



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2020-0086123
(43) 공개일자 2020년07월16일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C03C 25/007 (2018.01) C03C 25/36 (2006.01)
C08J 5/04 (2006.01) C08J 5/06 (2006.01)
C08K 3/04 (2006.01) C08K 5/00 (2006.01)
C08K 7/04 (2006.01) C08K 9/08 (2006.01)

(52) CPC특허분류
C03C 25/007 (2018.01)
C03C 25/36 (2013.01)

(21) 출원번호 10-2019-0002353
(22) 출원일자 2019년01월08일
심사청구일자 2019년01월08일

(71) 출원인
인하대학교 산학협력단
인천광역시 미추홀구 인하로 100(용현동, 인하대학교)

(72) 발명자
박수진
서울특별시 강남구 역삼로 307, 203동 2103호(역삼동, 역삼 I'PARK)

김성황
서울특별시 은평구 증산서길 106-14, 502호(증산동, 현대빌라)

(74) 대리인
이은철, 이수찬

전체 청구항 수 : 총 8 항

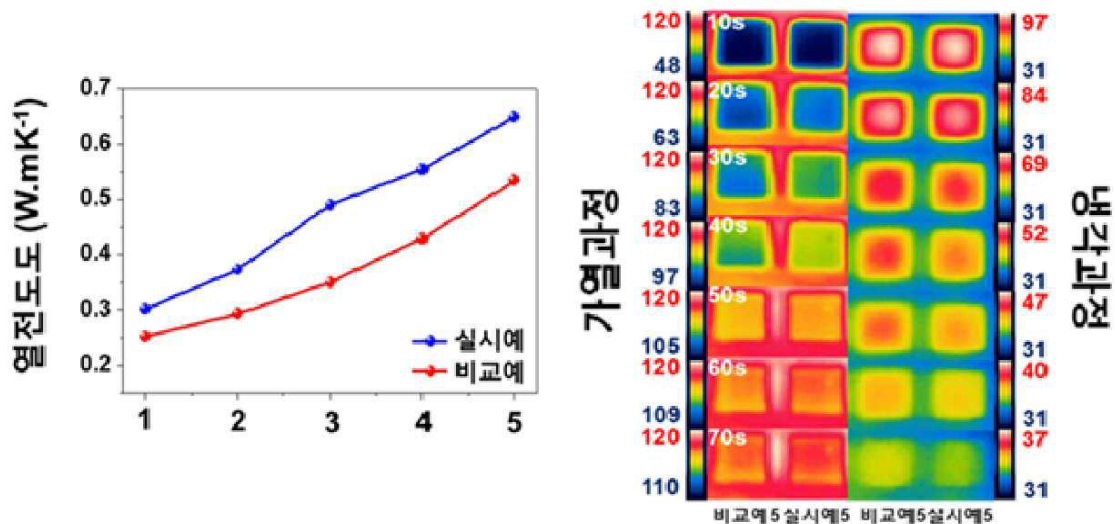
(54) 발명의 명칭 오존 처리된 단일 벽 탄소나노튜브로 강화된 현무암 섬유 강화 에폭시 복합재료 및 이의 제조 방법

(57) 요약

본 발명은 오존 처리된 단일 벽 탄소나노튜브로 강화된 현무암 섬유 강화 에폭시 복합재료의 제조방법에 관한 것으로서, (a) 단일 벽 탄소나노튜브를 오존처리 하는 단계; (b) 상기 오존 처리된 단일 벽 탄소나노튜브를 에폭시 수지와 혼합하는 단계; (c) 상기 (b)단계를 거쳐 제조된 혼합물에 현무암 섬유를 함침시켜 경화하는 단계를 포함한다.

상기와 같은 본 발명에 따르면, 현무암섬유 강화 에폭시 복합재료에 오존 처리된 단일 벽 탄소나노튜브를 도입함으로써 기존의 현무암섬유 강화 에폭시 복합재료보다 더 강한 기계적 강도 및 향상된 열전도도를 갖는 효과가 있다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

C08J 5/044 (2013.01)

C08J 5/06 (2013.01)

C08K 3/041 (2017.05)

C08K 5/005 (2013.01)

C08K 7/04 (2013.01)

C08K 9/08 (2013.01)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 2018K000290

부처명 과학기술정보통신부

연구관리전문기관 과학기술일자리진흥원

연구사업명 연구성과사업화지원사업 (기술 업그레이드 R&D)

연구과제명 800 mAh/g급 피치계 탄소 코팅재 개발

기 여 율 1/2

주관기관 인하대학교산학협력단

연구기간 2018.04.01 ~ 2019.12.31

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 10083586

부처명 산업자원통상부

연구관리전문기관 한국산업기술평가관리원

연구사업명 탄소산업기반조성사업

연구과제명 석유계 원료기반 초전도성 흑연섬유 제조 기술 개발

기 여 율 1/2

주관기관 한국과학기술연구원

연구기간 2017.10.01 ~ 2021.12.31

명세서

청구범위

청구항 1

- (a) 단일 벽 탄소나노튜브를 오존처리 하는 단계;
- (b) 상기 오존 처리된 단일 벽 탄소나노튜브를 에폭시 수지와 혼합하는 단계;
- (c) 상기 (b)단계를 거쳐 제조된 혼합물에 현무암 섬유를 함침시켜 경화하는 단계를 포함하는 오존 처리된 단일 벽 탄소나노튜브로 강화된 현무암 섬유 강화 에폭시 복합재료의 제조방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 (b) 단계는 유기용매에 상기 오존 처리된 단일 벽 탄소나노튜브를 혼합한 후 이에 상기 에폭시수지를 혼합하는 것을 특징으로 하는 오존 처리된 단일 벽 탄소나노튜브로 강화된 현무암 섬유 강화 에폭시 복합재료의 제조방법.

청구항 3

제 2 항에 있어서,

상기 오존 처리된 단일 벽 탄소나노튜브는 상기 유기용매에 상기 에폭시수지 대비 1 내지 5 중량% 혼합되는 것을 특징으로 하는 오존 처리된 단일 벽 탄소나노튜브로 강화된 현무암 섬유 강화 에폭시 복합재료의 제조방법.

청구항 4

제 2 항에 있어서,

상기 (b) 단계 직후 상기 유기용매를 제거하는 것을 특징으로 하는 오존 처리된 단일 벽 탄소나노튜브로 강화된 현무암 섬유 강화 에폭시 복합재료의 제조방법.

청구항 5

제 4 항에 있어서,

상기 유기용매가 제거된 단일 벽 탄소나노튜브와 에폭시 수지의 혼합물을 경화하는 것을 특징으로 하는 오존 처리된 단일 벽 탄소나노튜브로 강화된 현무암 섬유 강화 에폭시 복합재료의 제조방법.

청구항 6

제 5 항에 있어서,

상기 경화된 혼합물을 1 내지 3시간 동안 기포를 제거하는 것을 특징으로 하는 오존 처리된 단일 벽 탄소나노튜브로 강화된 현무암 섬유 강화 에폭시 복합재료의 제조방법.

청구항 7

제 1 항에 있어서,

상기 (c) 단계는 상기 (b) 단계를 거친 혼합물에 현무암 섬유를 함침시킨 후 상기 함침된 현무암 섬유를 단계적으로 경화하는 것을 특징으로 하는 오존 처리된 단일 벽 탄소나노튜브로 강화된 현무암 섬유 강화 에폭시 복합재료의 제조방법.

청구항 8

오존처리 된 단일 벽 탄소나노튜브와 에폭시 수지 및 현무암 섬유를 포함하는 현무암 섬유 강화 에폭시 복합재료.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 오존 처리된 단일 벽 탄소나노튜브(Ozone-treated single-walled carbon nanotubes, OSWCNTs)로 강화된 현무암 섬유 강화 에폭시 복합재료 및 이의 제조방법에 관한 것으로서, 더욱 상세하게는 오존 처리된 단일 벽 탄소나노튜브를 도입함으로써 기존의 현무암섬유 강화 에폭시 복합재료보다 강한 기계적 강도 및 향상된 열적 특성을 가지는 현무암섬유 강화 에폭시 복합재료에 관한 것이다.

배경 기술

[0003] 분자 내에 에폭시 그룹(C-O-C)을 두 개 이상 가지고 있는 에폭시 수지는 현무암 섬유를 경화시켜 단단하며 용해되지 않는 FRP(fiber-reinforced polymer composites) 소재를 제조할 수 있다. 에폭시 수지의 높은 인장탄성률, 접착 특성, 내화학적, 구조적 안정성 등의 특성과 현무암 섬유의 고강도, 저 비중 및 부식에 대한 강한 내화학적 때문에 유리 섬유로 강화된 고분자 복합체의 좋은 대안으로 대두되고 있으며, 우주항공, 선박, 자동차 부품, 해양장비, 전기전자 산업 등에 적용되고 있다. 그러나 현무암 섬유는 구조적 결함과 화학적으로 불활성인 표면 때문에 에폭시 수지 매트릭스 내부에서 낮은 계면 접착력을 나타낸다. 이 문제는 열적 특성 및 기계적 강도를 저하시키고 다양한 현대 산업 분야에서 제한이 될 수 있다.

[0004] 한편, 최근 이러한 열적 특성 및 기계적 강도를 향상시키기 위해 다른 고분자나 탄소소재, 나노 사이즈의 입자를 복합하는 등의 방법을 도입한 연구들이 확인되고 있다.

[0005] 다양한 필러 소재들 중 탄소소재는 에폭시 수지 기지에 복합되어 기계적 강도 및 열적 특성을 월등히 향상시킬 수 있다. 다양한 탄소소재 중 단일 벽 탄소나노튜브 (SWCNTs)는 나노 스케일의 우수한 특성을 마이크로 스케일로 전달할 수 있는 기능성을 제공한다. 그러나 에폭시 수지는 친수성에 가까운 성질을 가지는 반면 SWCNTs는 본질적으로 소수성 물질이며 높은 중량 비를 가지는바 에폭시 수지 매트릭스 내에서 계면상호작용과 관련하여 응집이 잘 일어나게 된다. 따라서 이로 인해 에폭시 수지 매트릭스에 SWCNTs가 균일하게 분산되지 않으므로 복합재료의 기계적 강도 및 열전도도를 저하시키게 된다

[0006] 이와 관련하여 에폭시 수지와와의 상호작용을 촉진하기 위해 SWCNTs에 -OH, -C=O, -COOH 와 같은 산소 함유 관능기를 도입하여 에폭시 수지 매트릭스 내에서의 계면 접착력을 향상시키는 연구가 매우 활발히 이루어지고 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0008] 본 발명은 오존이 처리된 단일 벽 탄소나노튜브를 도입함으로써 기존의 현무암섬유 강화 에폭시 복합재료 보다 강한 기계적 강도 및 향상된 열전도도를 갖는 것을 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

- [0010] 상기 목적을 달성하기 위하여 본 발명의 오존 처리된 단일 벽 탄소나노튜브로 강화된 현무암 섬유 강화 에폭시 복합재료의 제조방법은 (a) 단일 벽 탄소나노튜브를 오존 처리하는 단계; (b) 상기 오존 처리된 단일 벽 탄소나노튜브를 에폭시 수지와 혼합하는 단계; (c) 상기 (b)단계를 거쳐 제조된 혼합물에 현무암 섬유를 함침시켜 경화하는 단계를 포함한다.
- [0011] 상기 (b) 단계에서는 유기용매에 상기 오존 처리된 단일 벽 탄소나노튜브를 혼합한 후 이에 상기 에폭시수지를 혼합할 수 있고, 상기 오존 처리된 단일 벽 탄소나노튜브는 상기 유기용매에 상기 에폭시수지 대비 1 내지 5 중량% 혼합될 수 있다.
- [0012] 상기 (b) 단계 직후 상기 유기용매를 제거하고 유기용매가 제거된 단일 벽 탄소나노튜브와 에폭시 수지의 혼합물을 경화할 수 있다.
- [0013] 상기 (c) 단계에서는 상기 (b) 단계를 거쳐 경화된 혼합물로부터 1 내지 3시간 동안 기포를 제거하고 상기 기포가 제거된 혼합물에 현무암 섬유를 함침시킨 후 상기 함침된 현무암 섬유를 단계적으로 경화할 수 있다.
- [0014] 상기 목적을 달성하기 위하여 본 발명은 오존 처리된 단일 벽 탄소나노튜브와 에폭시 수지 및 현무암 섬유를 포함하는 현무암 섬유 강화 에폭시 복합재료를 제공한다.

발명의 효과

- [0016] 상기와 같은 본 발명에 따르면, 현무암섬유 강화 에폭시 복합재료에 오존 처리된 단일 벽 탄소나노튜브를 도입함으로써 기존의 현무암섬유 강화 에폭시 복합재료보다 더 강한 기계적 강도 및 향상된 열전도도를 갖는 효과가 있다.

도면의 간단한 설명

- [0018] 도 1(a)는 본 발명의 실시예에 따른 오존 처리된 단일 벽 탄소나노튜브로 강화된 현무암 섬유 강화 에폭시 복합재료와 비교예의 열전도도, 도 2(b)는 열전도도 향상 정도의 비교 그래프이다.
- 도 2는 본 발명의 실시예에 따른 오존 처리된 단일 벽 탄소나노튜브로 강화된 현무암 섬유 강화 에폭시 복합재료와 비교예의 표면 에너지 및 표면에너지 향상 정도의 비교 그래프이다..
- 도 3은 본 발명의 실시예에 따른 오존 처리된 단일 벽 탄소나노튜브로 강화된 현무암 섬유 강화 에폭시 복합재료와 비교예의 층간 전단 강도(Interlaminar shear strength, ILSS) 및 ILSS 향상 정도의 비교 그래프이다.
- 도 4는 본 발명의 실시예에 따른 오존 처리된 단일 벽 탄소나노튜브로 강화된 현무암 섬유 강화 에폭시 복합재료와 비교예의 파괴인성 및 파괴인성 향상 정도의 비교 그래프이다.
- 도 5는 본 발명의 실시예 3에 따른 오존 처리된 단일 벽 탄소나노튜브로 강화된 현무암 섬유 강화 에폭시 복합재료의 파괴인성 측정 후 파단면의 SEM 사진이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0019] 이하, 본 발명의 실시예를 상세히 설명한다.
- [0020] 본 발명의 일 실시예에 따른 오존 처리된 단일 벽 탄소나노튜브로 강화된 현무암 섬유 강화 에폭시 복합재료의 제조방법은 (a) 단일 벽 탄소나노튜브를 오존처리 하는 단계; (b) 상기 오존 처리된 단일 벽 탄소나노튜브를 에폭시 수지와 혼합하는 단계; (c) 상기 (b)단계를 거쳐 제조된 혼합물에 현무암 섬유를 함침시켜 경화하는 단계를 포함한다.
- [0021] 상기 (a)단계의 경우 오존가스 0.1 내지 0.8 l/min 속도와 압력 0.01 내지 0.08 MPa 조건에서 1 내지 10시간 동안 단일 벽 탄소나노튜브를 오존처리 할 수 있다. 상기 오존처리를 하는 경우 단일 벽 탄소나노튜브에 산소 함유 관능기가 도입되어 에폭시 매트릭스 내에서의 분산 및 계면 접착력이 증가되고 이로 인해 열전도도 및 기계적 강도가 향상되게 된다.

- [0022] 상기 (b) 단계에서는 유기용매에 상기 오존 처리된 단일 벽 탄소나노튜브를 혼합한 후 이에 상기 에폭시 수지를 혼합할 수 있다. 상기 오존 처리된 단일 벽 탄소나노튜브는 유기용매에 상기 에폭시 수지 대비 1 내지 5 중량% 혼합될 수 있다. 보다 상세하게는 아세톤에 에폭시 수지 대비 1 내지 5 중량%인 오존 처리된 단일 벽 탄소나노튜브를 넣은 후 30분 내지 60분 동안 초음파 처리를 한다. 30분 미만으로 초음파 처리를 하는 경우 오존 처리된 단일 벽 탄소나노튜브가 아세톤에 균일하게 분산되지 못할 수 있고 60분을 초과하여 초음파 처리를 하는 경우 초음파진동에 의해 탄소나노튜브의 나노 구조가 파괴될 수 있다. 그리고 상기 초음파 처리를 한 혼합물에 에폭시 수지를 넣고 가열한 후 교반한다. 상기 (b)단계 직후 상기 유기 용매인 아세톤을 제거할 수 있고 이 후 상기 유기용매가 제거된 오존 처리된 단일 벽 탄소나노튜브와 에폭시 수지의 혼합물에 경화제를 첨가하여 경화할 수 있다. 상기 경화제로 바람직하게는 DDM(diaminodiphenylmethane)을 사용할 수 있다.
- [0023] 상기 경화된 혼합물을 1 내지 3시간 동안 기포를 제거할 수 있다. 보다 상세하게는 진공 오븐에서 0.1mpa 감압 하에 10 내지 60° C 온도 범위에서 1 내지 3시간 동안 기포를 제거한다. 상기 첨가된 경화제와 에폭시 수지의 반응으로 인해 기포가 생기게 되는데 상기 감압온도의 상한 온도인 60℃보다 더 높은 온도에서 기포를 제거하는 경우 다음 단계인 현무암섬유에 함침되기 전에 이미 오존 처리된 단일 벽탄소나노튜브/에폭시 수지 혼합물이 경화되어 복합재료의 제조가 불가능하게 된다. 또한 상기 1시간 미만으로 기포제거 시에도 기포가 충분히 제거되지 않아 에폭시 복합재료 내에 기공을 형성하므로 현무암섬유 강화 복합재료의 기계적 강도 및 열전도도를 저하시킬 수 있다.
- [0024] 상기 (c) 단계에서는 상기 (b)단계를 거친 혼합물에 현무암 섬유를 함침시킨 후 상기 함침된 현무암 섬유를 단계적으로 경화할 수 있다. 보다 상세하게는 핫 프레스에서 1단계는 60 내지 90° C 온도 범위에서 1 내지 2시간, 2단계는 90 내지 125° C 온도 범위에서 1 내지 2시간, 3단계는 140 내지 170° C 온도 범위에서 1 내지 2시간으로 총 3단계로 경화시켜 오존 처리된 단일 벽 탄소나노튜브로 강화된 현무암 섬유 강화 에폭시 복합재료를 제조한다. 상기 함침된 현무암 섬유의 경우 한번에 온도를 급속하게 높여 경화시키면 복합재료가 불균일하게 경화되어 결함이 생길 수 있다. 따라서 이로 인해 복합재료의 강도 및 열전도도의 저하로 이어질 수 있으므로 상기와 같이 3단계를 거쳐 경화함이 바람직하다.
- [0025] 본 발명의 일 실시예에 따른 현무암 섬유 강화 에폭시 복합재료는 오존처리 된 단일 벽 탄소나노튜브와 에폭시 수지 및 현무암 섬유를 포함한다.
- [0027] 이하, 실시예 및 측정예를 통하여 본 발명을 더욱 상세히 설명하고자 한다. 이들 실시예 및 측정예는 오로지 본 발명을 예시하기 위한 것으로서, 본 발명의 범위가 이들 실시예 및 측정예에 의해 제한되는 것으로 해석되지는 않는 것은 당 업계에서 통상의 지식을 가진 자에게 있어서 자명할 것이다.
- [0029] **실시예 1.**
- [0030] 오존발생기(Ozonizer, Ozone Tech Co, Lab II, Korea)를 사용하여 오존 가스 0.1 내지 0.8 l/min 속도와 압력 0.01 내지 0.08 MPa 조건에서 1 내지 10시간 동안 SWCNTs를 오존 처리하였다. 그 다음 아세톤 200mL에 이 후 첨가될 에폭시 수지 대비 1중량%인 오존 처리한 단일 벽 탄소나노튜브(OSWCNTs)를 넣은 뒤, 10 내지 50° C의 온도 범위에서 60분 동안 초음파 처리를 하였다. 반응이 끝난 OSWCNTs 혼합물에 에폭시 수지를 넣은 뒤 30 내지 65° C의 온도범위에서 가열하여 유지시키고 120분 동안 교반하였다. 이 후 아세톤을 100 내지 150° C의 온도범위에서 4 내지 10시간 동안 제거하였다. 그 다음, 잔류하는 OSWCNTs와 에폭시 수지에 경화제인 DDM을 에폭시 수지 대비 34 내지 36Wt%로 첨가하여 20 내지 70° C 온도 범위에서 1 내지 5시간 동안 반응시켰다. 이 후, 진공 오븐에서 감압 하에 10 내지 60° C 온도 범위에서 60분 동안 기포를 제거하였다. 그 다음 금형에 현무암 섬유를 수작업으로 함침한 후, 핫 프레스에서 1단계는 60 내지 90° C 온도 범위에서 1 내지 2시간, 2단계는 90 내지 125° C 온도 범위에서 1 내지 2시간, 3단계는 140 내지 170° C 온도 범위에서 1 내지 2시간으로 총 3단계로 경화시켜 OSWCNTs로 강화된 현무암 섬유 강화 에폭시 복합재료를 제조하였다.
- [0032] **실시예 2.**
- [0033] 상기 실시예 1과 동일하게 과정을 실시하되, OSWCNTs의 함량을 2중량%로 하여 OSWCNTs로 강화된 현무암 섬유 강화 에폭시 복합재료를 제조하였다.

- [0035] **실시예 3.**
- [0036] 상기 실시예 1과 동일하게 과정을 실시하되, OSWCNTs의 함량을 3중량%로 하여 OSWCNTs로 강화된 현무암 섬유 강화 에폭시 복합재료를 제조하였다.
- [0038] **실시예 4.**
- [0039] 상기 실시예 1과 동일하게 과정을 실시하되, OSWCNTs의 함량을 4중량%로 하여 OSWCNTs로 강화된 현무암 섬유 강화 에폭시 복합재료를 제조하였다.
- [0041] **실시예 5.**
- [0042] 상기 실시예 1과 동일하게 과정을 실시하되, OSWCNTs의 함량을 5중량%로 하여 OSWCNTs로 강화된 현무암 섬유 강화 에폭시 복합재료를 제조하였다.
- [0044] **비교예 1.**
- [0045] 상기 실시예들과 달리, 오존을 처리하지 않은 SWCNTs를 아세톤 200 mL에 에폭시 수지 대비 1중량%를 넣은 뒤, 10 내지 50° C의 온도범위에서 60분 동안 초음파 처리를 하였다. 반응이 끝난 SWCNTs 혼합물에 에폭시 수지를 넣은 뒤 30 내지 65° C의 온도범위에서 가열하여 유지시키고 120분 동안 교반하였다. 그 다음, 아세톤을 100 내지 150° C의 온도범위에서 4 내지 10시간 동안 제거하였다. 그 다음, 잔류하는 SWCNTs와 에폭시 수지에 경화제인 DDM을 에폭시 수지 대비 0.34배 36Wt%로 첨가하여 20에서 70° C 온도 범위에서 1에서 5시간 동안 반응시켰다. 이 후, 진공 오븐에서 감압 하에 45 내지 65° C 온도 범위에서 60분 동안 기포를 제거하였다. 그 다음 금형에 현무암 섬유를 수작업으로 함침한 후, 핫 프레스에서 1단계는 60에서 90° C 온도 범위에서 1에서 2시간, 2단계는 90에서 125° C 온도 범위에서 1에서 2시간, 3단계는 140에서 170° C 온도 범위에서 1에서 2시간으로 총 3단계로 경화시켜 SWCNTs로 강화된 현무암 섬유 강화 에폭시 복합재료를 제조하였다.
- [0046] **비교예 2.**
- [0047] 상기 비교예 1과 동일하게 과정을 실시하되, SWCNTs의 함량을 2중량%로 하여 SWCNTs로 강화된 현무암 섬유 강화 에폭시 복합재료를 제조하였다.
- [0048] **비교예 3.**
- [0049] 상기 비교예 1과 동일하게 과정을 실시하되, SWCNTs의 함량을 3중량%로 하여 SWCNTs로 강화된 현무암 섬유 강화 에폭시 복합재료를 제조하였다.
- [0050] **비교예 4.**
- [0051] 상기 비교예 1과 동일하게 과정을 실시하되, SWCNTs의 함량을 4중량%로 하여 SWCNTs로 강화된 현무암 섬유 강화 에폭시 복합재료를 제조하였다.
- [0052] **비교예 5.**
- [0053] 상기 비교예 1과 동일하게 과정을 실시하되, SWCNTs의 함량을 5중량%로 하여 SWCNTs로 강화된 현무암 섬유 강화 에폭시 복합재료를 제조하였다.
- [0055] **측정예 1. 열전도도 시험**
- [0056] 본 발명의 실시예에 의해 제조된 OSWCNTs로 강화된 현무암 섬유 강화 에폭시 복합재료의 열전도도를 열전도도 분석기 (LFA 447 NanoFlash®Nederland, Germany)를 사용하여 측정하였다. 또한 적외선 열 화상 카메라를 사용하여 열 흡수 능력을 측정하여 열전도도 향상 정도를 측정하였다.

[0058] **측정예 2. 표면 에너지 시험**

[0059] 본 발명의 실시예에 의해 제조된 OSWCNTs로 강화된 현무암 섬유 강화 에폭시 복합재료의 표면 에너지를 Rame-Hart 고니 오 미터 (Phoenix 300 Plus, SEO Co.)를 사용하여 3가지 표준 습윤 액 (증류수, 디요오도메탄, 에틸렌글리콜)에 대한 접촉각을 측정하였다.

[0061] **측정예 3. ILSS 시험**

[0062] 본 발명의 실시예에 의해 제조된 OSWCNTs로 강화된 현무암 섬유 강화 에폭시 복합재료를 ASTM D-2344에 따라 시편을 제조한 후 만능재료시험기(Lloyd LR5k)를 사용하여 short-beam 3포인트 굽힘 시험 방법에 따라 층간 전단 강도 (Interlaminar shear strength, ILSS)를 측정하였다.

[0064] **측정예 4. 파괴인성 시험**

[0065] 만능재료시험기(Lloyd LR5k)를 사용하여 본 발명의 실시예에 의해 제조된 OSWCNTs로 강화된 현무암 섬유 강화 에폭시 복합재료를 ASTM E399에 따라 시편을 제조한 후 3포인트 굽힘 시험 방법에 따라 파괴인성을 측정하였다.

[0067] **측정예 5. 파괴인성 시험 후 파 단면 관찰**

[0068] 파괴인성 시험 후 scanning electron microscopy (SEM, SU 8010, Hitachi, Ltd., Japan)을 사용하여 본 발명의 실시예에 의해 제조된 OSWCNTs로 강화된 현무암 섬유 강화 에폭시 복합재료의 구조를 변화시켰는지 관찰하였다.

[0070] 다음은 본 발명의 실시예에 의해 제조된 OSWCNTs로 강화된 현무암 섬유 강화 에폭시 복합재료의 제조조건을 표 1에 표시하고, 본 발명의 실시예에 의해 제조된 OSWCNTs로 강화된 현무암 섬유 강화 에폭시 복합재료의 열전도도, 표면에너지, 층간 전단강도(ILSS), 파괴인성 및 이의 향상 정도를 표 2에 나타내었다

표 1

[0071]

샘플명	필러 종류	함량 (중량%)	초음파처리시간 (min)	교반시간 (min)	기포제거시간 (min)	하트레스에서의 최종 경화온도 (°C)
실시예1	OSWCNTs	1	60	120	60	170
실시예2	OSWCNTs	2	60	120	60	170
실시예3	OSWCNTs	3	60	120	60	170
실시예4	OSWCNTs	4	60	120	60	170
실시예5	OSWCNTs	5	60	120	60	170
비교예1	SWCNTs	1	60	120	60	170
비교예2	SWCNTs	2	60	120	60	170
비교예3	SWCNTs	3	60	120	60	170
비교예4	SWCNTs	4	60	120	60	170
비교예5	SWCNTs	5	60	120	60	170

표 2

[0072]

	열전도도 (W.mK ⁻¹)	표면에너지 (mJ.m ⁻²)	ILSS (MPa)	파괴인성 (MPa.m ^{1/2})
실시예 1	0.302 ± 0.001	37.2	32.14 ± 2.01	75.49 ± 4.01
실시예 2	0.373 ± 0.003	40.7	37.49 ± 5.31	84.77 ± 1.12
실시예 3	0.490 ± 0.001	41.8	43.36 ± 1.59	92.56 ± 1.68
실시예 4	0.554 ± 0.001	42.3	37.89 ± 3.22	82.62 ± 3.32
실시예 5	0.649 ± 0.001	41.2	34.72 ± 3.07	73.68 ± 1.07
비교예 1	0.252 ± 0.002	36.4	25.34 ± 5.42	48.27 ± 4.22

비교예 2	0.293 ± 0.002	39.4	30.97 ± 4.30	59.54 ± 1.38
비교예 3	0.350 ± 0.001	40.8	36.23 ± 2.65	80.46 ± 1.85
비교예 4	0.429 ± 0.001	40.1	31.42 ± 1.48	60.98 ± 2.11
비교예 5	0.534 ± 0.001	39.7	27.87 ± 3.62	54.81 ± 1.74

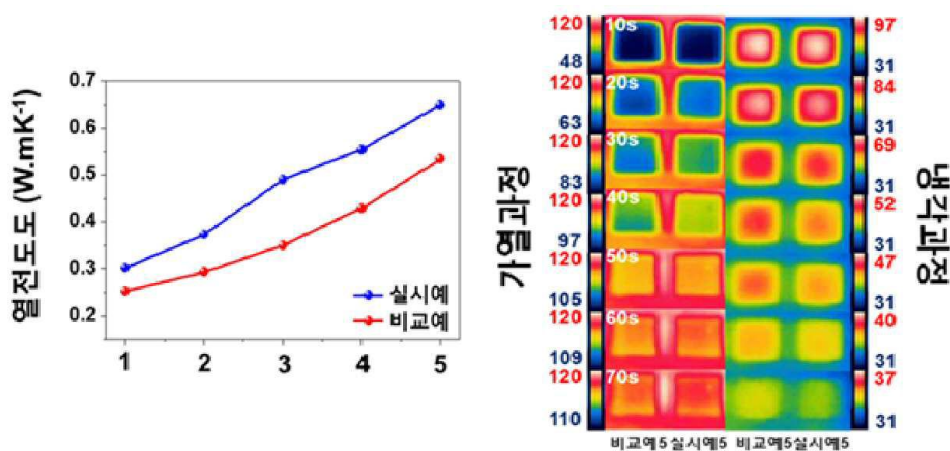
[0073] SWCNTs는 뛰어난 나노 소재로써 장점이 있지만 소수성에 가까운 성질로 인해 에폭시 수지 매트릭스 내에서 응집이 잘 일어나고 이로 인해 에폭시 수지 매트릭스에 SWCNTs가 균일하게 분산되지 않으므로 복합재료의 기계적 강도 및 열전도도를 저하시키는 문제가 있다. 따라서 에폭시 수지와의 친화성을 높이기 위해 SWCNTs에 오존처리를 하여 카르복시기 및 히드록시기를 도입하여 소수성에서 친수성에 가까운 성질로 변화시켰고 그 결과 오존 처리된 SWCNTs는 에폭시 매트릭스내에서 더 유효한 계면면적을 나타내고 응집이 억제되어 비교예에 비해 실시예의 복합재료의 성능이 향상되는 것을 알 수 있다.(표 1, 2 참조) 더 자세하게는 SWCNT와 같은 높은 중형비를 갖는 나노 보강재의 경우 오존 처리됨으로 인해 본 발명과 같은 다중 스케일 복합체에서 보다 연속적인 열전도 네트워크를 형성할 수 있다. 또한 에폭시 수지 매트릭스와의 강한 상호 작용으로 인해 불필요한 포논 산란(phonon scattering)을 피할 수 있기 때문에 같은 나노 보강재 로딩에서 열전도도를 향상시키는데 효과적이다.(도 1, 2 참조)

[0075] 층간 전단강도(ILSS)는 OSWCNT- 에폭시 수지 매트릭스와 현무암 섬유 사이의 계면 부착의 중요한 지표이며, 상기 계면 상호 작용에 의존하는 특성이다. 표 1, 2 및 도 3을 참조하면, 오존 처리된 SWCNT를 사용하여 제조한 실시예의 복합재료들의 경우 SWCNT를 사용하여 제조한 비교예의 복합재료들보다 대체적으로 성능이 더 향상된 것을 알 수 있다. 이는 SWCNT에 오존처리를 함으로써 OSWCNT- 에폭시 수지 매트릭스와 현무암 섬유 사이의 계면 부착력이 더욱 향상되었음에 기인한다.

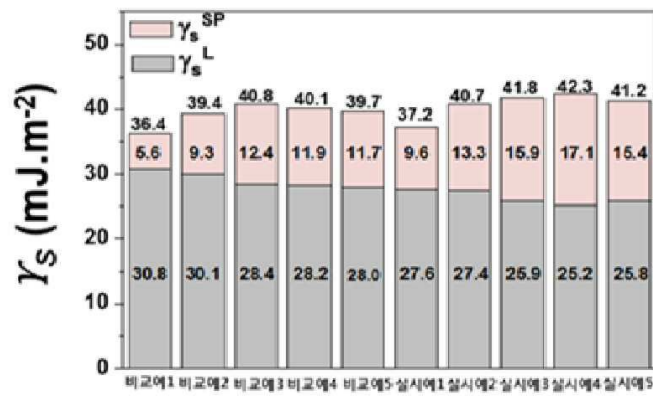
[0077] 일반적으로 파괴인성은 구조 산업 분야에서의 적용을 목적으로 하는 다중 스케일 복합 재료의 필수적인 테스트 요소 중 하나이다. 표 2, 도 4 및 5를 참조하면 실시예의 복합재료들의 경우 오존 처리한 SWCNT를 사용함으로써 OSWCNT- 에폭시 수지 매트릭스와 현무암 섬유 사이 계면 부착력뿐만 아니라 SWCNT의 분산성이 증가함에 따라 파괴인성이 향상되었음을 알 수 있다.

도면

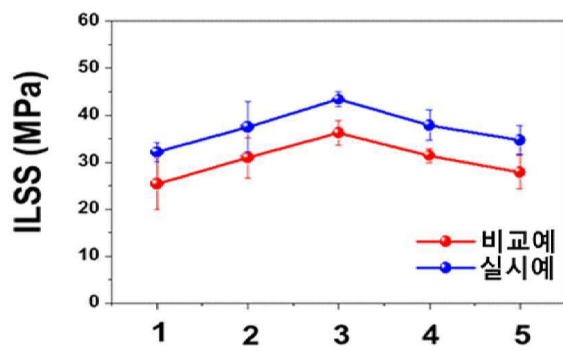
도면1



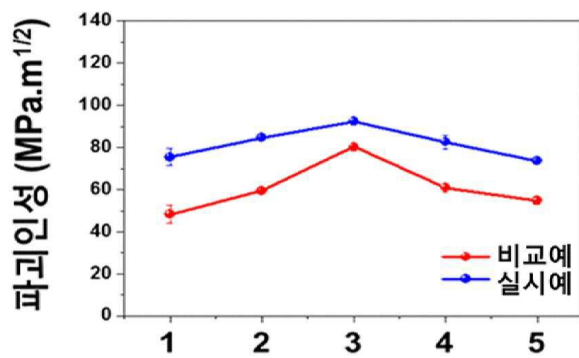
도면2



도면3



도면4



도면5

