

(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2020-0081675

(43) 공개일자 2020년07월08일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

H05K 9/00 (2018.01) C01B 32/154 (2017.01)

B82Y 40/00 (2017.01)

(52) CPC특허분류

H05K 9/0081 (2013.01)

C01B 32/154 (2017.08)

(21) 출원번호 10-2018-0171446

(22) 출원일자 2018년12월28일

심사청구일자 2018년12월28일

(71) 출원인

인하대학교 산학협력단

인천광역시 미추홀구 인하로 100(용현동, 인하대학교)

(72) 발명자

박수진

서울특별시 강남구 역삼로 307 역삼아이파크 203동 604호

성동범

경기도 용인시 기흥구 동백평촌로 43, 1207동 201호(동백동, 호수마을 동보노빌리티아파트)

임윤지

전라북도 전주시 완산구 용머리로 20 (현대아파트 103동 805호)

(74) 대리인

이은철, 이수찬

전체 청구항 수 : 총 6 항

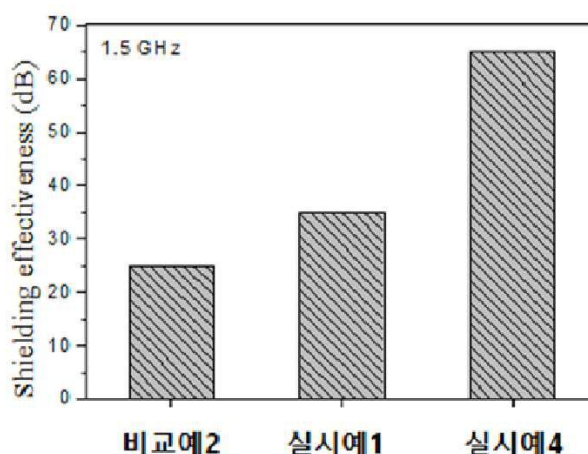
(54) 발명의 명칭 산 처리된 탄소나노튜브/피치 카본페이퍼를 이용한 전자파 차폐재 제조방법

(57) 요약

본 발명은 산 처리된 탄소나노튜브/피치 카본페이퍼를 이용한 전자파 차폐재의 제조방법에 관한 것으로서, (a) 산 처리된 탄소나노튜브를 제조하는 단계; (b) 열경화성 수지와 상기 산 처리된 탄소나노튜브를 혼합하는 단계; (c) 상기 혼합용액에 피치계 카본페이퍼 웹을 함침한 후 상기 피치계 카본페이퍼 웹을 경화하는 단계를 포함한다.

상기와 같은 본 발명에 따르면, 산 처리된 탄소나노튜브 및 피치계 카본페이퍼를 복합화하여 전자파 차폐재를 제조함으로써 기존 카본페이퍼에 비해 높은 계면접착력과 우수한 전자파 차폐효율을 나타내는 효과가 있다.

대표도 - 도2



(52) CPC특허분류

B82Y 40/00 (2013.01)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 20153030031710

부처명 산업통상자원부

연구관리전문기관 한국에너지기술평가원

연구사업명 신재생에너지핵심기술개발

발 연구과제명 폭 2m이상 대량생산 가능한 Wet-laid 공정을 이용한연료전지 GDL용 Pitch계 카본페이퍼 개

기 여 율 1/1

주관기관 국일제지

연구기간 2015.12.01 ~ 2018.09.30

명세서

청구범위

청구항 1

- (a) 산 처리된 탄소나노튜브를 제조하는 단계;
- (b) 열경화성 수지와 상기 산 처리된 탄소나노튜브를 혼합하는 단계;
- (c) 상기 (b) 단계를 거친 혼합용액에 피치계 카본페이퍼 웹을 함침한 후 상기 피치계 카본페이퍼웹을 경화하는 단계를 포함하는 산 처리된 탄소나노튜브/피치 카본페이퍼를 이용한 전자파 차폐재의 제조방법.

청구항 2

제 1항에 있어서,

상기 (a) 단계의 경우 탄소나노튜브를 30 내지 120 분 동안 산 처리하는 것을 특징으로 하는 것을 특징으로 하는 산 처리된 탄소나노튜브/피치 카본페이퍼를 이용한 전자파 차폐재의 제조방법.

청구항 3

제 1항에 있어서,

상기 (b) 단계의 경우 용매 중량 대비 산 처리 탄소나노튜브 0.25 내지 3 wt%와 열경화성 수지 10 내지 100 wt%를 혼합하는 것을 특징으로 하는 산 처리된 탄소나노튜브/피치 카본페이퍼를 이용한 전자파 차폐재의 제조방법.

청구항 4

제 1항에 있어서,

상기 (c) 단계의 경우 상기 혼합용액에 함침된 피치계 카본페이퍼 웹을 130 내지 190 °C 온도에서 경화하는 것을 특징으로 하는 산 처리된 탄소나노튜브/피치 카본페이퍼를 이용한 전자파 차폐재의 제조방법.

청구항 5

제 1항에 있어서,

상기 (c)단계의 경우 상기 혼합용액에 함침된 피치계 카본페이퍼웹을 1 내지 7 MPa 압력에서 경화하는 것을 특징으로 하는 산 처리된 전자파 탄소나노튜브/피치 카본페이퍼를 이용한 전자파 차폐재의 제조방법.

청구항 6

제1항의 상기 산 처리된 탄소나노튜브 및 상기 경화된 피치계 카본페이퍼 웹을 포함하는 전자파 차폐재.

발명의 설명

기술 분야

본 발명은 산 처리된 탄소나노튜브 및 카본페이퍼를 복합화한 전자파 차폐재에 관한 것으로서, 더욱 상세하게는 산 처리된 탄소나노튜브와 피치계 카본 페이퍼를 복합화함으로써 기존의 카본페이퍼보다 우수한 전자파 차폐효

[0001]

을 갖는 전자파 차폐재 및 이의 제조방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0003] 최근 정보화 사회에서의 전자기기, 항공, 스마트 통신기기 등의 급격한 사용 증가와 디지털 기술과 반도체 기술의 발달로 인해 일상생활에 항상 전자파에 노출되어 있다. 전자파 장애로 인한 위험성과 인체에 미치는 유해성은 더 이상 외면 할 수 없는 문제로 인식되고 있다. 전자파는 인체에 악영향을 미치게 되는데 두통, 소화불량, 신경통, 눈의 피로 등의 현상 등 다양한 질병을 유발시킨다. 또한, 전자파는 전기 및 전자장비의 오작동, 통신장애, 잡음 등의 현상을 일으켜 예기치 못한 사고를 유발시킬 수 있다. 따라서 이러한 전자파장애 문제를 해결하기 위해 전자파 차폐에 관한 많은 연구가 진행되고 있다.

[0004] 일반적으로 전자파 차폐 소재로는 금속 코팅, 금속도금 폴리머가 주목받아 왔으나, 복합재 비용 및 차폐 효율이 낮아 사용이 제한된다. 한편, 전도성 충전재 중 탄소나노튜브는 중형비가 높고 표면적이 크기 때문에 차폐효율을 높일 수 있는 우수한 소재 중 하나로 알려져 있다. 또한, 다양한 표면처리 방법중의 하나인 산 처리방법은 탄소나노튜브에 관능기를 도입함으로써 카본페이퍼와의 접착성을 증가시켜 높은 기계적 강도와 우수한 차폐 효율을 부여할 수 있는 장점을 가지기 때문에 많은 연구가 진행되고 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0006] 본 발명은 산 처리된 탄소나노튜브를 피치계 카본페이퍼와 복합화함으로써 기존의 카본페이퍼보다 우수한 전자파 차폐효율을 갖는 전자파 차폐재를 제공하는 것을 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

[0008] 상기 목적을 달성을 위하여 본 발명은 (a) 산 처리된 탄소나노튜브를 제조하는 단계; (b) 열경화성 수지와 상기 산 처리된 탄소나노튜브를 혼합하는 단계; (c) 상기 (b)단계를 거친 혼합용액에 피치계 카본페이퍼 웹을 함침한 후 상기 피치계 카본페이퍼웹을 경화하는 단계를 포함하는 산 처리된 탄소나노튜브/피치 카본페이퍼를 이용한 전자파 차폐재의 제조방법을 제공한다.

[0009] 바람직하게는, 상기 (a) 단계의 경우 탄소나노튜브를 30 내지 120 분 동안 산 처리할 수 있다.

[0010] 바람직하게는, 상기 (b) 단계의 경우 용매 중량 대비 산 처리된 탄소나노튜브 0.25 내지 3 wt%와 열경화성 수지 10 내지 100 wt%를 혼합할 수 있다.

[0011] 바람직하게는, 상기 (c) 단계의 경우 상기 혼합용액에 함침된 피치계 카본페이퍼 웹을 130 내지 190 °C 온도에서 경화할 수 있다.

[0012] 바람직하게는, 상기 (c)단계의 경우 상기 혼합용액에 함침된 피치계 카본페이퍼웹을 1 내지 7 MPa 압력에서 경화할 수 있다.

[0013] 또한 상기 목적을 달성을 위하여 본 발명은 상기 산 처리된 탄소나노튜브 및 상기 피치계 카본페이퍼를 포함하는 전자파 차폐재를 제공한다.

발명의 효과

[0015] 상기와 같은 본 발명에 따르면, 산 처리된 탄소나노튜브 및 피치계 카본페이퍼를 복합화하여 전자파 차폐재를 제조함으로써 기존 카본페이퍼에 비해 높은 계면접착력과 우수한 전자파 차폐효율을 나타내는 효과가 있다.

도면의 간단한 설명

[0017] 도 1은 본 발명의 실시예에 따른 산 처리된 탄소나노튜브/피치 카본페이퍼를 이용한 전자파 차폐재의 SEM 분석 결과이다.

도 2는 본 발명의 실시예 및 비교예에 따른 산 처리된 탄소나노튜브/피치 카본페이퍼를 이용한 전자파 차폐재의 전자파 차폐율을 나타내는 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0018] 이하, 본 발명을 상세히 설명한다.

[0019] 본 발명의 일 형태에 따른 산 처리된 탄소나노튜브/피치 카본페이퍼를 이용한 전자파 차폐재의 제조방법은 (a) 산 처리된 탄소나노튜브를 제조하는 단계; (b) 열경화성 수지와 상기 산 처리된 탄소나노튜브를 혼합하는 단계; (c) 상기 (b)단계를 거친 혼합용액에 피치계 카본페이퍼 웹을 함침한 후 상기 카본페이퍼웹을 경화하는 단계를 포함한다.

[0020] 상기 (a)단계에서는 탄소나노튜브를 30 분 내지 120분 동안 동안 산 처리할 수 있고 이 경우 90% 황산용액과 70% 질산용액이 3:1로 혼합된 용액을 사용할 수 있다. 상기와 같이 혼합된 산용액을 사용하여 산처리를 하는 경우 상기 탄소나노튜브에 산소관능기가 증가하므로 이후 열경화성수지와 혼합되는 경우 분산도가 증가하여 더욱 균일하게 혼합될 수 있다.

[0021] 상기 (b) 단계에서는 상기 산 처리된 탄소나노튜브를 용매에 첨가하여 혼합한 후 상기 산 처리된 탄소나노튜브 혼합 용액을 열경화성 수지와 혼합할 수 있다. 보다 상세하게는 상기 용매인 증류수 내지 아세톤 중량 대비 산 처리된 탄소나노튜브 0.25 내지 3 wt%를 첨가한 상기 산 처리된 탄소나노튜브 혼합용액과 상기 용매인 증류수 내지 아세톤 중량 대비 열경화성 수지 10 내지 100 wt%를 혼합한 후 5 내지 20분 동안 초음파 처리한다. 상기 산 처리된 탄소나노튜브가 0.25wt% 미만으로 너무 적게 들어가는 경우 카본페이퍼 내에 국부적으로 함침될 수 있고, 3wt%를 초과하여 너무 많이 사용하는 경우에는 서로 응집하여 균일하게 혼합되지 못할 수 있다. 상기 열경화성 수지로 바람직하게는 페놀수지가 사용될 수 있다.

[0022] 상기 (c) 단계에서는 상기 (b)단계를 거친 혼합용액에 함침된 피치계 카본페이퍼 웹을 130 내지 190 °C 온도, 1 내지 7 MPa 압력에서 경화할 수 있다. 보다 상세하게는, 상기 (b)단계를 거쳐 제조된 혼합용액을 상기 카본페이퍼 웹에 초지하고 24 시간이상 열풍 건조한 후, 함침된 카본페이퍼 웹을 130 °C 내지 190 °C로 1 내지 7 MPa 압력으로 고온 압착하여 경화한다. 열풍 건조시간이 24시간 미만일 경우 용매인 증류수 내지 아세톤이 증발하지 않아 경화과정에서 물성저하를 초래하여 낮은 기계적 강도 및 전자파 차폐 효율을 나타낼 수 있다.

[0023] 상기 피치계 카본페이퍼 웹은, 증류수 100 중량부에 대하여 분산제 sodium dodecyl sulfate (SDS)가 1 내지 30 wt%로 혼합된 수용액을 제조하고, 상기 수용액에 피치계 탄소섬유를 넣고 분산시킨 후 분산된 탄소섬유를 80 °C 내지 180 °C의 온도에서 0 내지 9MPa 압력으로 고온 압착함으로써 제조될 수 있다.

[0025] 이하, 실시 예 및 비교 예, 측정 예를 통하여 본 발명을 더욱 상세히 설명하고자 한다. 이들 실시 예들은 오로지 본 발명을 예시하기 위한 것으로서, 본 발명의 범위가 이들 실시 예에 의해 제한되는 것으로 해석되지는 않는 것은 당 업계에서 통상의 지식을 가진 자에게 있어서 자명할 것이다.

측정 예 1. 주사전자현미경(SEM)

[0028] FE-Scannig Electron Microscopy (S-4300SE, Hitach Co.)을 통해 본 발명에서 제조한 피치계 탄소섬유의 형태를 관찰하였다.(도 1참조)

측정 예 2. 전자파 차폐 특성 측정

[0031] ASTM D4935-59에 준하여 전자파차폐 측정기 (AGILENT, USA)를 통해 본 발명에서 제조한 산 처리된 탄소나노튜브/피치 카본페이퍼를 이용한 전자파 차폐재의 차폐율을 측정하였다.(도 2참조).

- [0033] 실시 예 1.
- [0034] 90% 황산용액과 70% 질산용액을 3:1로 하여 혼합된 용액을 제조하고, 상기 용액에 탄소나노튜브를 넣어 30 분 동안 균일하게 분산 시킨다.
- [0035] 한편 증류수 100 중량부에 대하여 분산제 sodium dodecyl sulfate (SDS) 1 wt%를 혼합하여 수용액을 제조하고, 상기 수용액에 피치계 탄소섬유를 넣고 균일하게 분산시킨다. 분산된 탄소섬유를 $5 \times 5 \text{ cm}^2$ 크기 각형 틀에 초지하고 핫프레스를 이용하여 80 °C의 온도에서 0 MPa 압력으로 고온 압착하여 피치계 카본페이퍼 웹을 제조한다. 그리고 상기 산 처리된 탄소나노튜브 0.25 내지 3 wt%(이하 증류수 내지 아세톤 중량 대비)를 증류수 내지 아세톤에 첨가하여 혼합한 후 상기 산 처리된 탄소나노튜브 혼합 용액을 열경화성 수지인 페놀 10 내지 100 wt% (증류수 내지 아세톤 중량 대비)와 혼합한 후 5 내지 20분 동안 초음파 처리한다. 이 후 상기 초음파 처리한 혼합용액에 카본페이퍼 웹을 초지하고 24 시간 열풍 건조한다. 그 후, 초지하여 함침된 카본페이퍼 웹을 핫프레스를 이용하여 130°C로 1 MPa 압력으로 고온 압착하여 경화해 산 처리된 탄소나노튜브/피치 카본페이퍼를 이용한 전자파 차폐재를 제조한다.
- [0037] 실시 예 2.
- [0038] 상기 실시 예 1과 동일하게 과정을 실시하되, 분산제 sodium dodecyl sulfate (SDS)를 3 wt% 첨가하고, 1 MPa 압력으로 고온 압착하여 피치계 카본페이퍼 웹을 제조한다. 산 처리된 탄소나노튜브 양은 0.5 wt%로 하고, 1 MPa의 압력에서 경화하여 산 처리된 탄소나노튜브/피치 카본페이퍼를 이용한 전자파 차폐재를 제조한다.
- [0040] 실시 예 3.
- [0041] 상기 실시 예 2와 동일하게 과정을 실시하되, 산 처리 시간을 60 분으로 하고, 분산제 sodium dodecyl sulfate (SDS)를 5 wt%를 첨가하여 120 °C의 온도에서 고온 압착하여 피치계 카본페이퍼 웹을 제조한다. 페놀수지 함량을 20 wt% 사용하고, 산처리 탄소나노튜브 양은 0.75 wt%로 하고, 10 분간 초음파 처리하여 혼합용액을 제조한 후, 3 MPa의 압력에서 경화하여 산 처리된 탄소나노튜브/피치 카본페이퍼를 이용한 전자파 차폐재를 제조한다.
- [0043] 실시 예 4.
- [0044] 상기 실시 예 3과 동일하게 과정을 실시하되, 분산제 sodium dodecyl sulfate (SDS)를 10 wt%를 첨가하여 3 MPa 압력으로 고온 압착하여 피치계 카본페이퍼 웹을 제조한다. 산 처리된 탄소나노튜브 양은 1 wt%로 하고, 150 °C로 고온 압착하여 경화하여 산 처리된 탄소나노튜브/피치 카본페이퍼를 이용한 전자파 차폐재를 제조한다.
- [0046] 실시예 5.
- [0047] 상기 실시 예 4과 동일하게 과정을 실시하되, 산 처리 시간을 90 분으로 하고, 150 °C의 온도에서 고온 압착하여 피치계 카본페이퍼 웹을 제조한다. 수지 함량을 50 wt% 사용하고, 산 처리된 탄소나노튜브 양은 1.5 wt%로 하고, 15 분간 초음파 처리하여 혼합용액을 제조한 후, 170 °C로 고온 압착하여 경화하여 산 처리된 탄소나노튜브/피치 카본페이퍼를 이용한 전자파 차폐재를 제조한다.
- [0049] 실시예 6.
- [0050] 상기 실시 예 5와 동일하게 과정을 실시하되, 분산제 sodium dodecyl sulfate (SDS)를 20 wt%를 첨가하여 5 MPa 압력으로 고온 압착하여 피치계 카본페이퍼 웹을 제조한다. 산 처리된 탄소나노튜브 양은 2 wt%로 하고, 5 MPa의 압력에서 경화하여 산 처리된 탄소나노튜브/피치 카본페이퍼를 이용한 전자파 차폐재를 제조한다.

- [0052] **실시예 7.**
- [0053] 상기 실시 예 6과 동일하게 과정을 실시하되, 산 처리 시간을 120 분으로 하고, 180 °C의 온도에서 7 MPa 압력으로 고온 압착하여 피치계 카본페이퍼 웹을 제조한다. 수지 함량을 100 wt% 사용하고, 산 처리된 탄소나노튜브 양은 2.5 wt%로 하고, 20 분간 초음파 처리하여 혼합용액을 제조한 후, 190 °C로 고온 압착하여 경화하여 산 처리된 탄소나노튜브/피치 카본페이퍼를 이용한 전자파 차폐재를 제조한다.
- [0055] **실시예 8.**
- [0056] 상기 실시 예 7과 동일하게 과정을 실시하되, 분산제 sodium dodecyl sulfate (SDS)를 30 wt%를 첨가하여 9 MPa 압력으로 고온 압착하여 피치계 카본페이퍼 웹을 제조한다. 산 처리된 탄소나노튜브 양은 3 wt%로 하고, 7 MPa의 압력에서 경화하여 산 처리된 탄소나노튜브/피치 카본페이퍼를 이용한 전자파 차폐재를 제조한다.
- [0058] **비교예 1.**
- [0059] 실시 예에 사용되는 피치계 탄소섬유.
- [0061] **비교예 2.**
- [0062] 상기 실시 예 4와 동일하게 과정을 실시하되, 페놀수지 첨가 없이 탄소나노튜브/피치 카본페이퍼를 이용한 전자파 차폐재를 제조한다.
- [0064] 상기 실시 예 및 비교 예들에 따른 전자파 차폐재의 제조조건 및 각 경우의 전자파 차폐재의 차폐효율에 대해 이하의 표 1 및 표 2에 나타내었다.

표 1

	산처리 시간 (분)	탄소나 노튜브 함량 (%)	수지 함량 (wt.%)	초음파 시간 (분)	분산제 함량 (wt.%)	카본페 이퍼 웹 온도 (℃)	카본페 이퍼 웹 압력 (MPa)	경화 압력 (MPa)	경화 온도 (℃)
실시예 1	30	0.25	10	5	1	80	0	1	130
실시예 2	30	0.5	10	5	3	80	1	2	130
실시예 3	60	0.75	20	10	5	120	1	2	150
실시예 4	60	1	20	10	10	120	5	3	150
실시예 5	90	1.5	50	15	10	150	5	3	170
실시예 6	90	2	50	15	20	150	7	5	170
실시예 7	120	2.5	100	20	20	180	7	5	190
실시예 8	120	3	100	20	30	180	9	7	190
비교예 1	-	-	-	-	-	-	-	-	-
비교예 2	60	1	-	-	10	120	5	3	150

[0066]

표 2

	차폐효율 (dB)
실시예 1	35
실시예 2	48
실시예 3	56
실시예 4	66
실시예 5	54
실시예 6	45
실시예 7	34
실시예 8	30
비교예 1	30
비교예 2	25

[0067]

[0068]

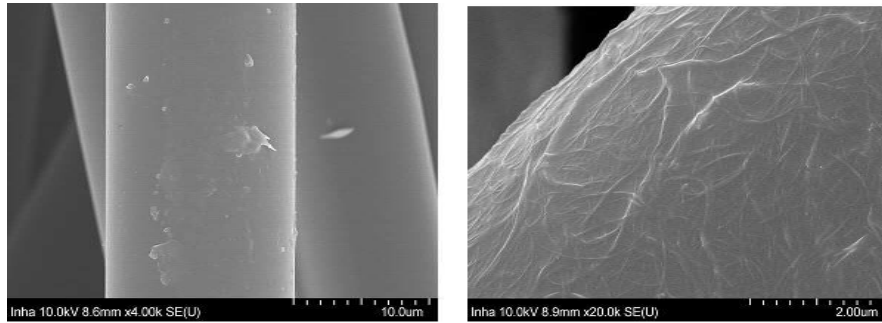
상기 표 1 및 2를 보면 실시예 8의 전자파 차폐재와 비교예 1인 피치계 탄소섬유의 전자파 차폐효율이 30dB로 동일하게 측정되었음을 알 수 있는데 이는 실시예 8 과 같이 상대적으로 많은 양인 탄소 나노튜브 3중량%를 사용하여 전자파차폐재를 제조하는 경우 탄소 나노튜브의 응집으로 인해 본 발명 인 전자파차폐재가 균일하게 제조되기 어려우므로 비슷한 차폐 효율이 나온 것으로 보인다.

[0069]

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

도면

도면1



도면2

