



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2016-0025235

(43) 공개일자 2016년03월08일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

C08K 3/30 (2006.01) C08J 3/20 (2006.01)

C08K 3/10 (2006.01) C08L 101/00 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2014-0112188

(22) 출원일자 2014년08월27일

심사청구일자 2014년08월27일

(71) 출원인

경희대학교 산학협력단

경기도 용인시 기흥구 덕영대로 1732 (서천동, 경희대학교 국제캠퍼스내)

(72) 발명자

박호석

경기도 용인시 기흥구 덕영대로 1732 경희대학교 공과대학 화학공학과 (서천동)

(74) 대리인

특허법인가산

전체 청구항 수 : 총 15 항

(54) 발명의 명칭 유기-무기 나노 복합체 및 이의 제조방법

(57) 요약

본 발명은 유기 고분자 수지; 및 하기 화학식 (1)의 단일층 판상 구조의 전이금속 디칼코게나이드(transition metal dichalcogenide)를 포함하는 유기-무기 나노 복합체 및 이의 제조방법을 제공한다:

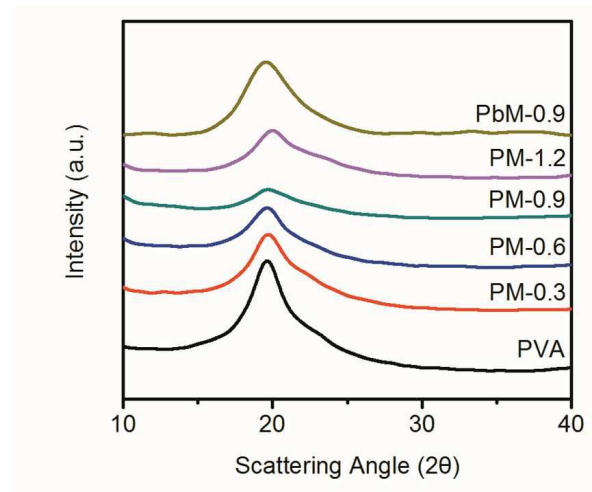
$MX_2(1)$

상기 식에서,

M은 Cr, Mo 및 W 으로 구성된 군에서 선택되는 하나의 전이금속이고,

X는 S, Se 및 Te 로 구성된 군에서 선택된 하나의 주기율표 상의 16족 원이다.

대표도 - 도1



이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 NRF-2013S1A2A2035510

부처명 교육부

연구관리전문기관 한국연구재단

연구사업명 글로벌연구네트워크지원사업

연구과제명 에너지저장 응용을 위한 3차원 계층적 구조를 가진 나노 소재의 전기화학적 거동에 대한
기초 연구

기 여 율 1/1

주관기관 경희대학교

연구기간 2013.09.01 ~ 2014.08.31

명세서

청구범위

청구항 1

유기 고분자 수지; 및

하기 화학식 (1)의 단일층 판상 구조의 전이금속 디칼코게나이드(transition metal dichalcogenide)를 포함하는 유기-무기 나노 복합체:

$MX_2(1)$ 상기 식에서,

M은 Cr, Mo 및 W 으로 구성된 군에서 선택되는 하나의 전이금속이고,

X는 S, Se 및 Te 로 구성된 군에서 선택된 하나의 주기율표 상의 16족 원이다.

청구항 2

제1 항에 있어서,

상기 화학식 (1)의 전이금속 디칼코게나이드는 WS_2 이고, 함량이 0.0 중량% 초과 내지 2.0 중량% 이하이며,

상기 유기 고분자 수지는 함량이 98.0 중량% 이상 내지 100.0 중량% 미만인 유기-무기 나노 복합체.

청구항 3

제2 항에 있어서,

상기 화학식 (1)의 전이금속 디칼코게나이드는 MoS_2 이고, 함량이 0.0 중량% 초과 내지 1.2 중량% 이하이며,

상기 유기 고분자 수지는 함량이 98.8 중량% 이상 내지 100.0 중량% 미만인 유기-무기 나노 복합체.

청구항 4

제1 항에 있어서,

상기 화학식 (1)의 전이금속 디칼코게나이드는 단일층의 나노 판상 구조인 유기-무기 나노 복합체.

청구항 5

제1 항에 있어서,

상기 유기 고분자 수지는 수용성 고분자 수지인 유기-무기 나노 복합체.

청구항 6

제5 항에 있어서,

상기 수용성 고분자 수지는, 폴리비닐알코올(polyvinyl alcohol; PVA)계 수지, 폴리아크릴(Polyacrylic)계 수지, 폴리알킬렌글리콜(Polyalkylene glycol)계 수지, 폴리알킬렌옥사이드(Polyalkylene oxide)계 수지, 폴리비닐피롤리돈(Polyvinylpyrrolidinone)계 수지 및 이들의 공중합체로 이루어진 군에서 선택되는 하나 이상인 유기-무기 나노 복합체.

청구항 7

제6 항에 있어서,

상기 폴리 아크릴계 수지는 폴리(N-이소프로필아크릴아마이드)(poly(N-isopropylacrylamide)), 폴리아크릴아마이드(Polyacrylamide), Poly(acrylic acid), 폴리메타크릴레이트(Polymethacrylate)로 구성된 군에서 선택되는 하나 이상이고,

상기 폴리알킬렌 글리콜계 수지는 폴리에틸렌글리콜(Polyethylene glycol) 및 폴리프로필렌글리콜(Polypropylene glycol)로 구성된 군에서 선택된 하나이며,

상기 폴리알킬렌 옥사이드계 수지는 폴리에틸렌옥사이드(Polyethylene oxide) 및 폴리프로필렌옥사이드(Polypropylene oxide)로 구성된 군에서 선택된 하나인 유기-무기 나노 복합체.

청구항 8

제1 항에 있어서,

상기 전이금속 칼코게나이드의 부피 분율(volume fraction)이 0.0000 초과 내지 0.0035 미만인 때, 인장 탄성률(tensile modulus)가 2.0 Gpa 초과 내지 3.5 Gpa 미만인 유기-무기 나노 복합체.

청구항 9

유기 고분자 수지를 준비하는 단계; 및

상기 유기 고분자 수지에 하기 화학식 (1)의 단일층 판상 구조의 전이금속 디칼코게나이드(transition metal dichalcogenide)를 첨가하는 단계;

를 포함하는 유기-무기 나노 복합체의 제조방법.



상기 식에서,

M은 Cr, Mo 및 W 으로 구성된 군에서 선택되는 하나의 전이금속이고,

X는 S, Se 및 Te 로 구성된 군에서 선택된 하나의 주기율표 상의 16족 원이다.

청구항 10

제9 항에 있어서,

상기 화학식 (1)의 전이금속 디칼코게나이드는 WS_2 이고, 함량이 0.0 중량% 초과 내지 2.0 중량% 이하이며,

상기 유기 고분자 수지는 함량이 98.0 중량% 이상 내지 100.0 중량% 미만인 유기-무기 나노 복합체의 제조방법.

청구항 11

제9 항에 있어서,

상기 화학식 (1)의 전이금속 디칼코게나이드는 MoS_2 이고, 함량이 0.0 중량% 초과 내지 1.2 중량% 이하이며,

상기 유기 고분자 수지는 함량이 98.8 중량% 이상 내지 100.0 중량% 미만인 유기-무기 나노 복합체의 제조방법.

청구항 12

제9 항에 있어서,

상기 화학식 (1)의 전이금속 디칼코게나이드는 단일층의 나노판상 구조인 유기-무기 나노 복합체의 제조방법.

청구항 13

제9 항에 있어서,

상기 유기 고분자 수지는 수용성 고분자 수지인 유기-무기 나노 복합체.

청구항 14

제13 항에 있어서,

상기 수용성 고분자 수지는, 폴리비닐알코올(polyvinyl alcohol; PVA), 폴리아크릴(Polyacrylic)계 수지, 폴리알킬렌글리콜(Polyalkylene glycol)계 수지, 폴리알킬렌옥사이드(Polyalkylene oxide)계 수지, 폴리비닐피롤리돈(Polyvinylpyrrolidinone) 및 이들의 공중합체로 이루어진 군에서 선택되는 하나 이상인 유기-무기 나노 복

합체의 제조방법.

청구항 15

제14 항에 있어서,

상기 폴리 아크릴계 수지는 폴리(N-이소프로필아크릴아마이드)(poly(N-isopropylacrylamide)), 폴리아크릴아마이드(Polyacrylamide), Poly(acrylic acid), 폴리메타크릴레이트(Polymethacrylate)로 구성된 군에서 선택되는 하나 이상이고,

상기 폴리알킬렌 글리콜계 수지는 폴리에틸렌글리콜(Polyethylene glycol) 및 폴리프로필렌글리콜(Polypropylene glycol)로 구성된 군에서 선택된 하나이며,

상기 폴리알킬렌 옥사이드계 수지는 폴리에틸렌옥사이드(Polyethylene oxide) 및 폴리프로필렌옥사이드(Polypropylene oxdie)로 구성된 군에서 선택된 하나인 유기-무기 나노 복합체의 제조방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 유기-무기 나노 복합체 및 이의 제조방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 유기-무기 나노 복합체는 나노기술과 고분자로 대표되는 유기재료가 결합되어 탄생된 신소재이다.

[0003] 유기-무기 나노 복합체의 연구 방향은 기능성을 담당하는 나노 크기의 무기 충전제(filler)를 유기 고분자 수지의 매트릭스(matrix)에 균질하게 분산시켜 유기 고분자 수지가 본래 가지고 있는 물리적 성질을 향상시키거나 기존에 가지지 못하였던 새로운 성질을 부여하는 방향으로 진행되고 있다.

[0004] 나노 복합체의 특성을 결정하는 무기 충전제로는 금속 나노 입자, 나노 크기의 구형 또는 폴러렌이나 탄소 나노 튜브로 대표되는 나노 크기의 신 탄소계 재료 등 다양한 물질들이 연구되고 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0005] 본 발명이 해결하고자 하는 과제는 나노 판상 구조를 갖는 2차원 전이 금속 칼코겐 화합물을 충전제로 포함하여 유기 고분자 수지의 물성을 향상시킨 유기-무기 나노 복합체를 제공하는 것이다.

[0006] 본 발명이 해결하려는 과제들은 이상에서 언급한 과제들로 제한되지 않으며, 언급되지 않은 또 다른 과제들은 아래의 기재로부터 당업자에게 명확하게 이해될 수 있을 것이다.

과제의 해결 수단

[0007] 상기 과제를 해결하기 위한 본 발명의 일 실시예에 따른 유기-무기 나노 복합체는, 유기 고분자 수지; 및 하기 화학식 (1)의 전이금속 디칼코게나이드(transition metal dichacogenide)를 포함하는 유기-무기 나노 복합체일 수 있다:

[0008] $MX_2(1)$

[0009] 상기 식에서,

[0010] M은 Cr, Mo 및 W 으로 구성된 군에서 선택되는 하나의 전이금속이고,

[0011] X는 S, Se 및 Te 로 구성된 군에서 선택된 하나의 주기율표 상의 16족 원이다.

[0012] 상기 유기-무기 나노 복합체는 유기 고분자 수지를 준비하고, 상기 유기 고분자 수지에 상기 화학식 (1)의 전이금속 디칼코게나이드(transition metal dichacogenide)를 첨가함으로써 제조할 수 있다.

[0013] 상기 유기 고분자 수지는 수용성 고분자 수지일 수 있다.

- [0014] 상기 화학식 (1)의 전이금속 디칼코게나이드는 단일층의 나노 판상 구조일 수 있다.
- [0015] 비제한적인 일례에서, 상기 화학식 (1)의 전이금속 디칼코게나이드는 WS_2 일 수 있고, 함량이 0.0 중량% 초과 내지 2.0 중량% 이하일 있으며, 상기 유기 고분자 수지는 함량이 98.0 중량% 이상 내지 100.0 중량% 미만일 수 있다.
- [0016] 비제한적인 다른 일례에서, 상기 화학식 (1)의 전이금속 디칼코게나이드는 MoS_2 일 수 있고, 함량이 0.0 중량% 초과 내지 1.2 중량% 이하일 수 있으며, 상기 유기 고분자 수지는 함량이 98.8 중량% 이상 내지 100.0 중량% 미만일 수 있다.
- [0017] 비제한적인 또 다른 일례에서, 상기 화학식 (1)의 전이금속 디칼코게나이드는 MoS_2 일 수 있고, 함량이 0.0 중량% 초과 내지 0.9 중량% 이하일 수 있으며, 상기 유기 고분자 수지는 함량이 91.1 중량% 이상 내지 100.0 중량% 미만일 수 있다.
- [0018] 비제한적인 또 다른 일례에서, 상기 유기-무기 나노 복합체는 상기 전이금속 칼코게나이드의 부피 분율(volume fraction)이 0.0000 초과 내지 0.0035 미만인 때, 인장 탄성률(tensile modulus)가 2.0 Gpa 초과 내지 3.5 Gpa 미만일 수 있다.
- [0019] 본 발명의 기타 구체적인 사항들은 상세한 설명 및 도면들에 포함되어 있다.

발명의 효과

- [0020] 본 발명의 실시예들에 의하면 적어도 다음과 같은 효과가 있다.
- [0021] 상기 유기 고분자 수지에 상기 화학식 (1)로 표현되는 단일층 판상 구조의 전이금속 칼코게나이드를 첨가하고 균질하게(homogeneous) 분산시킴으로써, 상기 유기 고분자 수지의 기계적 물성을 향상시킬 수 있다.
- [0022] 구체적으로, 상기 단일층 판상 구조의 전이금속 칼코겐 화합물이 첨가되지 않은 경우, 상기 유기 고분자 수지의 인장 탄성률은 2.0 Gpa 인 반면에, 상기 유기 고분자 수지에 0.0000 초과 내지 0.0035 미만의 범위의 부피 분율로 상기 금속 칼코겐 화합물을 첨가하고 분산시킨 유기-무기 나노 복합체에서 상기 유기 고분자 수지의 인장 탄성률은 2.0 Gpa 초과를 가질 수 있다.
- [0023] 본 발명에 따른 효과는 이상에서 예시된 내용에 의해 제한되지 않으며, 더욱 다양한 효과들이 본 명세서 내에 포함되어 있다.

도면의 간단한 설명

- [0024] 도 1은 실시예 1 내지 4와 비교예 1 내지 2의 XRD(X-ray diffraction) 결과이다.
- 도 2는 실시예 5 내지 8과 비교예 1 및 3의 XRD(X-ray diffraction) 결과이다.
- 도 3은 실시예 1 내지 4와 비교예 1 내지 2의 시차주사 열량측정(differential scanning calorimetry, DSC) 결과이다.
- 도 4는 실시예 5 내지 8과 비교예 1 및 3의 시차주사 열량측정(differential scanning calorimetry, DSC) 결과이다.
- 도 5는 동역학 측정 장치(Dynamic Mechanical Analyzer, DMA)를 이용하여 실시예 1 내지 8과 비교예 1의 기계적 물성을 비교한 결과이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0025] 본 발명의 이점 및 특징, 그리고 그것들을 달성하는 방법은 첨부되는 도면과 함께 상세하게 후술되어 있는 실시예들을 참조하면 명확해질 것이다. 그러나 본 발명은 이하에서 개시되는 실시예들에 한정되는 것이 아니라 서로 다른 다양한 형태로 구현될 것이며, 단지 본 실시예들은 본 발명의 개시가 완전하도록 하며, 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 발명의 범주를 완전하게 알려주기 위해 제공되는 것이며, 본 발명은 청구항의 범주에 의해 정의될 뿐이다.
- [0026] 본 발명의 일 실시예에 따른 유기-무기 나노 복합체는, 유기 고분자 수지; 및 상기 유기 고분자 수지 내에 균질 분산된 하기 화학식 (1)의 단일층 판상 구조의 전이금속 칼코게나이드를 포함할 수 있다. 구체적으로, 상기 단

일층 판상 구조의 전이금속 칼코게나이드는 유기 고분자 수지의 매트릭스 내에 균질 분산되어 있을 수 있다.

[0027]

$MX_2(1)$

[0028]

상기 식에서,

[0029]

M은 Cr, Mo 및 W 으로 구성된 군에서 선택되는 하나의 전이금속이고,

[0030]

X는 S, Se 및 Te 로 구성된 군에서 선택된 하나의 주기율표 상의 16족 원이다.

[0031]

상기 유기 고분자 수지는 수용성 고분자 수지일 수 있다. 구체적으로, 상기 수용성 고분자 수지는, 폴리비닐알코올(polyvinyl alcohol; PVA), 폴리아크릴(Polyacrylic)계 수지, 폴리아킬렌글리콜(Polyalkylene glycol)계 수지, 폴리아킬렌옥사이드(Polyalkylene oxide)계 수지, 폴리비닐피롤리돈(Polyvinylpyrrolidinone) 및 이들의 공중합체로 이루어진 군에서 선택되는 하나 이상일 수 있다. 다만, 이로 제한되는 것은 아니다.

[0032]

상기 폴리 아크릴계 수지는 폴리(N-이소프로필아크릴아마이드)(poly(N-isopropylacrylamide)), 폴리아크릴아마이드(Polyacrylamide), Poly(acrylic acid), 폴리메타크릴레이트(Polymethacrylate)로 구성된 군에서 선택되는 하나 이상일 수 있다. 다만, 이로 제한되는 것은 아니다.

[0033]

상기 폴리아킬렌 글리콜계 수지는 폴리에틸렌글리콜(Polyethylene glycol) 또는 폴리프로필렌글리콜(Polypropylene glycol) 동일 수 있다. 다만, 이로 제한되는 것은 아니다.

[0034]

또한, 상기 폴리아킬렌 옥사이드계 수지는 폴리에틸렌옥사이드(Polyethylene oxide) 또는 폴리프로필렌옥사이드(Polypropylene oxide) 동일 수 있다. 다만, 이로 제한되는 것은 아니다.

[0035]

이하, 첨부된 도면 및 실험예들을 참고로 하여 본 발명의 실시예들에 대해 설명한다.

[0036]

<실시예 1-4>

[0037]

리튬 삽입법(lithium intercalation method)을 이용하여 벌크 MoS_2 로부터 단일층 판상 구조의 MoS_2 를 제작하였다. 80 °C의 증류수 10g에 폴리비닐알코올 파우더(powder)를 넣고 4시간 동안 용해한 후, 실온(room temperature)으로 냉각하고, 폴리비닐알코올 용액에 단일층 판상 구조의 MoS_2 용액을 첨가하였다. 폴리비닐알코올과 단일층 판상 구조의 MoS_2 의 혼합 용액을 1시간 동안 교반 및 초음파 처리하였다. 이후 혼합 용액을 100 μm 두께의 폴리에틸렌테레프탈레이트 기재에 뿌리고 60 °C의 온도로 12 시간 동안 증류수를 증발시키고, 폴리비닐알코올과 단일층 판상 구조의 MoS_2 의 필름을 폴리에틸렌테레프탈레이트 기재에서 분리시켰다. 상기한 방법으로 하기 표 1의 농도를 가진 실시예 1 내지 4를 제조하였다.

표 1

[0038]

	폴리비닐알코올의 중량%	MoS_2 중량%
실시예 1 (PM-0.3)	99.7 중량%	0.3 중량%
실시예 2 (PM-0.6)	99.4 중량%	0.6 중량%
실시예 3 (PM-0.9)	99.1 중량%	0.9 중량%
실시예 4 (PM-1.2)	98.8 중량%	1.2 중량%

[0039]

<실시예 5-8>

[0040]

리튬 삽입법(lithium intercalation method)을 이용하여 벌크 WS_2 로부터 단일층 판상 구조의 WS_2 를 제작하였다. 80 °C의 증류수 10g에 폴리비닐알코올 파우더(powder)를 넣고 4시간 동안 용해한 후, 실온(room temperature)으로 냉각하고, 폴리비닐알코올 용액에 단일층 판상 구조의 WS_2 용액을 첨가하였다. 폴리비닐알코올과 단일층 판상 구조의 WS_2 의 혼합 용액을 1시간 동안 교반 및 초음파 처리하였다. 이후 혼합 용액을 100 μm 두께의 폴리에틸렌테레프탈레이트 기재에 뿌리고 60 °C의 온도로 12 시간 동안 증류수를 증발시키고, 폴리비닐알코올과 단일층 판상 구조의 WS_2 의 필름을 폴리에틸렌테레프탈레이트 기재에서 분리시켰다. 상기한 방법으로 하기 표 2의 농도를 가진 실시예 5 내지 8을 제조하였다.

표 2

	폴리비닐알코올의 중량%	WS ₂ 중량%
실시예 5 (PW-0.6)	99.4 중량%	0.6 중량%
실시예 6 (PW-1.2)	98.8 중량%	1.2 중량%
실시예 7 (PW-2.0)	98.0 중량%	2.0 중량%
실시예 8 (PW-2.5)	97.5 중량%	2.5 중량%

<비교예 1>

80 °C의 증류수 10g에 폴리비닐알코올 파우더(powder)를 넣고 4시간 동안 용해한 후, 실온(room temperature)로 냉각하였다. 이후 폴리비닐알코올 용액을 100 μm 두께의 폴리에틸렌테레프탈레이트 기재에 뿌리고 60 °C의 온도로 12 시간 동안 증류수를 증발시킨 후, 폴리비닐알코올 필름을 폴리에틸렌테레프탈레이트 기재에서 분리시켰다. 상기한 방법으로 하기 표 3의 농도를 가진 비교예 1을 제조하였다.

<비교예 2>

80 °C의 증류수 10g에 폴리비닐알코올 파우더(powder)를 넣고 4시간 동안 용해한 후, 실온(room temperature)로 냉각하고, 폴리비닐알코올 용액에 벌크(bulk) MoS₂ 용액을 첨가하였다. 폴리비닐알코올과 벌크 MoS₂의 혼합 용액을 1시간 동안 교반 및 초음파 처리하였다. 이후 혼합 용액을 100 μm 두께의 폴리에틸렌테레프탈레이트 기재에 뿌리고 60 °C의 온도로 12 시간 동안 증류수를 증발시키고, 폴리비닐알코올과 벌크 MoS₂의 필름을 폴리에틸렌테레프탈레이트 기재에서 분리시켰다. 상기한 방법으로 하기 표 3의 농도를 가진 비교예 2를 제조하였다.

<비교예 3>

80 °C의 증류수 10g에 폴리비닐알코올 파우더(powder)를 넣고 4시간 동안 용해한 후, 실온(room temperature)로 냉각하고, 폴리비닐알코올 용액에 벌크(bulk) WS₂ 용액을 첨가하였다. 폴리비닐알코올과 벌크 WS₂의 혼합 용액을 1시간 동안 교반 및 초음파 처리하였다. 이후 혼합 용액을 100 μm 두께의 폴리에틸렌테레프탈레이트 기재에 뿌리고 60 °C의 온도로 12 시간 동안 증류수를 증발시키고, 폴리비닐알코올과 벌크 WS₂의 필름을 폴리에틸렌테레프탈레이트 기재에서 분리시켰다. 상기한 방법으로 하기 표 3의 농도를 가진 비교예 3를 제조하였다.

표 3

	폴리비닐알코올의 중량%	벌크 MoS ₂ 중량%	벌크 WS ₂ 중량%
비교예 1(PVA)	100.0 중량%	0.0 중량%	0.0 중량%
비교예 2(PbM-0.9)	98.1 중량%	0.9 중량%	0.0 중량%
비교예 3(PbW-2.0)	98.0 중량%	0.0 중량%	2.0 중량%

<실험예 1>

X선 회절(X-ray diffraction)분석을 통해 실시예 1 내지 8(PM-0.3, PM-0.6, PM-0.9, PM-1.2, PW-0.6, PW-1.2, PW-2.0, PW-2.5) 및 비교예 1 내지 3(PVA, PbM-0.9, PbW-2.0)의 결정성을 분석하였다. 실험결과 도 1 및 2에 도시되어 있다. 도 1 및 2를 참고하면, 실시예 1 내지 8(PM-0.3, PM-0.6, PM-0.9, PM-1.2, PW-0.6, PW-1.2, PW-2.0, PW-2.5)에서는 2 θ = 19.6 ° 에서 피크 강도가 비교예 1(PVA)에 비해 감소하였다. 2 θ = 19.6 ° 에서의 피크는 폴리비닐알코올의 결정성 도메인에 대응되므로, 실시예 1 내지 8에서는 폴리비닐알코올의 결정성이 감소하였음을 확인할 수 있었다. 다만, 실시예 4(PM-1.2) 및 8(PW-2.5)에서는 2 θ = 19.6 ° 에서의 피크가 다시 증가하였다.

한편, 실시예 1 내지 7(PM-0.3, PM-0.6, PM-0.9, PM-1.2, PW-0.6, PW-1.2, PW-2.0)에서는 MoS₂, WS₂ 자체의 고유 결정성 피크가 관찰되지 않았다. 반면에, 실시예 8(PW-2.5)은 비교예 3(PbW-2.0)에서와 같이 2 θ = 14.4 및 2 θ = 28.9 ° 에서 WS₂ 자체의 고유 결정성 피크가 관찰되었다. 이로부터, 실시예 1 내지 7(PM-0.3, PM-0.6,

PM-0.9-, PM-1.2, PW-0.6, PW-1.2, PW-2.0)에서 MoS_2 , WS_2 가 서로 응집되지 않고 잘 분산되어 있다는 것을 확인할 수 있었다.

[0053] <실험예 2>

[0054] 시차주사 열량측정법(differential scanning calorimetry, DSC)을 이용하여 실시예 1 내지 8(PM-0.3, PM-0.6, PM-0.9, PM-1.2, PW-0.6, PW-1.2, PW-2.0, PW-2.5) 및 비교예 1 내지 3(PVA, PbM-0.9, PbW-2.0)에서 폴리비닐알코올의 유리전이온도(T_g)의 변화를 관찰하였다. 실시예 1 내지 8(PM-0.3, PM-0.6, PM-0.9, PM-1.2, PW-0.6, PW-1.2, PW-2.0, PW-2.5) 및 비교예 1 내지 3(PVA, PbM-0.9, PbW-2.0)의 DSC 썬모그램(thermogram)은 질소 분위기에서 열 이력을 소거한 후 1회의 냉각 사이클을 통해 측정되었다.

[0055] 도 3 및 도 4를 참고하면, 비교예 1(PVA)은 59.1 °C에서 유리전이온도(T_g)를 가지고, 실시예 1 내지 8(PM-0.3, PM-0.6, PM-0.9, PM-1.2, PW-0.6, PW-1.2, PW-2.0, PW-2.5)은 비교예 1(PVA)보다 높은 유리전이온도를 가진다.

[0056] 다만, 실시예 1 내지 3(PM-0.3, PM-0.6, PM-0.9)에서 점차 증가하던 유리전이온도가 실시예 4(PM-1.2)에서는 감소했다. 또한, 실시예 4 내지 7(PW-0.6, PW-1.2, PW-2.0)에서 점차 증가하던 유리전이온도가 실시예 8(PW-2.5)에서는 감소했다.

[0057] 폴리비닐알코올의 유리전이온도는 단일층의 판상 구조를 가진 MoS_2 , WS_2 가 폴리비닐알코올의 매트릭스 내에 분산되어 있는 경우에 증가한다. 따라서, 실시예 4(PM-1.2)와 실시예 8(PW-2.5)에서의 유리전이온도 감소는 단일층 판상 구조의 MoS_2 , WS_2 의 분산성이 저하된 결과이다. 즉, 실시예 4(PM-1.2)와 실시예 8(PW-2.5)에서는 단일층 판상 구조의 MoS_2 , WS_2 가 서로 응집되어 있는 결과, 유리전이온도가 감소되었다.

[0059] <실험예 3>

[0060] 동역학 측정 장치(Dynamic Mechanical Analyzer, DMA)를 이용하여 실시예 1 내지 8과 비교예 1의 기계적 물성을 비교하였다.

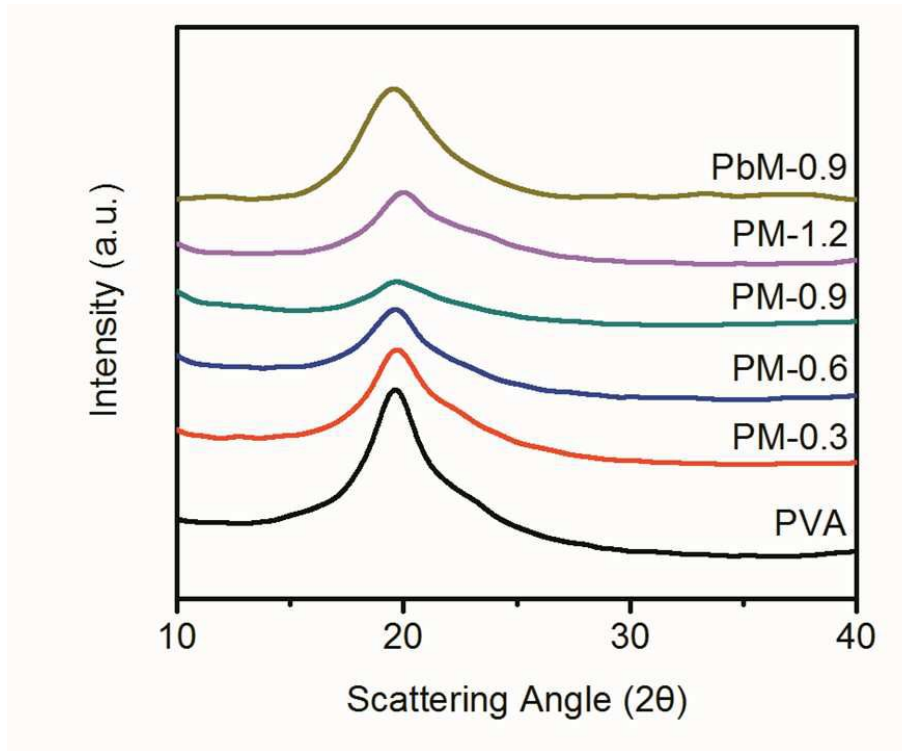
[0061] 도 5를 참고하면, 단일층 판상 구조의 MoS_2 , WS_2 가 첨가되지 않은 비교예 1의 경우, 폴리비닐알코올의 인장 탄성률은 2.0 Gpa 의 값을 가지는 반면에, 실시예 1 내지 7(PM-0.3, PM-0.6, PM-0.9, PM-1.2, PW-0.6, PW-1.2, PW-2.0)은 인장 탄성률이 2.0 Gpa 초과 값을 나타내었다. 다만, 실시예 4(PM-1.2)는 3.2 Gpa를 보인 실시예 3(PM-0.9)에 비해 낮은 인장 탄성률을 나타내었다. 한편, 또한, 실시예 8(PW-2.5)은 2.9 Gpa 를 보인 실시예 7(PW-2.0)보다 낮은 인장 탄성률을 나타낸 것과 동시에 비교예 1(PVA)의 2.0 Gpa 보다 낮은 인장 탄성률을 나타내었다.

[0062] 실선은 유효 부피(effective volume)이고, 일점 채선은 Halpin-Tsai 식에 의한 이론 값이며, 점선은 Voigt-Reuss-Hill approximation에 의한 이론 값이다.

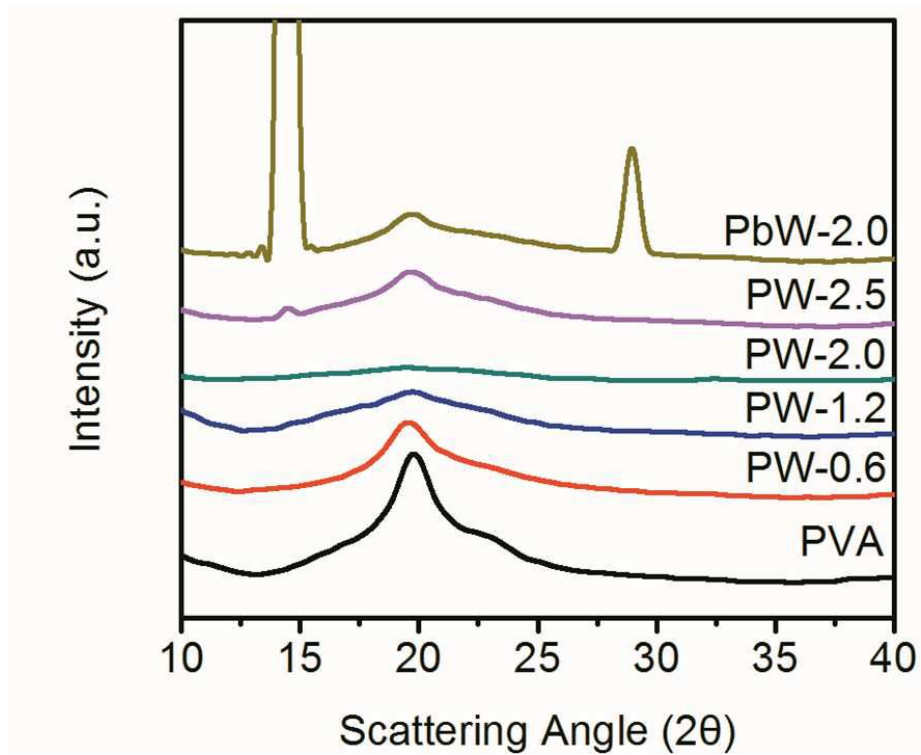
[0063] 이상 첨부된 도면을 참조하여 본 발명의 실시예를 설명하였지만, 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자는 본 발명이 그 기술적 사상이나 필수적인 특징을 변경하지 않고서 다른 구체적인 형태로 실시될 수 있다는 것을 이해할 수 있을 것이다. 그러므로 이상에서 기술한 실시예들은 모든 면에서 예시적인 것이며 한정적이 아닌 것으로 이해해야만 한다.

도면

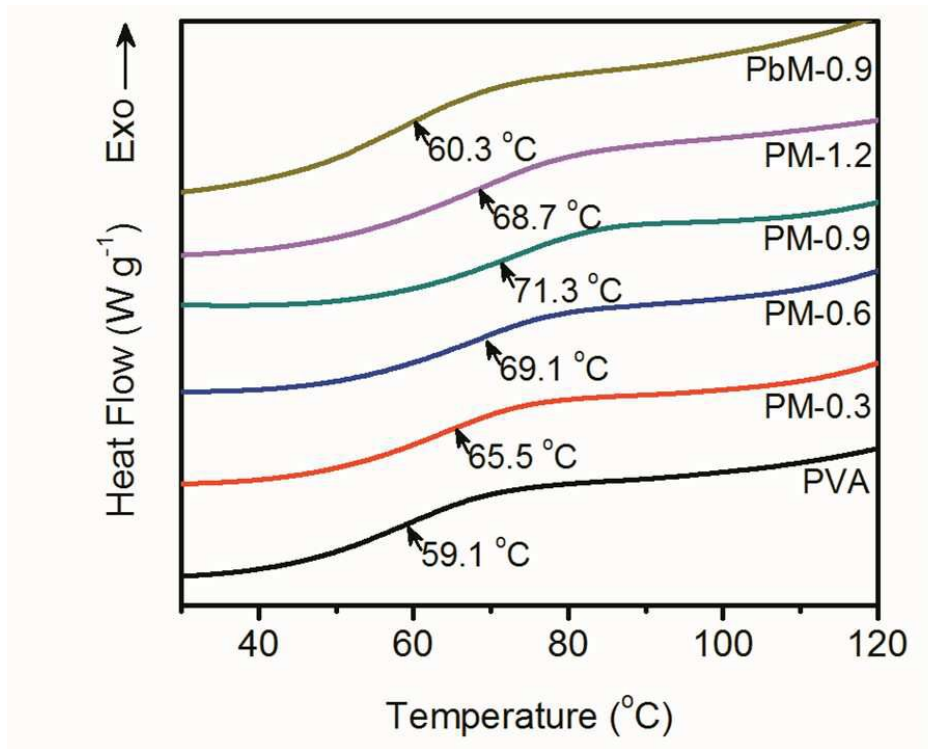
도면1



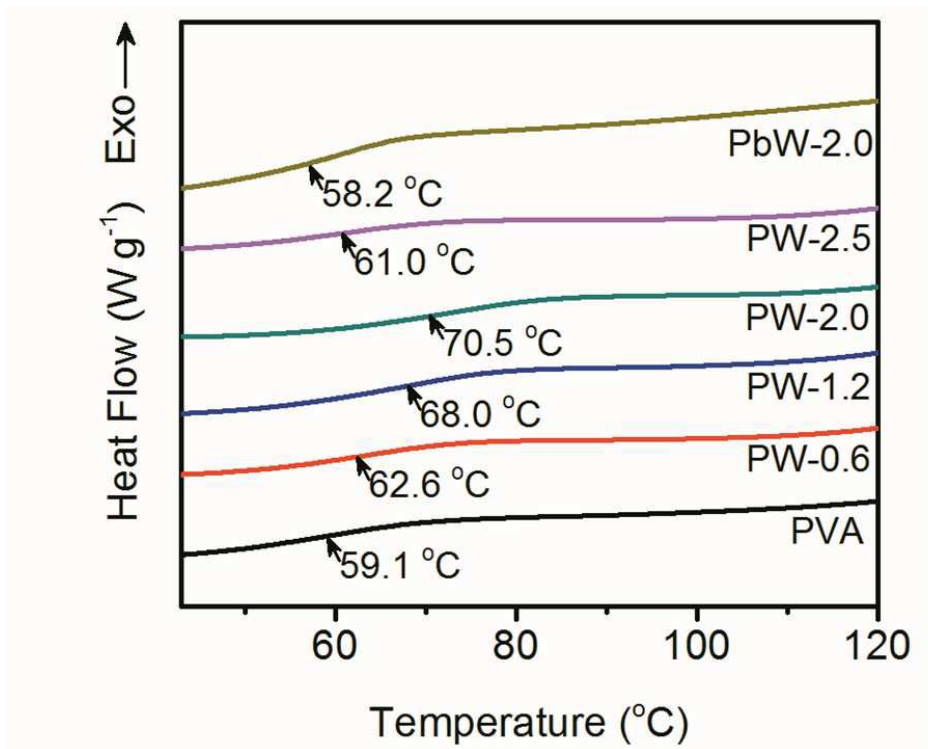
도면2



도면3



도면4



도면5

