(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2009-0110741
(43) 공개일자 2009년10월22일

(51) Int. Cl.
C09D 7/12 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2008-0036393
(22) 출원일자 2008년04월18일
심사청구일자 2008년04월18일

(71) 출원인
계명대학교 산학협력단
대구 달서구 신당동 1000번지
(72) 발명자
서승혁
대구 수성구 황금1동 롯데골드아파트 1419동 401호
정승원
대구 북구 침산남로 226 침산코오롱하늘채 212동 705호
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
김경미

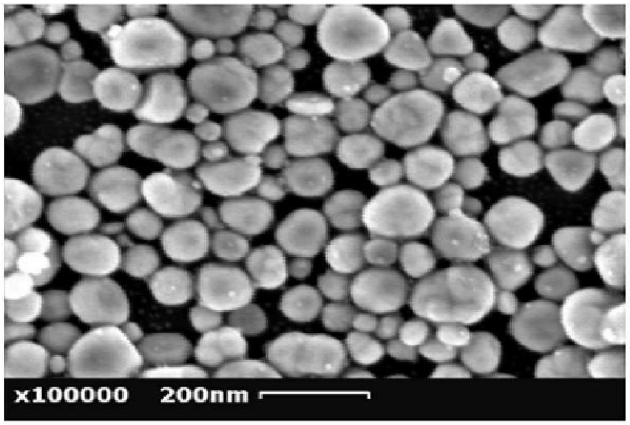
전체 청구항 수 : 총 7 항

(54) 은 나노 입자용 코팅재 조성물 및 이를 이용한 은 나노 입자의 코팅방법

(57) 요 약

본 발명은 은 나노 입자의 분산성, 유동성 및 전도성 등을 향상시킬 수 있도록 은 나노 입자의 표면을 균일하게 코팅 처리할 수 있는 코팅재 조성물과 이 코팅재 조성물을 이용하여 유동층 코팅공정에 의해 은 나노 분말의 표면을 균일하게 표면 처리하는 코팅방법에 관한 것으로서, 본 발명에 따른 은 나노 입자용 코팅재 조성물은 바인더 수지, 탄소수 8~15의 알칸티올류 화합물, 첨가제 및 용제를 포함하여 이루어지는 것을 특징으로 한다.

대 표 도 - 도1



(72) 발명자

배재영

대구 달서구 용산동 롯데캐슬그랜드 107동 2503호

한성수

대구 수성구 시지동 청구전원아파트 103동 107호

류원석

대구 수성구 신매동 서한보성아파트 260동 401호

특허청구의 범위

청구항 1

바인더 수지, 탄소수 8~15의 알칸티올류 화합물, 첨가제 및 용제를 포함하여 이루어지는 것을 특징으로 하는 은 나노 입자용 코팅재 조성물.

청구항 2

제 1항에 있어서, 바인더 수지는 7~12중량%, 알칸티올류 화합물은 2~3중량%, 첨가제는 6~12중량%를 사용하고 나머지는 용제로 이루어진 것을 특징으로 하는 은 나노 입자용 코팅재 조성물.

청구항 3

제 1항에 있어서, 상기 바인더 고분자는, 에틸셀룰로오스(ethyl cellulose), 니트로셀룰로오스(nitro cellulose), 파라린류, 에폭시계 수지, 폴리에스테르계 수지, 폴리에테르이미드계 수지, 폴리이미드계 수지 및 페놀계 수지 (계면활성제?) 로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 또는 2종 이상의 혼용인 것을 특징으로 하는 은 나노 입자용 코팅재 조성물.

청구항 4

제 1항에 있어서, 상기 첨가제는 확산방지제 또는 산화방지제인 것을 특징으로 하는 은 나노 입자용 코팅재 조성물.

청구항 5

코팅할 은 나노 입자가 유동되고 있는 유동층 코팅챔버 내로 제 1항 내지 제 4항 중 어느 한 항에 따른 은 나노 입자용 코팅재 조성물을 함유한 코팅액을 분무하여 코팅할 은 나노 입자의 표면에 상기 코팅재를 균일하게 도포하는 것을 특징으로 하는 은 나노 입자의 코팅방법.

청구항 6

제 5항에 있어서, 상기 유동층 코팅 챔버 내부는 30~300℃의 온도를 유지하여 코팅될 은 나노 입자가 가열된 상태를 유지하도록 하는 것을 특징으로 하는 은 나노 입자의 코팅방법.

청구항 7

제 5항에 있어서, 상기 은 나노 입자용 코팅재 조성물은 코팅할 은 나노 입자의 총 중량에 대해 0.1~5.0중량%인 것을 특징으로 하는 은 나노 입자의 코팅방법.

명 세 서

발명의 상세한 설명

기 술 분 야

<1> 본 발명은 은 나노 입자용 코팅재 조성물 및 이를 이용한 은 나노 입자의 코팅방법에 관한 것으로서, 더욱 상세하게는 은 나노 입자의 분산성, 유동성 및 전도성 등을 향상시킬 수 있도록 은 나노 입자의 표면을 균일하게 코팅 처리할 수 있는 코팅재 조성물과 이 코팅재 조성물을 이용하여 유동층 코팅공정에 의해 은 나노 분말의 표면을 균일하게 표면 처리하는 코팅방법에 관한 것이다.

배 경 기 술

<2> 최근 각종 전자, 전기, 자동차, 태양에너지 및 디스플레이 분야의 고성능화에 힘입어 전극 특성을 갖는 금속 나노 입자 소재의 수요가 증가하고 있는 추세이다. 특히, 플라즈마 디스플레이, 자동차 열선용, 태양전지용 전극, PCB 기판 등의 산업분야에서는 저저항치 특성과 저온 소성공정에 적합한 나노 입자 크기의 은 분말이 요구되고 있다.

<3> 그런데, 일반적으로 0.5~5㎛ 이하의 입도를 가지는 마이크로 입자 크기의 은 분말의 경우, 은 분말 표면에 산화

방지제 처리 혹은 코팅처리를 하지 않고 사용하고 있으며, 기존의 널리 알려진 나노 입자의 은 분말 합성법과 은 분말에 대한 코팅재로서는 100㎚ 이하의 은 나노 입자에 개별적으로 균일하게 표면처리 코팅하기가 어려워, 나노 입자 크기의 은 분말의 분산 특성을 구현하기가 어려운 문제가 있다.

<4> 즉, 종래 사용되고 있는 은 분말에 주로 사용되고 있는 코팅재 조성물은 주로 계면활성제류와 고분자 수지류를 사용하여 왔는데, 이를 은 나노 입자 분말에 사용할 경우, 단분산 처리가 이루어지지 않아, 나노 입자로서의 특성을 충분히 발휘할 수 없었다.

발명의 내용

해결 하고자하는 과제

<5> 본 발명은 상술한 종래 기술의 문제점을 해결하기 위해 이루어진 것으로서, 은 나노 입자의 표면에 보다 균일하게 코팅되어 은 나노 입자의 유동성과 분산성 및 전도성을 향상시킬 수 있는 코팅재 조성물을 제공하는 것을 목적으로 한다.

<6> 본 발명은 또한 이러한 코팅재 조성물을 이용하여, 코팅공정 후에 은 나노 입자의 회수율이 향상되고, 공정이 단순하며, 공정 중 인위적인 조립화를 통해 나노 입자 크기의 은 분말을 높은 생산성으로 균일하게 제조할 수 있는 은 나노 입자의 코팅방법을 제공하는 것을 목적으로 한다.

과제 해결수단

<7> 상기 목적을 달성하기 위한 본 발명에 따른 은 나노 입자용 코팅재 조성물은, 바인더 수지, 탄소수 8~15의 알칸티올류 화합물, 용제 및 첨가제를 포함하여 이루어진다.

<8> 상기 조성의 코팅재 조성물에서 바인더 수지는 7~12중량%, 알칸티올류 화합물은 2~3중량%, 그리고 첨가제는 6 내지 12중량%가 사용되며, 나머지는 용제가 차지한다.

<9> 또한 본 발명에 따른 은 나노 입자의 코팅방법은, 코팅할 나노 입자의 은 분말이 유동되고 있는 유동층 코팅 챔버 내로 상기 본 발명에 따른 은 나노 입자용 코팅재 조성물을 함유한 코팅액을 분무하여 코팅할 은 나노 입자의 표면에 상기 코팅재를 균일하게 도포하는 것을 특징으로 한다.

효 과

<10> 본 발명에 따른 은 나노 입자용 코팅재 조성물과 코팅방법은, 은 나노 입자의 표면에 균일한 코팅층을 형성할 수 있도록 하기 때문에, 기존의 믹싱법에 의한 코팅에 비해 균일한 코팅층을 제공하여 과대한 조립화를 방지함으로써 전극 제품의 저저항치 특성을 얻을 수 있고, 은 나노 입자의 일정 입경으로의 조립화를 통해 코팅된 은 나노 입자의 유동성과 분산성을 개선시키며, 분말의 회수율을 20% 이상 증가시킬 수 있을 뿐만 아니라, 공정이 단순화되어 은 나노 입자의 코팅에 필요한 공정시간을 단축하고, 분쇄 등의 후공정이 생략됨으로써 제조원가를 절감시킬 수 있어 경제적이다.

발명의 실시를 위한 구체적인 내용

<11> 이하, 본 발명을 좀 더 구체적으로 설명한다.

<12> 본 발명에 따른 은 나노 입자용 코팅액 조성물은, 바인더 수지 7~12중량%와 첨가제 6~12중량% 및 알칸티올류 화합물 2~3중량% 및 용제를 포함하여 이루어진다.

<13> 여기서, 상기 바인더 수지는 은 나노 입자의 단분산 처리가 가능하고 전도성 페이스트 성분조합시 용제와의 혼용성이 좋은 고분자들이 사용될 수 있다. 이러한 바인더 수지로서는, 에틸셀룰로오스(ethyl cellulose), 니트로셀룰로오스(nitro cellulose), 파라핀류, 에폭시계 수지, 폴리에스테르계 수지, 폴리에테르이미드계 수지, 폴리이미드계 수지 및 페놀계 수지 등을 들 수 있다. 이들 바인더 수지는 단독으로 사용될 수도 있고 상용성이 좋은 2 가지 이상의 종류를 혼용할 수도 있다.

<14> 상기 알칸티올류 화합물은 탄소수 8~15의 것을 사용하며, 은 나노 입자의 표면을 코팅하여 은 나노 입자끼리 응집(aggregation)하는 것을 방지하여 은 나노 입자가 단분산 상태를 이루도록 하는 작용을 한다.

<15> 상기 첨가제로는 은 나노 입자의 소성과정에서 소성공정 특성을 향상시키기 위해 사용되는 트리페닐 포스파이트(triphenyl phosphite, TPP), Iganox 1010과 같은 산화방지제 또는 확산방지제를 들 수 있다.

<16> 한편, 본 발명에 따른 코팅액 조성물에 사용되는 용제로는, 메탄올, 에탈올, 프로판올, 이소프로판올, 부탄올, 이소부틸알코올, 벤질알코올, 2-부톡시에톡시에탄올, 2-에톡시에탄올, 3-메톡시-3-메틸부탄올, α-테르피네올(α-terpineol)과 같은 알코올계 화합물; 에틸렌글리콜, 에틸렌글리콜 모노메틸에테르, 디에틸렌글리콜 모조부틸에테르와 같은 폴리알킬렌글리콜계 화합물; 벤젠, 톨루엔, 자일렌과 같은 방향족 탄화수소계 화합물; 에틸아세테이트, 부틸아세테이트와 같은 에스테르계 화합물; 및 N,N-디메틸포름아미드(N,N-디메틸포름아미드), N,N-디메틸아세트아미드(N,N-dimethyl acetamide), 순수 등을 들 수 있으며, 이들 중에서 선택되는 한 종류를 단독으로 사용할 수도 있고, 상용성 있는 2 종류 이상을 혼용할 수도 있다.

<17> 이들 중에서도 특히, 100℃ 이상의 끓는점을 갖는 2-부톡시에톡시에탄올, 3-메톡시-3-메틸부탄올, α-테르피네올, 디에틸렌글리콜모노부틸에테르, 디에틸렌글리콜모노부틸에테르아세테이트, 디메틸포름아미드 및 디메틸아세트아미드가 장기 안정성 및 공정 특성에 있어 바람직하다.

<18> 한편 상기 본 발명에 따른 코팅재 조성물을 사용하여, 은 나노 입자의 표면을 코팅하는 방법은, 상기 코팅재 조성물을 코팅할 은 나노 입자가 유동되고 있는 유동층 코팅장비 챔버 내로 분무하여 코팅할 분말의 표면에 상기 코팅재를 균일하게 코팅하여 은 입자의 단분산화가 이루어지게 하는 것이다.

<19> 이와 같은 유동층 코팅방법은 은 나노 입자의 표면에 유기물질을 코팅시 유동층 장비를 이용하여 분말 입자를 유동화시키면서 코팅재가 함유된 코팅액을 분무하는 액상분무 코팅방법으로서, 상기 유동층 코팅 챔버의 온도 및 가열된 분말입자의 온도에 의하여 코팅액의 용매가 증발되어 코팅재가 분말입자 표면에 균일하게 코팅막을 형성하게 된다. 따라서 상기 은 나노 입자 표면에 형성된 균일한 코팅막에 의해 전기적 전도성, 열적 안정성 및 분말의 분산성 등의 물리 화학적 특성이 개선된다.

<20> 그리고 여기서 유동층이란 기체 또는 액체 속에서 부유하여 고체입자가 유체화상태로 되는 층을 의미하는 것으로 이러한 유동층은 일정한 열전달속도, 고른 온도분포와 높은 혼합도 특성으로 인하여 대부분의 활성물질에서 반응이 일어나므로 표면이 균일하게 처리될 수 있다. 즉 유동화 상태에서 코팅할 은 나노 입자는 가열되고, 코팅액이 분무되어 은 나노 입자에 접촉하게 되면 유동층 코팅 챔버 및 은 나노 입자의 온도에 의하여 용매가 증발되고 원하는 코팅재가 분말 입자의 표면에 코팅된다.

<21> 한편, 본 발명에서 사용되는 코팅재의 바람직한 사용량은 코팅할 은 나노 입자의 총 중량에 대하여 0.1 내지 5.0중량%이며, 바람직하게는 0.1 내지 2.0중량%이다. 코팅재의 사용량이 0.1중량% 미만이면 은 나노 입자의 표면에 균일하게 처리가 이루어지지 않아서 엉킴현상과 입자간의 코팅두께의 편차가 커서 균일한 표면코팅이 이루어지기 어려우며, 반면에 5.0중량%를 초과하면, 코팅재의 양이 너무 많아 은 나노 표면의 불균일성과 은나노 입자를 사용하여 소성공정 거칠 경우, 소성공정 후 아웃개싱(outgassing)이 발생할 수 있다.

<22> 상기 코팅재는 바인더 수지와 알칸티올류 화합물을 용해시키거나 상기 첨가제를 분산시킬 수 있고, 유동층 공정 온도에서 쉽게 휘발할 수 있는 용매에 희석하여 점도가 1,500~3,000Pa.S 정도인 코팅액을 제조하고, 이를 유동층 코팅장비의 공정 챔버 내로 직경이 0.6 내지 1.5㎜인 분무노즐을 통해 0.5 내지 3.0바(bar)의 압력으로 분무시켜, 코팅할 은 나노 입자의 표면에 코팅재가 코팅된 입자를 제조하게 된다.

<23> 이때, 상기 코팅액은 적정한 온도로 유지되고 있는 유동 은 나노 입자의 표면에 분무되며, 가열된 은 나노 입자의 표면에 접촉한 코팅액의 용매는 휘발되고 코팅재가 은 나노 입자의 표면에 코팅재의 막을 형성하게 된다. 이때, 용매의 원활한 휘발을 위하여, 챔버 내부 온도는 사용 용매에 따라 차이가 있으나, 30~300℃로 유지하는 것이 바람직하며, 상기 범위 이하에서는 용매의 휘발이 원활히 이루어지기 어렵고, 상기 범위를 초과하면 분말의 산화로 인해 특성이 저하될 염려가 있어 바람직하지 않다.

<24> 이하, 실시예를 통해 본 발명을 좀 더 설명한다.

<25> **실시예**

<26> **실시예 1**

<27> 바인더 수지인 에틸셀룰로오스 10g과 데칸티올 1g, 첨가제인 트리페닐포스파이트 9g을 2-부톡시에톡시에탄올 80g에 균일하게 용해하여 코팅재 조성물을 제조하였다. 상기 코팅재 조성물을 이소프로필알코올 1:100의 비율로 용해하여 코팅액을 제조하였다.

<28> 그 후, 평균입경이 100㎚ 이하인 은 나노 입자 분말을 유동층 챔버에 장입하고 분말을 유동시키면서 챔버의 내부온도를 100℃로 상승시켜 유동화 정도 및 공정 온도가 안정되도록 하였다. 상기 장입된 은 나노 입자 분말 중량의 2.0%의 코팅재가 투입되도록 직경이 1.0㎜인 분무노즐을 통해 상기 제조된 코팅액을 2.0bar의 압력으로 챔

버 내로 분무하여 상기 입자 표면에 코팅재가 균일하게 코팅되도록 하였다.

<29> 코팅된 은 분말을 전자현미경으로 관찰한 결과, 도 1에서 보는 바와 같이 입자의 단분산이 잘 이루어진 것을 확인할 수 있었으며, 단분산과 회수율 측정결과 100㎚ 이하의 코팅분말 회수율이 90%로 얻어졌다.

<30> **비교예 1**

<31> 코팅재로서 은 나노 입자 대비 3.0중량%의 에폭시수지를 아세톤에 1:50의 비율로 녹여 코팅액을 제조하였다.

<32> 상기 제조된 코팅액을 평균입경이 100㎚ 이하인 은 입자와 함께 혼합기에 장입하여 혼합, 건조, 분급하였다.

<33> 제조된 코팅된 은 분말을 주사전자현미경으로 확인한 결과, 도 2에서 보는 바와 같이, 은 입자들은 단분산 처리가 이루어지지 않고 입자끼리 서로 응집되어 있음을 확인할 수 있었다.

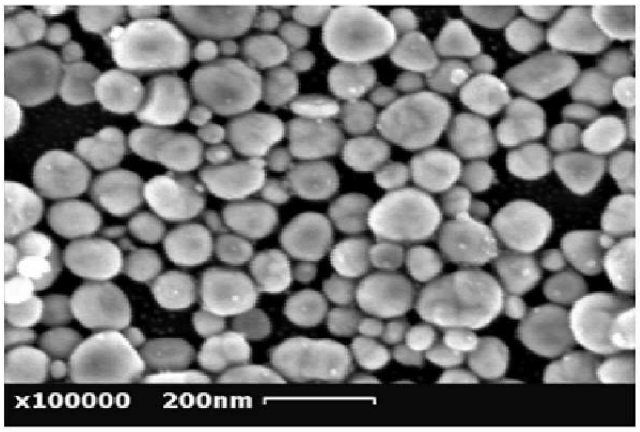
도면의 간단한 설명

<34> 도 1은 실시예 1에서 얻어진 코팅된 은 입자를 1000배 확대한 전자현미경 사진이고,

<35> 도 2는 비교예 1에서 얻어진 코팅된 은 입자를 50배(100㎜) 확대한 전자현미경 사진이다.

도면

도면1



도면2

