 1단계로서, 60℃ 내지 90℃의 온도범위에서 1시간 내지 2시간, 2단계로서, 90℃ 내지 125℃의 온도범위에서 1시간 내지 2시간, 및 3단계로서, 140℃ 내지 170℃의 온도범위에서 1시간 내지 2시간 동안 총 3단계로 진행할 수 있다.

발명의 효과

- [0018] 상기와 같은 본 발명에 따르면, rGO-SWNTs를 하이드로 필러로 사용하여 부직포에 코팅함으로써, rGO-SWNTs의 시너지 효과가 우수한 전기전도도 및 전자파 차폐 성능을 이끌어내며, 에폭시를 첨가함으로써 기계적 강도가 향상된 부직포 강화 에폭시 복합소재가 제조되는 효과가 있다.

도면의 간단한 설명

- [0019] 도 1은 본 발명의 실시예에 따른 rGO-SWNTs가 코팅된 부직포 강화 에폭시 복합소재와 비교예의 전기전도도 및 향상정도의 비교 그래프이다.
- 도 2는 본 발명의 실시예에 따른 rGO-SWNTs가 코팅된 부직포 강화 에폭시 복합소재와 비교예의 파괴인성 및 향상정도의 비교 그래프이다.
- 도 3은 본 발명의 실시예에 따른 rGO-SWNTs가 코팅된 부직포 강화 에폭시 복합소재와 비교예의 전자파차폐 및 향상정도의 비교 그래프이다
- 도 4는 본 발명에서 제조한 rGO-SWNTs가 코팅된 부직포 강화 에폭시 복합소재의 실시예 5, 실시예 6 및 비교예 1의 파단면의 SEM 사진이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0020] 이하, 본 발명을 상세히 설명한다.
- [0021] 본 발명의 다른 유형에 따르는 환원된 그래핀산화물-탄소나노튜브(rGO-SWNTs)로 코팅된 부직포 강화 에폭시 복합소재의 제조방법은 (1) 초음파를 사용하여 환원된 그래핀산화물과 탄소나노튜브를 합성하는 단계; (2) 합성을 위해, 분산제로 사용되는 SDBS(Sodium dodecyl benzenesulfonate)를 사용하여 분산시키는 단계; (3) 합성된 환원된 그래핀산화물과 탄소나노튜브를 부직포에 코팅하는 단계; (4) 코팅된 부직포의 SDBS를 제거하기 위해 세척하고 건조하는 단계; (5) 유기용매로서 아세톤을 이용하여 에폭시 수지를 혼합하는 단계; (6) 상기 제조된 혼합물을 안정화하는 단계; (7) 경화제를 첨가하여 혼합하는 단계; (8) 상기 제조된 혼합물을 진공 오븐에서 안정화하는 단계; (9) 상기 코팅된 부직포 및 제조된 에폭시수지 혼합물을 핫 프레스로 경화시켜 환원된 그래핀산화물-탄소나노튜브로 코팅된 부직포 강화 에폭시 복합소재를 제조한다.
- [0022] 더욱 상세하게는, 상기 (7) 단계에서 에폭시는 100g, 경화제로서 4,4'-diaminodiphenylmethane는 에폭시수지에 대한 당량비로 34g 내지 36g, rGO-SWNTs 1g 내지 10g 및 상기 (9) 단계에서 부직포는 40g 내지 60g인 것을 포함할 수 있다.
- [0023] 본 발명의 일 측면에 따른 rGO-SWNTs로 코팅된 부직포 강화 에폭시 복합소재는 부직포에 rGO-SWNTs가 코팅된 후 에폭시를 첨가하여 얻어진다.
- [0024] 본 발명의 제조과정을 상세히 살펴보면, 상기 (1) 단계에서, 초음파 발생장치(Ultra-sonicator, SONICS&MATERIALS Co., Korea)에서 초음파 발생장치 초음파 세기는 30% 내지 50%, 온도는 20℃ 내지 50℃의 온

도범위에서 rGO의 함량 1g으로 고정시키고 SWNTs의 함량을 1g 첨가하여 제조하였다.

- [0025] (2) 상기 (1) 단계에서 rGO-SWNTs 제조 이후, rGO-SWNTs의 분산을 위해 분산제로 사용되는 SDBS(Sodium dodecyl benzenesulfonate)을 사용하여 분산제의 함량은 1g에서 10g까지 첨가하여 50℃의 온도에서 가열시키고 1시간 내지 4시간 동안 반응시키는 것이 바람직하다.
- [0026] (3) 상기 (2) 단계에서 분산액 제조 이후, 부직포에 코팅을 진행하기 위해 코팅횟수는 10번에서 20번으로 진행하였다. 진공오븐 20℃ 내지 80℃의 온도범위에서 1시간 내지 12시간 동안 건조하였다.
- [0027] (4) 상기 (3) 단계에서 rGO-SWNTs를 부직포에 코팅한 후, 코팅된 부직포 내의 SDBS를 제거하기 위해 세척을 진행하고 60℃ 온도의 진공오븐에서 1시간 내지 12시간 동안 건조하였다. SDBS를 제거하지 않을 경우, rGO-SWNTs가 코팅된 부직포의 전기전도도가 저하되는 현상이 발생하기 때문에 우수한 성능을 가진 복합체를 제조할 수 없다.
- [0028] (5) 상기 (4) 단계에서 SDBS 제거 이후, 환원된 그래핀산화물-탄소나노튜브가 코팅된 부직포 복합체를 에폭시 수지 혼합물과 함침하기 위하여, 에폭시수지 혼합물을 제조하였다.
- [0029] 상기 (5) 단계에서 제조된 에폭시수지 혼합물을 사용하여 (6) 단계로 안정화 하는 단계를 진행하였다. 제조된 에폭시수지 혼합물에서 유기용매를 100℃ 내지 150℃의 온도범위에서 4시간 내지 10시간 동안 제거하는 것이 바람직하다. 유기용매가 잔류할 경우, 경화반응에서 기포가 형성되기 때문에 필수적으로 제거해야한다. 이 기포는 기계적 특성 및 전기적 특성을 저하시킨다.
- [0030] (7) 상기 (6) 단계에서 유기용매가 제거된 에폭시수지 혼합물에 경화제를 첨가하여 혼합하는 단계를 진행하였다. 이 과정에서 경화제로서 4,4'-diaminodiphenylmethane를 에폭시 수지 당량비에 맞게 첨가하여 20℃ 내지 70℃의 온도범위에서 1시간 내지 5시간 동안 반응시킨다. 에폭시수지의 경화반응에서 경화제를 에폭시수지 2관능성 당량비에 맞게 첨가해야한다.
- [0031] (8) 상기 (7) 단계에서 경화반응 중인 에폭시 혼합물을 진공오븐에서 안정화하는 단계는 에폭시수지에 경화제가 첨가되어 화학적 반응으로 인해 기포가 생기는 문제로 진공오븐에서 감압 하에 10℃ 내지 60℃의 온도범위에서 1시간 내지 3시간 동안 기포를 제거하는 것이 바람직하다. 앞서 설명한 바와 같이 경화과정에서 발생한 기포는 최종적으로 제조된 에폭시 복합재료 내에 기공(Void)을 형성하여 전기전도도 및 기계적 강도를 저하시킬 수 있다.
- [0032] (9) 상기 (8) 단계에서 안정화가 끝난 에폭시수지 혼합물을 핫프레스를 사용하여 1단계는 60℃ 내지 90℃의 온도범위에서 1시간 내지 2시간(안정화단계), 2단계는 90℃ 내지 125℃의 온도범위에서 1시간 내지 2시간(가경화단계), 3단계는 140℃ 내지 170℃의 온도범위에서 1시간 내지 2시간(경화단계)으로 총 3단계로 3시간 내지 6시간 경화시켜 rGO-SWNTs로 코팅된 부직포 강화 에폭시 복합소재를 제조하였다. 더 자세하게는 3단계 경화 과정을 진행하지 않을 경우, 기공을 형성하여 전기전도도 및 기계적 강도 저하가 일어날 수 있으며, 경화온도가 110℃ 미만일 경우에는 완전히 경화되지 않으며, 170℃ 이상일 경우에는 에폭시수지가 일부 분해되어 물성저하를 초래한다.
- [0034] 이하, 실시예를 통하여 본 발명을 더욱 상세히 설명하고자 한다. 이들 실시예는 오로지 본 발명을 예시하기 위한 것으로서, 본 발명의 범위가 이들 실시예에 의해 제한되는 것으로 해석되지는 않는 것은 당업계에서 통상의 지식을 가진 자에게 있어서 자명할 것이다.
- [0036] **실시예 1.**
- [0037] 초음파 발생장치(Ultra sonicator, SONICS&MATERIALS Co., Korea)에서 초음파 세기는 30% 내지 50%, 온도는 20℃ 내지 50℃ 조건에서 rGO의 함량 1g으로 고정시키고, SWNTs의 함량을 1g 첨가하여 1분간 초음파 처리하였다. 초음파 처리 이후, 분산제로 사용되는 SDBS(Sodium dodecyl benzenesulfonate)을 1g 첨가하여 35℃의 온도범위에서 유지시키고 30분 동안 반응시켜 분산을 진행하였다. 분산제 첨가 이후, 부직포에 코팅을 진행하였다. 코팅 횟수는 10번으로 진행하였으며, 80℃의 진공오븐에서 12시간 동안 건조하였다. 그 다음 rGO-SWNTs가 코팅된 부직포의 SDBS를 제거하기 위해 세척을 진행하고 60℃의 온도범위에서 12시간 동안 rGO-SWNTs가 코팅된 부직포를 건조하였으며, 이 과정을 15번 반복하였다.
- [0038] 그 다음 유기용매로서 아세톤(C_3H_6O) 50mL 내지 200mL에 에폭시수지를 10g 내지 50g 첨가한 뒤, 50℃의 온도에서 2시간 동안 교반을 진행한다. 상기 반응이 끝난 후, 아세톤을 제거하기 위해 150℃의 온도에서 10시간 동안

가열하였다. 그 다음, 에폭시수지 혼합물에 경화제를 2관능성 에폭시 당량비로서, 에폭시수지 혼합물 100중량부 대비 34 내지 36중량부 첨가하여 70° C의 온도에서 5시간 동안 반응시켰다. 이후, 진공 오븐에서 감압 하에 60 °C의 온도에서 1시간 동안 기포를 제거하였다. 그 다음, 핫 프레스에서 경화과정을 진행하는데 1단계는 90°C의 온도에서 2시간, 2단계는 125°C의 온도에서 2시간, 3단계는 170° C의 온도에서 2시간으로 총 3단계로 6시간 경 화시켜 환원된 그래핀산화물-탄소나노튜브가 코팅된 부직포 강화 에폭시 복합소재를 제조하였다.

실시예 2.

상기 실시예 1과 동일하게 과정을 실시하되, SWNT의 함량을 2wt.%로 하여 rGO-SWNT로 코팅된 부직포 강화 에폭 시 복합소재를 제조하였다.

실시예 3.

상기 실시예 1과 동일하게 과정을 실시하되, SWNT의 함량을 3wt.%로 하여 rGO-SWNT로 코팅된 부직포 강화 에폭 시 복합소재를 제조하였다.

실시예 4.

상기 실시예 1과 동일하게 과정을 실시하되, SWNT의 함량을 4wt.%로 하여 rGO-SWNT로 코팅된 부직포 강화 에폭 시 복합소재를 제조하였다.

실시예 5.

상기 실시예 1과 동일하게 과정을 실시하되, SWNT의 함량을 5wt.%로 하여 rGO-SWNT로 코팅된 부직포 강화 에폭 시 복합소재를 제조하였다.

실시예 6.

상기 실시예 1과 동일하게 과정을 실시하되, SWNT의 함량을 10wt.%로 하여 rGO-SWNT로 코팅된 부직포 강화 에폭 시 복합소재를 제조하였다.

실시예 7.

상기 실시예 1과 동일하게 과정을 실시하되, SWNT의 함량을 5wt.%로 하고, 초음파 처리 시간을 10분으로하여 rGO-SWNT로 코팅된 부직포 강화 에폭시 복합소재를 제조하였다.

실시예 8.

상기 실시예 1과 동일하게 과정을 실시하되, SWNT의 함량을 5wt.%로 하고, 코팅횟수를 20번 진행하여 rGO-SWNT로 코팅된 부직포 강화 에폭시 복합소재를 제조하였다.

비교예 1.

상기 실시예 1과 동일하게 과정을 실시하되, SWNT를 제외하고 rGO의 함량을 5wt.%로 하여 rGO로 코팅된 부직포 강화 에폭시 복합소재를 제조하였다.

측정예 1. 본 발명에서 제조한 rGO-SWNTs가 코팅된 부직포 강화 에폭시복합소재 전기전도도 시험

전기전도도시험은 4단자법에 의한 면저항 측정기(MCP-T610, Mitsubishi Chemical, Japan)를 사용하여 rGO-SWNTs가 코팅된 부직포 강화 에폭시복합소재를 ASTM D257에 따라 측정하였다.

측정예 2. 본 발명에서 제조한 rGO-SWNTs가 코팅된 부직포 강화 에폭시복합소재 파괴인성 시험

파괴인성시험은 만능재료시험기(UTM, Lloyd LR5k, UK)를 사용하여 rGO-SWNTs가 코팅된 부직포 강화 에폭시복합 소재를 ASTM D5045에 따라 시편을 제조한 후 3포인트 굽힘 시험 방법 측정하였다.

측정예 3. 본 발명에서 제조한 rGO-SWNTs가 코팅된 부직포 강화 에폭시복합소재 전자파차폐 시험

전자파차폐는 전자파차폐 측정기(AGILENT, USA)를 통해 rGO-SWNTs가 코팅된 부직포 강화 에폭시복합소재의 전 자파 차폐재의 차폐율을 측정하였다.

측정예 4. 본 발명에서 제조한 rGO 및 rGO-SWNTs가 코팅된 부직포 강화 에폭시 복합소재 파단면 관찰

본 발명에서 scanning electron microscopy(SEM, SU 8010, Hitachi, Ltd., Japan)을 사용하여 제조된 rGO 및

rGO-SWNTs가 코팅된 부직포 강화 에폭시 복합소재의 구조를 변화시켰는지 관찰하였다.

[0068]

다음은 본 발명에 따른 rGO 및 rGO-SWNTs가 코팅된 부직포 강화 에폭시 복합소재의 제조조건을 표 1에 표시하고, 제조된 복합재료의 전기전도도, 파괴인성 및 전자파차폐 수치값을 표 2에 표시한다.

표 1

샘플명	필러 종류	함량 (중량) (wt.%)	초음파처리 시간(min)	SDBS 분산시간 (min)	코팅횟수 (n)	교반시간 (min)	기포제거 시간(min)	경화온도 (°C)
실시예 1	SWNTs	1	1	30	10	120	60	170
실시예 2	SWNTs	2	1	30	10	120	60	170
실시예 3	SWNTs	3	1	30	10	120	60	170
실시예 4	SWNTs	4	1	30	10	120	60	170
실시예 5	SWNTs	5	1	30	10	120	60	170
실시예 6	SWNTs	10	1	30	10	120	60	170
실시예 7	SWNTs	5	10	30	10	120	60	170
실시예 8	SWNTs	5	1	30	20	120	60	170
비교예 1	rGO	5	1	30	10	120	60	170

[0069]

표 2

	전기전도도 (S.cm ⁻¹)	파괴인성 (MPa.m ^{1/2})	전자파차폐 (dB)
실시예 1	14.8	24.18	14.52
실시예 2	17.4	28.2	16.64
실시예 3	21.7	32.1	28.12
실시예 4	26.5	34.2	35.02
실시예 5	30.1	38.56	40.1
실시예 6	28.8	36.21	36.81
실시예 7	24.3	33.45	34.55
실시예 8	26.36	34.72	31.33
비교예 1	6.2	20.08	8.5

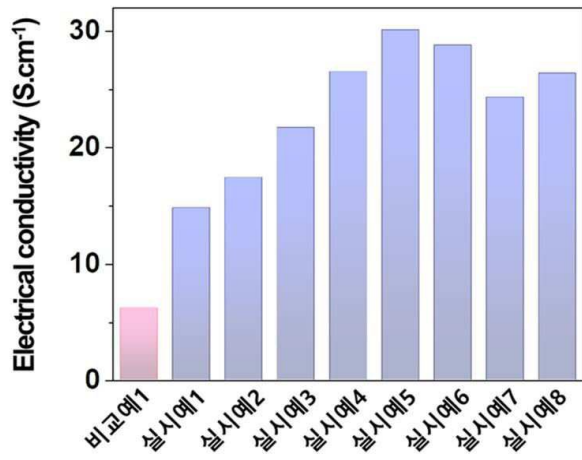
[0070]

[0072]

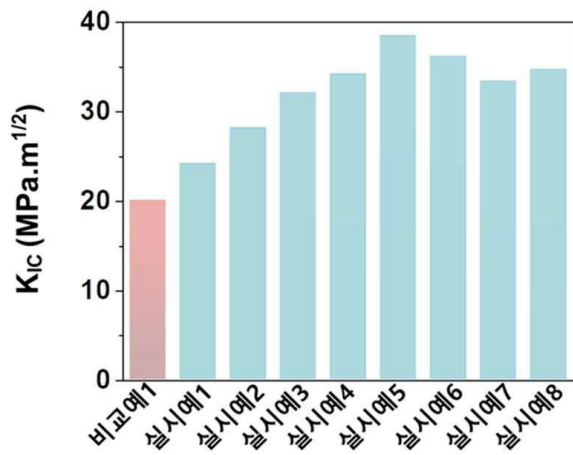
이상, 본 발명내용의 특정한 부분을 상세히 기술하였는바, 당업계의 통상의 지식을 가진 자에게 있어서, 이러한 구체적인 기술은 단지 바람직한 실시 양태일 뿐이며, 이에 의해 본 발명의 범위가 제한되는 것이 아닌 점은 명백할 것이다. 따라서, 본 발명의 실질적인 범위는 첨부된 청구항들과 그것들의 등가물에 의해 정의된다고 할 것이다.

도면

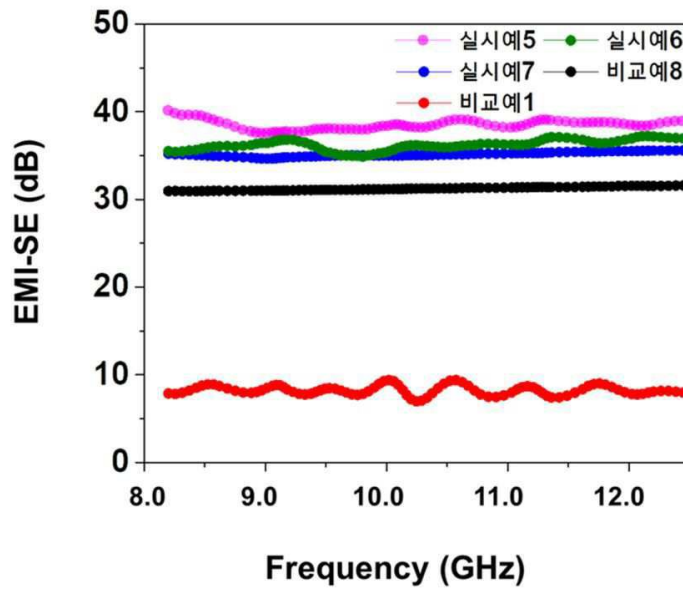
도면1



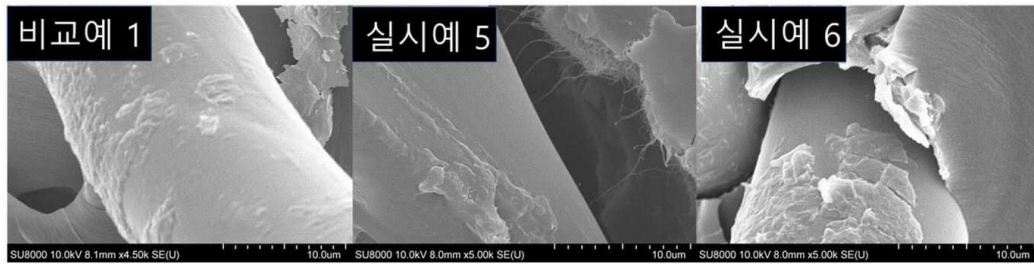
도면2



도면3



도면4



【심사관 직권보정사항】

【직권보정 1】

【보정항목】 청구범위

【보정세부항목】 청구항 2

【변경전】

제 1 항에 있어서,

상기 (1) 단계에서 상기 초음파 발생장치에서 초음파 세기는 30% 내지 50%, 상기 초음파 처리의 온도는 20℃ 내지 50℃ 온도범위이며, 초음파처리 시간은 1분 내지 10분인 것을 특징으로 하는 환원된 그래핀산화물 및 탄소나노튜브가 코팅된 부직포 강화 에폭시 복합소재의 제조방법.

【변경후】

제 1 항에 있어서,

상기 (1) 단계에서 상기 초음파 발생기에서 초음파 세기는 30% 내지 50%, 상기 초음파 처리의 온도는 20℃ 내지 50℃ 온도범위이며, 초음파처리 시간은 1분 내지 10분인 것을 특징으로 하는 환원된 그래핀산화물 및 탄소나노튜브가 코팅된 부직포 강화 에폭시 복합소재의 제조방법.