(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2024-0177160
(43) 공개일자 2024년12월27일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
*B22F 9/24* (2006.01) *B22F 1/05* (2022.01)
(52) CPC특허분류
*B22F 9/24* (2013.01)
*B22F 1/05* (2023.08)
(21) 출원번호 10-2023-0078260
(22) 출원일자 2023년06월19일
심사청구일자 2023년06월19일

(71) 출원인
**서강대학교산학협력단**
서울특별시 마포구 백범로 35 (신수동, 서강대학교)
(72) 발명자
**김상엽**
강원특별자치도 춘천시 스포츠타운길 501, 101동 603호
**정진욱**
서울특별시 마포구 서강로16길 17-9, 602호
(74) 대리인
**특허법인 피씨알**

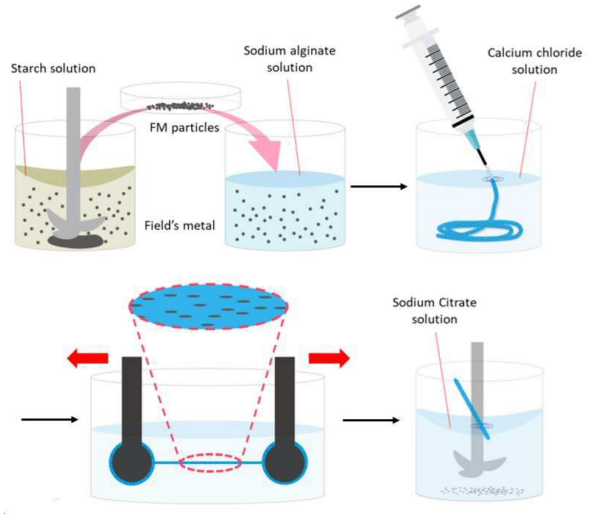
전체 청구항 수 : 총 12 항

(54) 발명의 명칭 **고세장비의 액체금속 마이크로 입자의 제조방법 및 이로부터 제조된 액체금속 마이크로 입자**

## (57) 요 약

본 발명은 고세장비의 액체금속 마이크로 입자의 제조방법 및 이로부터 제조된 액체금속 마이크로 입자에 관한 것으로, 친환경적이고, 비용이 저렴하며, 공정이 간단하고, 대량 생산이 가능한 고세장비의 액체금속 마이크로 입자 제조방법을 제공할 수 있고, 열 및 전기 전도성이 우수한 고세장비의 액체금속 마이크로 입자를 제공할 수 있다.

*대 표 도* - 도1



(52) CPC특허분류
*B22F 2304/10* (2013.01)
*B22F 2304/15* (2013.01)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

| | |
|---|---|
| 과제고유번호 | 1711136816 |
| 과제번호 | 2021R1F1A1056999 |
| 부처명 | 과학기술정보통신부 |
| 과제관리(전문)기관명 | 한국연구재단 |
| 연구사업명 | 개인기초연구(과기정통부)(R&D) |
| 연구과제명 | 필즈메탈 입자가 첨가된 에폭시수지/유리섬유강화 플라스틱의 자기치유 및 열기계적 특성에 관한 연구 |
| 기 여 율 | 1/1 |
| 과제수행기관명 | 서강대학 |
| 연구기간 | 2021.06.01 ~ 2022.05.31 |

# 명 세 서

## 청구범위

### 청구항 1

액체금속 마이크로 입자를 포함하는 알긴산 칼슘 필라멘트를 제조하는 단계;

상기 알긴산 칼슘 필라멘트를 온수에서 인장하여 고세장비의 액체금속 마이크로 입자를 제조하는 단계; 및

상기 인장된 알긴산 칼슘 필라멘트를 분해하여 고세장비의 액체금속 마이크로 입자를 수득하는 단계;를 포함하는 고세장비의 액체금속 마이크로 입자의 제조방법.

### 청구항 2

제1항에 있어서,

상기 액체금속은 용융점이 35 ℃ 내지 90 ℃인 것인, 고세장비의 액체금속 마이크로 입자의 제조방법.

### 청구항 3

제1항에 있어서,

상기 액체금속은 세로로우 177(Cerrolow 117), 세로로우 136(Cerrolow 136) 필즈메탈(Field's metal), 우드메탈(Wood's metal) 또는 세로세이프(Cerrosafe)인 것인, 고세장비의 액체금속 마이크로 입자의 제조방법.

### 청구항 4

제1항에 있어서,

상기 온수의 온도는 액체금속의 용융점보다 높은 것인, 고세장비의 액체금속 마이크로 입자의 제조방법.

### 청구항 5

제1항에 있어서,

상기 알긴산 칼슘 필라멘트를 제조하는 단계는 액체금속 마이크로 입자가 포함된 알긴산 나트륨 용액을 염화칼슘 용액에 압출하는 것인, 고세장비의 액체금속 마이크로 입자의 제조방법.

### 청구항 6

제5항에 있어서,

상기 알긴산 나트륨 용액의 농도는 3 wt.% 내지 5 wt.%인 것인, 고세장비의 액체금속 마이크로 입자의 제조방법.

### 청구항 7

제5항에 있어서,

상기 염화칼슘 용액의 농도는 1 wt.% 내지 10 wt.%인 것인, 고세장비의 액체금속 마이크로 입자의 제조방법.

**청구항 8**

제1항에 있어서,

상기 고세장비의 액체금속 마이크로 입자를 제조하는 단계는 10 ㎜/s 내지 600 ㎜/s의 속도로 인장하는 것인, 고세장비의 액체금속 마이크로 입자의 제조방법.

**청구항 9**

제1항에 있어서,

상기 고세장비의 액체금속 마이크로 입자를 수득하는 단계는 상기 인장된 알긴산 칼슘 필라멘트를 구연산 나트륨 또는 구연산 삼나트륨으로 분해하는 것인, 고세장비의 액체금속 마이크로 입자의 제조방법.

**청구항 10**

제1항에 있어서,

상기 알긴산 칼슘 필라멘트를 제조하는 단계 전에 고온의 전분 용액에서 액체금속을 교반하여 액체금속 마이크로 입자를 제조하는 단계;를 더 포함하는 것인, 고세장비의 액체금속 마이크로 입자의 제조방법.

**청구항 11**

제1항의 제조방법으로 제조되고,

2 내지 10의 세장비(aspect ratio)를 가지는 고세장비의 액체금속 마이크로 입자.

**청구항 12**

제11항에 있어서,

상기 액체금속 마이크로 입자의 크기는 1 ㎛ 이상 1000 ㎛ 이하인 것인, 고세장비의 액체금속 마이크로 입자.

## *발명의 설명*

### *기 술 분 야*

[0001] 본 발명은 고세장비의 액체금속 마이크로 입자의 제조방법 및 이로부터 제조된 액체금속 마이크로 입자에 관한 것이다.

### *배 경 기 술*

[0002] 소재에 다양한 기능을 추가하는 미립자를 넣어 고기능 및 고성능 복합재를 제작하기 위해 다양한 방법들이 시도되고 있다. 특히, 입자 형태로 가공된 강화재는 복합소재에 전체적으로 균일하게 분산하기가 용이하고, 적은 양으로도 우수한 효과를 나타낸다. 따라서, 다양한 적용 분야에서 이용자의 요구를 충족시키기 위해, 입자의 형상을 제어하여 더 적은 양으로도 강화된 성능을 가지는 방법에 대한 공정에 대해 활발히 연구 중이다.

[0003] 입자를 성형하는 공정은 체적력(body force)의 유무에 따라 수동적 방법(passive method)과 능동적 방법(active method)로 구분할 수 있다.

[0004] 수동적인 방법이란 고화되기 전 액상의 입자의 계면에서 발생하는 표면력(surface force)에 의해 입자를 성형하는 방식으로 주로 용매 증발 및 확산(solvent evaporation and diffusion) 방법과 마이크로 몰딩(micro molding)에 의한 고세장비의 입자 제작 기술이 보고되고 있다.

[0005] 용매 증발 및 확산 방법은 액상의 블록공중합체(block copolymer)의 자기조립(self-assembly)을 정밀하게 유도 및 제어하여 입자의 형성을 제어하는 방식이다. 용매의 증발 속도를 조절함에 따라 수직 방향으로 라멜라가 형성되어 안정적인 타원체 구조의 입자를 제작할 수 있다. 하지만, 용매 증발 및 확산 방법은 매우 작은 나노 스케일에서만 적용이 가능하여 큰 마이크로 입자 제작이 까다롭고, 지속적으로 용매를 소모하기에 대량생산 시 제작성이 낮은 문제가 있다.

[0006] 마이크로 몰딩에 의한 입자 성형은 경화 가능한 유체를 몰드에 충진한 후 추출하는 방식으로 간단하면서도 정확, 정밀한 3차원 미세구조를 제작할 수 있다. 또한, 젖음성(wettability)이 우수한 용매를 이용하여 몰드와 충진 고분자 유체 간의 유격을 만들어 적은 외력으로도 입자를 회수할 수 있다. 그러나, 해당 방식은 몰드를 사용하기 위해 정밀한 세척과정이 추가로 요구되며, 시료의 일부만이 제작에 사용되어 손실량이 많아 값이 비싼 액체금속에 적용이 제한된다.

[0007] 능동적인 방법이란 외부에서 에너지를 가하여 입자의 모양을 제어하는 방식으로 추가적인 에너지는 계면에서의 힘 균형과 안정성을 조절한다. 능동적인 방법에는 주로 기계적 방법, 전기적 방법, 자기적 방법, 광학적 방법이 보고되고 있다.

[0008] 그 중 기계적 방법은 입자 모양에 대한 정밀한 제어가 가능하고, 확장성이 우수하여 약간의 공정 변수 조절로 다양한 입자의 형상을 제조할 수 있다. 그러나 이 방식은 높은 생산 단가, 입자 크기의 제한, 낮은 생산량, 입자의 3차원적 제어의 제한 등의 단점도 있다.

[0009] 액체금속은 높은 전기 및 열 전도성을 가질 뿐만 아니라 고체상에서 고분자에 비해 강한 기계적 강성을 나타낸다. 또한, 낮은 용융점을 가지므로 입자형태로 성형이 용이하다. 그러나, 액체금속은 고분자에 비해 원자 간 인력이 강하기 때문에 마이크로 스케일에서 액상의 입자가 구형으로 강하게 응집되므로 액체금속 입자의 형상을 제어하는 것을 매우 까다롭다. 또한, 기존에 알려진 액체금속 입자의 형상을 제어하는 공정은 다양한 화학적 처리를 동반하기 때문에 환경 오염과 공정이 위험한 문제점이 있다.

[0010] 따라서, 기존의 액체금속 입자의 형상 제어 공정과 다르게 친환경적이고, 비용이 저렴하며, 공정이 간단하고, 대량 생산이 가능한 고세장비의 액체금속 마이크로 입자의 제조방법이 필요한 실정이다.

## 선행기술문헌

### 특허문헌

[0011] (특허문헌 0001) 대한민국 공개공보 제10-2012-0099164호(2012.09.07.)

## 발명의 내용

### 해결하려는 과제

[0012] 본 발명이 해결하고자 하는 과제는 친환경적이고, 비용이 저렴하며, 공정이 간단하고, 대량 생산이 가능한 고세장비의 액체금속 마이크로 입자의 제조방법 및 이로부터 제조된 액체금속 마이크로 입자를 제공하는 것이다.

[0013] 다만, 본 발명이 해결하고자 하는 과제는 상기 언급한 과제로 제한되지 않으며, 언급되지 않은 또 다른 과제들은 하기의 기재로부터 당업자에게 명확하게 이해될 수 있을 것이다.

### 과제의 해결 수단

[0014] 본 발명의 일 측면에 따르면, 액체금속 마이크로 입자를 포함하는 알긴산 칼슘 필라멘트를 제조하는 단계; 상기 알긴산 칼슘 필라멘트를 온수에서 인장하여 고세장비의 액체금속 마이크로 입자를 제조하는 단계; 및 상기 인장된 알긴산 칼슘 필라멘트를 분해하여 고세장비의 액체금속 마이크로 입자를 수득하는 단계;를 포함하는 고세장비의 액체금속 마이크로 입자의 제조방법을 제공한다.

[0015] 또한, 본 발명의 다른 일 측면에 따르면, 상기 제조방법으로 제조되고, 2 내지 10의 세장비(aspect ratio)를 가

지는 고세장비의 액체금속 마이크로 입자를 제공한다.

## 발명의 효과

[0016] 본 발명의 일 실시상태에 따른 고세장비의 액체금속 마이크로 입자의 제조방법은 친환경적이고, 비용이 저렴하며, 공정이 간단하고, 대량 생산이 가능할 수 있다.

[0017] 또한, 본 발명의 일 실시상태에 따른 고세장비의 액체금속 마이크로 입자는 열 및 전기 전도성이 우수할 수 있다.

[0018] 다만, 본 발명의 효과는 상술한 효과에 한정되는 것이 아니며, 본 발명의 사상 및 영역으로부터 벗어나지 않는 범위에서 다양하게 확장될 수 있을 것이다.

## 도면의 간단한 설명

[0019] 도 1은 고세장비의 필즈메탈 마이크로 입자의 제조방법을 나타낸 개략도이다.

도 2는 고세장비의 필즈메탈 마이크로 입자의 제조방법에 따라 제조되는 필즈메칼 마이크로 입자를 나타낸 것이다. 도 2의 a는 구형의 필즈메탈 마이크로 입자이고, 도 2의 b는 인장된 필즈메탈 마이크로 입자를 포함하는 인장된 알긴산 칼슘 필라멘트이고, 도 2의 c는 고세장비의 필즈메탈 마이크로 입자이다.

도 3은 알긴산 나트륨 용액의 농도에 따른 알긴산 칼슘 필라멘트의 시컨트 인장 계수를 나타낸 것이다.

도 4는 염화칼슘 용액의 농도에 따른 알긴산 칼슘 필라멘트의 시컨트 인장 계수를 나타낸 것이다.

도 5는 구형 필즈메탈 마이크로 입자와 고세장비의 필즈메탈 마이크로 입자의 열 전도성 평가 결과를 나타낸 것이다.

## 발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0020] 본 명세서 전체에서, 어떤 부분이 어떤 구성요소를 "포함"한다고 할 때, 이는 특별히 반대되는 기재가 없는 한 다른 구성요소를 제외하는 것이 아니라 다른 구성요소를 더 포함할 수 있음을 의미한다.

[0021] 본 명세서 전체에서, 단위 “wt.%”는 용액의 농도를 나타내고, 구체적으로 용액에서 용질의 함량을 나타내는 것일 수 있다. 예를들어, 3 wt.% 농도의 알긴산 나트륨 용액은 알긴산 나트륨 용액에서 3 wt.%의 알긴산 나트륨을 포함하는 것일 수 있다.

[0022] 본 명세서 전체에서, 용어 "액체금속"은, 35 ℃ 내지 90 ℃의 용융점(melting point)을 가지는 금속을 의미하며, 하나 이상의 금속이 조합된 가융합금(fusible alloy)일 수 있다. 예를 들어, 62 ℃의 용융점을 가지고, 비스무트(Bi), 주석(Sn) 및 인듐(in)으로 이루어진 필즈메탈(Field's metal)일 수 있다.

[0023] 본 명세서 전체에서, 용어 "세장비"는, 타원체에서 긴 지름(장축)을 짧은 지름(단축)으로 나눈 값을 의미하며, 세장비가 클수록 타원체는 길쭉한 모양을 가질 수 있다.

[0024] 이하, 본 발명에 대하여 더욱 상세하게 설명한다.

[0025] 본 발명의 일 실시상태는 액체금속 마이크로 입자를 포함하는 알긴산 칼슘 필라멘트를 제조하는 단계; 상기 알긴산 칼슘 필라멘트를 온수에서 인장하여 고세장비의 액체금속 마이크로 입자를 제조하는 단계; 및 상기 인장된 알긴산 칼슘 필라멘트를 분해하여 고세장비의 액체금속 마이크로 입자를 수득하는 단계;를 포함하는 고세장비의 액체금속 마이크로 입자의 제조방법을 제공한다.

[0026] 본 발명의 일 실시상태에 따르면, 상기 액체금속은 용융점이 35 ℃ 내지 90 ℃인 것일 수 있다. 상기 액체금속의 용융점이 전술한 범위 내인 경우, 알긴산 칼슘 필라멘트를 온수에서 인장하여 고세장비의 액체금속 마이크로 입자를 제조하는 단계에서 액체금속은 액체 상태로 존재하기 때문에 고세장비의 액체금속 마이크로 입자를 용이하게 제조할 수 있다.

[0027] 본 발명의 일 실시상태에 따르면, 상기 액체금속은 세로로우 177(Cerrolow 117), 세로로우 136(Cerrolow 136) 필즈메탈(Field's metal), 우드메탈(Wood's metal) 또는 세로세이프(Cerrosafe)인 것일 수 있다. 구체적으로, 세로로우 177의 용융점은 47.2 ℃, 세로로우 136의 용융점은 58 ℃, 필즈메탈의 용융점은 62 ℃, 우드메탈의 용융점은 70 ℃, 세로세이프의 용융점은 74 ℃이다. 따라서, 알긴산 칼슘 필라멘트를 온수에서 인장하여 고세장비의 액체금속 마이크로 입자를 제조하는 단계에서 액체금속은 액체 상태로 존재하기 때문에 고세장비의 액체금속

마이크로 입자를 용이하게 제조할 수 있다.

[0028] 본 발명의 일 실시상태에 따르면, 상기 온수의 온도는 액체금속의 용융점보다 높은 것일 수 있다. 구체적으로, 상기 온수의 온도는 50 ℃ 내지 95 ℃일 수 있고, 액체금속의 종류에 따라 상이할 수 있다. 온수의 온도가 액체금속의 용융점보다 높을 경우, 알긴산 칼슘 필라멘트를 온수에서 인장하여 고세장비의 액체금속 마이크로 입자를 제조하는 단계에서 액체금속은 액체 상태로 존재하기 때문에 고세장비의 액체금속 마이크로 입자를 용이하게 제조할 수 있다.

[0029] 본 발명의 일 실시상태에 따르면, 상기 알긴산 칼슘 필라멘트를 온수에서 인장하여 고세장비의 액체금속 마이크로 입자를 제조하는 단계는 고세장비의 액체금속 마이크로 입자를 제조하고, 온수를 냉각하여 액체상태 고세장비의 액체금속 마이크로 입자를 고체상태로 변환 시킬 수 있다.

[0030] 본 발명의 일 실시상태에 따르면, 상기 알긴산 칼슘 필라멘트를 제조하는 단계는 액체금속 마이크로 입자가 포함된 알긴산 나트륨 용액을 염화칼슘 용액에 압출하는 것일 수 있다. 상기 알긴산 칼슘 필라멘트는 액체 상태의 액체금속과 혼합되지 않으므로, 액체 상태의 액체금속 모양을 유지할 수 있게 할 수 있다. 또한, 알긴산 칼슘 필라멘트를 온수에서 인장하여 고세장비의 액체금속 마이크로 입자를 제조하는 단계에서 상기 알긴산 칼슘 필라멘트는 인장됨에 따라 인장되는 힘을 액체 상태의 액체금속 마이크로 입자에 전달하여 고세장비의 액체금속 마이크로 입자를 용이하게 제조할 수 있다.

[0031] 본 발명의 일 실시상태에 따르면, 상기 알긴산 나트륨 용액의 농도는 3 wt.% 내지 5 wt.%인 것일 수 있다. 구체적으로, 상기 알긴산 나트륨 용액의 함량은 상기 알긴산 나트륨 용액 100 wt.%에 대하여, 3 wt.% 내지 5 wt.%, 3.5 wt.% 내지 5 wt.%, 3 wt.% 내지 4.5 wt.% 또는 3.5 wt.% 내지 4.5 wt.%인 것일 수 있다. 상기 알긴산 나트륨 용액의 농도가 전술한 범위 내인 경우, 알긴산 칼슘 필라멘트가 인장 될 때 파손되지 않아 고세장비의 액체금속 마이크로 입자를 용이하게 제조할 수 있다. 또한, 알긴산 나트륨 용액의 농도가 전술한 범위보다 높은 경우, 알긴산 칼슘 필라멘트 제조시 공극이 발생하여 알긴산 칼슘 필라멘트를 약화시키고, 알긴산 칼슘 필라멘트가 인장될 때 파손될 수 있다.

[0032] 본 발명의 일 실시상태에 따르면, 상기 염화칼슘 용액의 농도는 1 wt.% 내지 10 wt.%인 것일 수 있다. 구체적으로, 상기 염화칼슘의 함량은 상기 염화칼슘 용액 100 wt.%에 대하여, 1 wt.% 내지 10 wt.%, 3 wt.% 내지 10 wt.%, 1 wt.% 내지 8 wt.%, 3 wt.% 내지 8 wt.%, 1 wt.% 내지 5 wt.% 또는 3 wt.% 내지 5 wt.%인 것 일 수 있다. 상기 염화칼슘 용액의 농도가 전술한 범위 내인 경우, 알긴산 칼슘 필라멘트가 인장 될 때 파손되지 않아 고세장비의 액체금속 마이크로 입자를 용이하게 제조할 수 있다.

[0033] 본 발명의 일 실시상태에 따르면, 상기 고세장비의 액체금속 마이크로 입자를 제조하는 단계는 10 mm/s 내지 600 mm/s의 속도로 인장하는 것일 수 있다. 구체적으로 상기 인장 속도는 10 mm/s 내지 600 mm/s, 10 mm/s 내지 300 mm/s, 10 mm/s 내지 100 mm/s, 10 mm/s 내지 50 mm/s, 20 mm/s 내지 500 mm/s, 20 mm/s 내지 350 mm/s, 20 mm/s 내지 200 mm/s, 20 mm/s 내지 75 mm/s 또는 20 mm/s 내지 40 mm/s일 수 있다. 상기 인장 속도가 전술한 범위 내인 경우, 알긴산 칼슘 필라멘트가 파손되지 않고, 고세장비의 액체금속 마이크로 입자를 용이하게 제조할 수 있다.

[0034] 본 발명의 일 실시상태에 따르면, 상기 고세장비의 액체금속 마이크로 입자를 수득하는 단계는 상기 인장된 알긴산 칼슘 필라멘트를 구연산나트륨(sodium citrate) 또는 구연산삼나트륨(Trisodium Citrate)으로 분해하는 것일 수 있다. 알긴산 칼슘 필라멘트 외 다른 필라멘트 대부분은 온도를 가하여 필라멘트를 제거할 수 있지만, 본 발명에 따른 액체금속은 온도를 가하면 인장된 타원체 모양을 잃어버리고 액체상태로 돌아가는 문제가 있다. 따라서, 본 발명은 구연산나트륨 또는 구연산삼나트륨을 이용하여 알긴산 칼슘 필라멘트를 분해하고, 고세장비의 액체금속 마이크로 입자를 용이하게 수득할 수 있다.

[0035] 본 발명의 일 실시상태에 따르면, 상기 알긴산 칼슘 필라멘트를 제조하는 단계 전에 고온의 전분 용액에서 액체금속을 교반하여 액체금속 마이크로 입자를 제조하는 단계;를 더 포함할 수 있다. 또한, 상기 액체금속 마이크로 입자를 제조하고, 고온의 전분 용액을 냉각하여 액체상태의 액체금속 마이크로 입자를 고체상태로 변환 시킬 수 있다.

[0036] 상기 액체금속은 원자 간 인력이 강하기 때문에 표면장력이 강하고, 이로 인해 마이크로 스케일에서 액상의 입자가 구형으로 강하게 응집되므로 구형일 수 있다.

[0037] 본 발명의 일 실시상태에 따르면, 상기 고온의 전분 용액은 50 ℃ 내지 95 ℃일 수 있고, 액체금속의 종류에 따라 상이할 수 있다. 전분 용액의 온도가 액체금속의 용융점보다 높을 경우, 액체금속은 액체 상태로 존재하기

때문에 액체금속 마이크로 입자를 용이하게 제조할 수 있다.

[0038] 본 발명의 일 실시상태에 따르면, 상기 전분 용액의 농도는 5 wt.% 내지 15 wt.%일 수 있다. 구체적으로, 상기 전분의 함량은 상기 전분용액 100 wt.%에 대하여, 5 wt.% 내지 15 wt.%, 8 wt.% 내지 15 wt.%, 5 wt.% 내지 12 wt.% 또는 8 wt.% 내지 12 wt.%인 것일 수 있다. 상기 전분 용액의 농도가 전술한 범위 내인 경우, 액체금속 마이크로 입자의 직경을 용이하게 조절할 수 있다.

[0039] 본 발명의 일 실시상태에 따르면, 상기 교반 속도는 500 rpm 내지 30000 rpm일 수 있다. 구체적으로 상기 교반 속도는 500 rpm 내지 30000 rpm, 500 rpm 내지 25000 rpm, 500 rpm 내지 20000 rpm, 500 rpm 내지 10000 rpm, 500 rpm 내지 5000 rpm, 500 rpm 내지 2000 rpm, 800 rpm 내지 3000 rpm, 800 rpm 내지 2500 rpm 또는 800 rpm 내지 2000 rpm일 수 있다. 상기 교반 속도를 전술한 범위 내에서 조절하는 경우, 액체금속 마이크로 입자의 직경을 용이하게 조절할 수 있다.

[0040] 본 발명의 일 실시상태에 따르면, 고온의 전분 용액에서 액체금속을 교반하여 액체금속 마이크로 입자를 제조하는 단계 후에 아밀라아제로 전분을 분해하여 액체금속 마이크로입자를 수득하는 단계;를 더 포함할 수 있다. 본 발명은 전술한 아밀라아제로 전분을 분해하고, 액체금속 마이크로 입자를 용이하게 수득할 수 있다.

[0041] 본 발명의 일 실시상태는 상기 제조방법으로 제조되고, 2 내지 10의 세장비(aspect ratio)를 가지는 고세장비의 액체금속 마이크로 입자를 제공한다. 상기 고세장비의 액체금속 마이크로 입자는 기존 구형 액체금속 마이크로 입자보다 열 및 전기 전도성이 우수할 수 있다.

[0042] 본 발명의 일 실시상태에 따르면, 상기 액체금속 마이크로 입자의 크기는 1 ㎛ 내지 1000 ㎛인 것일 수 있다. 구체적으로, 상기 액체금속 마이크로 입자의 크기는 1 ㎛ 내지 1000 ㎛, 1 ㎛ 내지 900 ㎛, 1 ㎛ 내지 800 ㎛ 또는 5 ㎛ 내지 800 ㎛일 수 있다. 상기 액체금속 마이크로 입자의 크기는 전술한 고온의 전분 용액에서 액체금속을 교반하여 액체금속 마이크로 입자를 제조하는 단계에서 전분 용액의 농도, 알긴산나트륨 용액의 농도 및 교반 속도에 따라 용이하게 조절할 수 있다.

[0043] 본 발명의 고세장비의 액체금속 마이크로 입자의 제조방법 및 고세장비의 액체금속 마이크로 입자에서 언급된 사항은 서로 모순되지 않는 한 동일하게 적용된다.

[0044] 이하, 본 발명을 구체적으로 설명하기 위해 실시예 또는 실험예를 들어 상세하게 설명하기로 한다. 그러나, 본 발명에 따른 실시예 또는 실험예들은 여러 가지 다른 형태로 변형될 수 있으며, 본 발명의 범위가 아래에서 기술하는 실시예 또는 실험예들에 한정되는 것으로 해석되지 않는다. 본 명세서의 실시예 또는 실험예들은 당업계에서 평균적인 지식을 가진 자에게 본 발명을 보다 완전하게 설명하기 위해 제공되는 것이다.

[0045] **실시예 1. 고세장비의 필즈메탈 마이크로 입자의 제조**

[0046] 필즈메탈(Field's metal)을 포함하는 10 wt.% 전분(starch) 용액을 90 ℃에서 1000 rpm으로 교반하여 직경이 200 ㎛의 구형 필즈메탈 마이크로 입자가 분산된 전분 용액을 제조하였다. 상기 제조된 전분용액에 2 wt.% 아밀라아제를 첨가하여 전분 용액을 젤라틴화하였고, 젤라틴화 된 전분 용액으로부터 구형 필즈메탈 마이크로 입자를 얻었다.

[0047] 상기 구형 필즈메탈 마이크로 입자를 4 wt.% 알긴산 나트륨 용액에 첨가하고 50 rpm으로 20분동안 교반하여 구형 필즈메탈 마이크로 입자를 포함하는 알긴산 나트륨 용액을 제조하였다. 상기 제조된 알긴산 나트륨 용액을 주사기로 5 wt.% 염화칼슘 용액에 압출하여 3 mm의 직경의 필즈메탈을 포함하는 알긴산 칼슘 필라멘트를 제조하고 응고시켰다. 그 후, 상기 알긴산 칼슘 필라멘트를 80 ℃ 온수에서 필라멘트의 길이 방향으로 30 mm/s 속도로 인장하여 인장된 필즈메탈 마이크로 입자를 제조하였다. 인장된 필즈메탈 마이크로 입자를 포함하는 알긴산 칼슘 필라멘트를 5 wt.% 구연산삼나트륨 용액에 넣고 20 분 동안 교반하여 알긴산 칼슘 필라멘트를 제거하였고, 고세장비의 필즈메탈 마이크로 입자를 얻었다.

[0048] **실시예 2 내지 실시예 4**

[0049] 하기 표 1과 같이 구형 필즈메탈 마이크로 입자를 제조할 때 전분용액의 농도, 알긴산나트륨 용액의 농도 및 교반 속도를 조절하는 것을 제외하고, 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 실시예 2 내지 실시예 5의 고세장비의 필즈메탈 마이크로 입자를 제조하였다.

표 1

[0050]

| | 전분용액의 농도 (wt.%) | 알긴산나트륨 용액의 농도 (wt.%) | 교반 속도 (rpm) | 구형 필즈메탈 마이크로 입자의 직경 (㎛) |
|---|---|---|---|---|
| 실시예 1 | 10 wt.% | 4 wt.% | 1000 rpm | 200 ㎛ |
| 실시예 2 | 12 wt.% | 4 wt.% | 2000 rpm | 50 ㎛ |
| 실시예 3 | 8 wt.% | 4 wt.% | 800 rpm | 800 ㎛ |
| 실시예 4 | 10 wt.% | 3 wt.% | 20000 rpm | 5 ㎛ |

[0051] **실험예 1. 알긴산 칼슘 필라멘트의 조성에 따른 특성 평가**

[0052] 알긴산 나트륨 용액 및 염화칼슘 용액의 농도에 따라 생성되는 알긴산 칼슘 필라멘트의 기계적 특성을 평가 하였다. 구체적으로, 하기 표 2와 같은 조성으로 알긴산 칼슘 필라멘트를 제조하였고, 알긴산 나트륨 용액의 농도에 따른 알긴산 칼슘 필라멘트의 시컨트 인장 계수(Secant Tensile Modulus, Young's modulus) 결과를 도 3에 나타내었다. 또한, 염화칼슘 용액의 농도에 따른 알긴산 칼슘 필라멘트의 시컨트 인장계수 결과를 도 4에 나타내었다.

표 2

[0053]

| | 알긴산 나트륨 용액의 농도 (wt.%) | 염화칼슘 용액의 농도 (wt.%) |
|---|---|---|
| 실험예 1-1 | 3 | 3 |
| 실험예 1-2 | 4 | 3 |
| 실험예 1-3 | 5 | 3 |
| 실험예 1-4 | 4 | 1 |
| 실험예 1-5 | 4 | 3 |
| 실험예 1-6 | 4 | 5 |

[0054] 도 3을 보면, 알긴산 나트륨 용액의 농도가 증가함에 따라 시컨트 인장계수도 증가하는 것을 알 수 있다. 또한, 알긴산 나트륨 용액의 농도가 4 wt.%일 때, 필라멘트 인장시 거의 파손되지 않는 시컨트 인장계수인 1 내지 1.5를 만족하여 가장 적절한 농도인 것을 확인하였다.

[0055] 나아가, 더 고농도의 알긴산 나트륨 용액은 점성을 가지므로, 알긴산 칼슘 필라멘트 제조시 공극이 발생하여 알긴산 칼슘 필라멘트를 약화시키는 것을 확인하였다.

[0056] 도 4를 보면, 염화칼슘 용액의 농도가 증가함에 따라 시컨트 인장계수도 증가하지만, 3 wt.%에서 수렴하는 것을 알 수 있다. 또한, 염화칼슘 용액의 농도가 1 wt.% 내지 5 wt.% 모두 필라멘트 인장시 거의 파손되지 않는 시컨트 인장계수인 1 내지 1.5를 만족하여 적절한 농도인 것을 확인하였다.

[0057] **실험예 2. 세장비 측정**

[0058] 상기 실시예 1 내지 실시예 5에서 제조된 고세장비의 필즈메탈 마이크로 입자를 ImageJ 소프트웨어를 이용하여 세장비를 측정하였고, 그 결과를 하기 표 3에 나타내었다.

표 3

[0059]

| | 장축의 길이 (㎛) | 단축의 길이 (㎛) | 세장비 |
|---|---|---|---|
| 실시예 1 | 600.8825 | 79.36652 | 7.570983 |
| 실시예 2 | 305.503 | 66.42814 | 4.599 |
| 실시예 3 | 274.6118 | 90.00459 | 3.051087 |

[0060] **실험예 3. 열 전도성 평가**

[0061] 상기 실시예 1의 중간 단계에서 제조된 구형 필즈메탈 마이크로 입자와 실시예 1에서 제조된 고세장비의 필즈메탈 마이크로 입자를 각각 포함하는 열전도성 평가 시편을 제조하였다. 구체적으로, 3D 프린팅된 몰드를 이용해 실리콘 엘라스토머(elastomer)와 20 vol.% 상기 필즈메탈 마이크로 입자를 혼합하여 10 mm의 직경과 1 mm의 높이를 가지는 원통형 열 전도성 평가 시편을 제조하였다. 상기 열 전도성 평가 시편을 100 ℃로 가열된 열원에

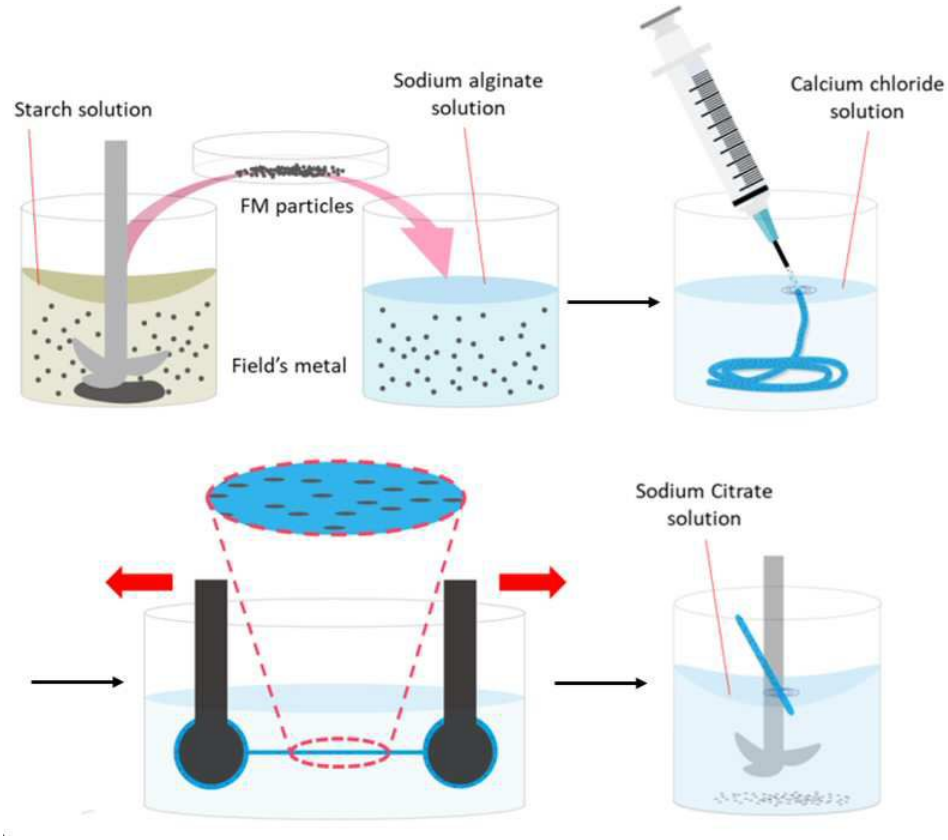
동시에 올려놓아 가열하는 방법으로 열 전도성 평가를 하였고, 그 결과를 도 5에 나타내었다.

[0062] 도 5를 보면, 구형 필즈메탈 마이크로 입자보다 고세장비의 필즈메탈 마이크로 입자가 열 전도성이 우수한 것을 알 수 있다.

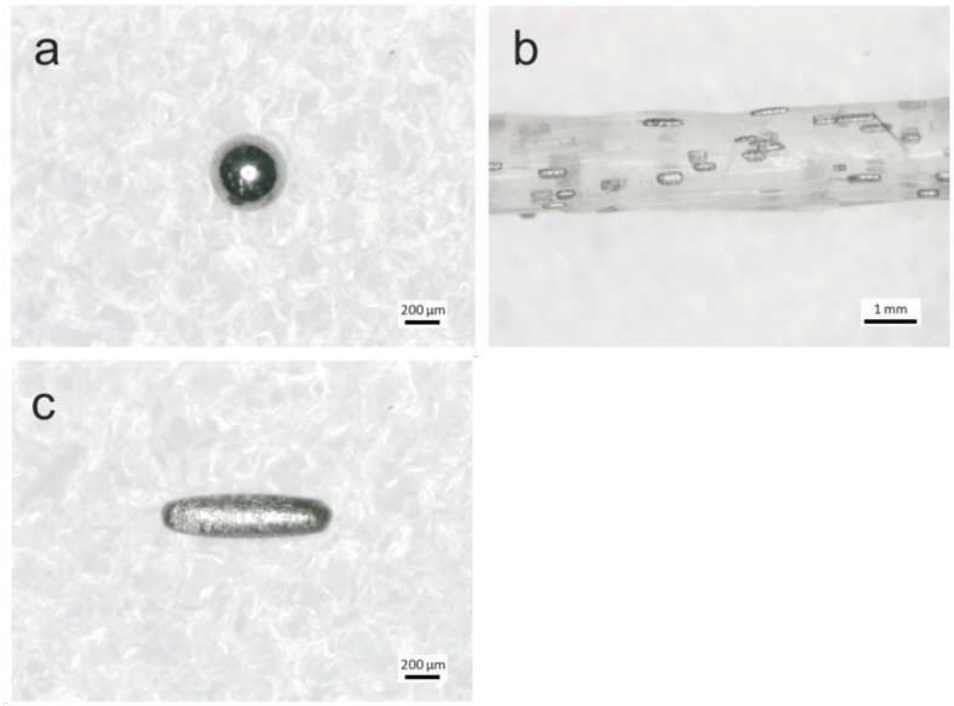
[0063] 이상의 상세한 설명은 본 발명을 예시하고 설명하는 것이다. 또한, 전술한 내용은 본 발명의 바람직한 실시 형태를 나타내고 설명하는 것에 불과하며, 전술한 바와 같이 본 발명은 다양한 다른 조합, 변경 및 환경에서 사용할 수 있으며, 본 명세서에 개시된 발명의 개념의 범위, 전술한 개시 내용과 균등한 범위 및/또는 당업계의 기술 또는 지식의 범위 내에서 변경 또는 수정이 가능하다. 따라서, 이상의 발명의 상세한 설명은 개시된 실시 상태로 본 발명을 제한하려는 의도가 아니다. 또한, 첨부된 청구범위는 다른 실시 상태도 포함하는 것으로 해석되어야 한다.

## 도면

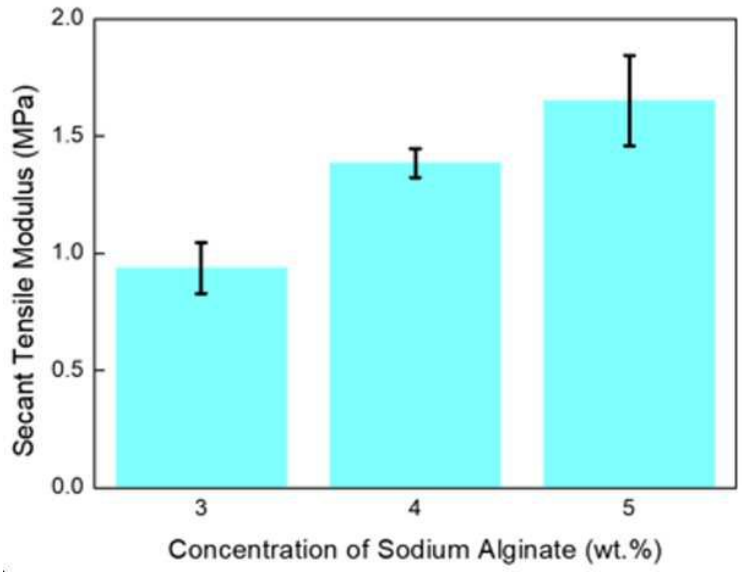
### 도면1



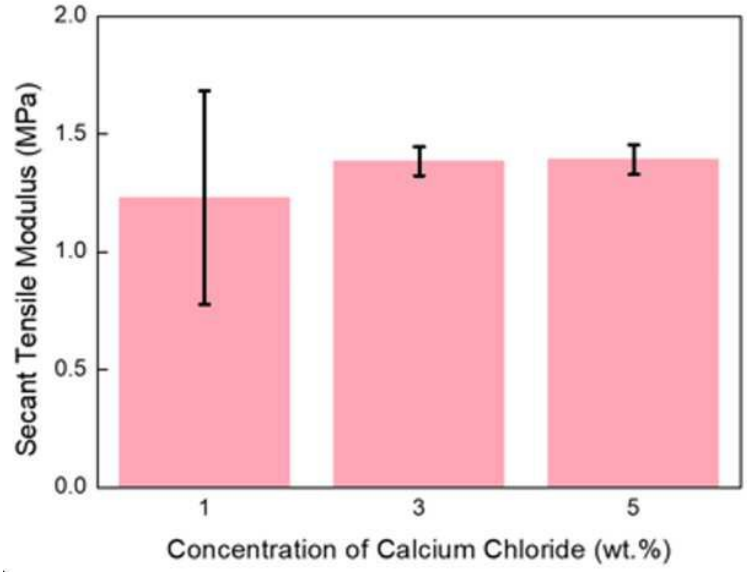
도면2


a
200 μm
b
1 mm
c
200 μm

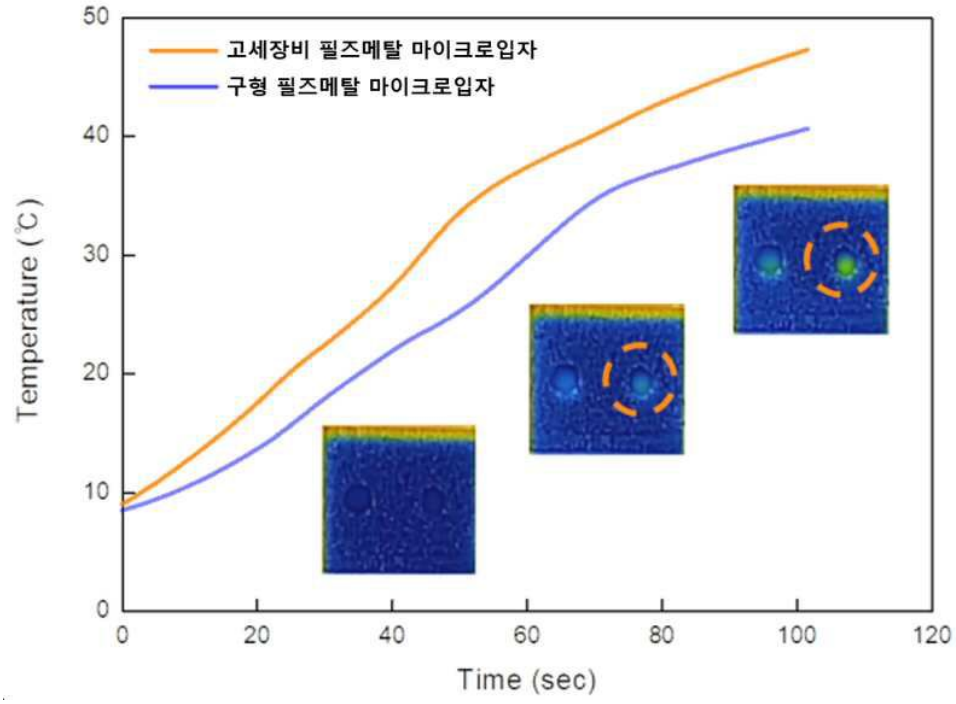
도면3


2.0
1.5
1.0
0.5
0.0
Secant Tensile Modulus (MPa)
3
4
5
Concentration of Sodium Alginate (wt.%)

도면4


Secant Tensile Modulus (MPa)
2.0
1.5
1.0
0.5
0.0
1
3
5
Concentration of Calcium Chloride (wt.%)

도면5


고세장비 필즈메탈 마이크로입자
구형 필즈메탈 마이크로입자
Temperature (℃)
50
40
30
20
10
0
0
20
40
60
80
100
120
Time (sec)