



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2020-0056947
(43) 공개일자 2020년05월25일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
H05B 3/14 (2006.01) C08G 59/42 (2006.01)
C08G 59/68 (2006.01) C08K 3/04 (2006.01)
C08L 63/00 (2006.01) H05B 3/20 (2006.01)
(52) CPC특허분류
H05B 3/146 (2013.01)
C08G 59/4207 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2019-0146282
(22) 출원일자 2019년11월15일
심사청구일자 2019년11월15일
(30) 우선권주장
1020180141152 2018년11월15일 대한민국(KR)

(71) 출원인
고려대학교 산학협력단
서울특별시 성북구 안암로 145, 고려대학교 (안암
동5가)
(72) 발명자
윤호규
서울특별시 서초구 동광로39길 71, 402호
염용식
경기도 수원시 장안구 장안로18번길 29, 201호
장철훈
경기도 안양시 만안구 병목안로130번길 83, 1003
동 1003호
(74) 대리인
백두진, 김정연, 유광철, 강일신

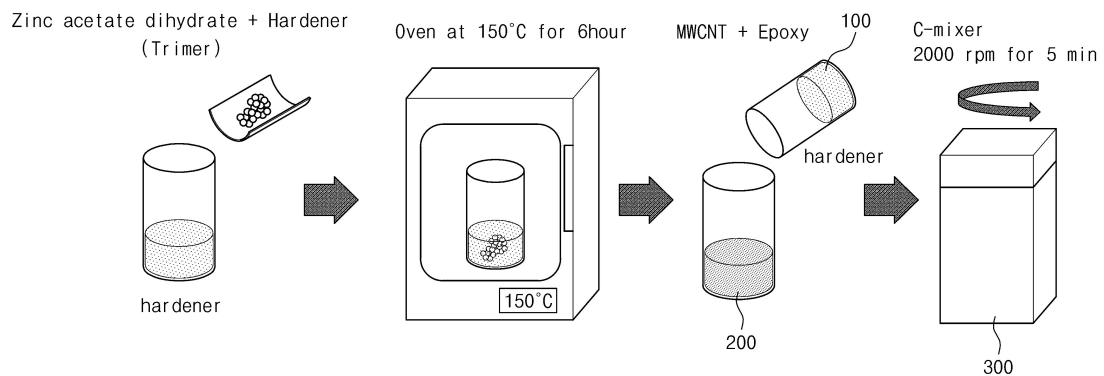
전체 청구항 수 : 총 12 항

(54) 발명의 명칭 비트리머를 이용한 면상 발열체 및 그 제조방법

(57) 요약

본 발명의 일 실시예에 따른 비트리머를 이용한 면상 발열체는 에스테르교환반응에 의해 재형성된 가교네트워크를 가진 비트리머를 포함하고, 비트리머를 이용한 면상 발열체 제조방법은 에스테르 교환반응에 의해 재형성된 가교네트워크를 가지는 비트리머를 제조하는 1단계; 카본 필러, 유기 용매 및 제 2 에폭시 수지를 혼합하여 나노 카본 페이스트를 제조하는 2단계; 및 상기 비트리머와 상기 나노 카본 페이스트를 혼합하여 제조된 카본 발열 페이스트를 기판 상에 코팅하는 3단계를 포함할 수 있다.

대표도



(52) CPC특허분류

C08G 59/681 (2013.01)

C08K 3/041 (2017.05)

C08L 63/00 (2013.01)

H05B 3/20 (2013.01)

C08K 2201/011 (2013.01)

H05B 2203/017 (2013.01)

H05B 2214/04 (2013.01)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 17-CM-MA-13

부처명 방위사업청

연구관리전문기관 방위사업청(민군협력진흥원)

연구사업명 민군기술협력사업

연구과제명 저온 배터리성능 유지용 저전압 고출력 유연 면상 발열 소재 개발

기 여 율 1/1

주관기관 전자부품연구원

연구기간 2019.07.01 ~ 2019.12.31

명세서

청구범위

청구항 1

에스테르 교환반응에 의해 재형성된 가교네트워크를 가진 비트리머를 포함하는 면상 발열체.

청구항 2

청구항 1 항에 있어서,

상기 비트리머는,

수산기(-OH)를 포함하는 제 1 에폭시 수지 및 카르복시기(-COOH)를 포함하는 경화제가 혼합되고, 촉매로 Zinc Acetate Dihydrate가 첨가되어 에스테르 교환반응을 통해 형성되는 면상 발열체.

청구항 3

청구항 2 항에 있어서,

상기 경화제는,

지방산, 이합체 및 이들의 혼합물인 면상 발열체.

청구항 4

청구항 3 항에 있어서,

상기 비트리머는,

카본 필러, 유기 용매 및 제 2 에폭시 수지를 혼합하여 형성된 나노 카본 페이스트와 혼합되어 카본 발열 페이스트를 형성하는 면상 발열체.

청구항 5

청구항 4 항에 있어서,

상기 비트리머는,

제 1 에폭시 수지의 수산기(-OH) 당량과 경화제의 카르복시기(-COOH) 단량과의 반응 비율인 당량비가 1:0.5 내지 1.5이고,

상기 Zinc Acetate Dihydrate는,

제 1 에폭시 수지 100 중량부에 대하여 1 내지 3 중량부가 첨가되는 면상 발열체.

청구항 6

청구항 5 항에 있어서,

상기 카본 필러는,

길이는 1 내지 1.5 μm 이고, 직경은 8 내지 12nm를 가지는 다중벽 탄소나노튜브인 면상 발열체.

청구항 7

청구항 6 항에 있어서,

상기 다중벽 탄소나노튜브는,

비트리머 100 중량부에 대하여 0.5 내지 5 중량부를 포함하는 면상 발열체.

청구항 8

에스테르 교환반응에 의해 재형성된 가교네트워크를 가진 비트리머를 제조하는 1단계;

카본 필러, 유기 용매 및 제 2 에폭시 수지를 혼합하여 나노 카본 페이스트를 제조하는 2단계; 및

상기 비트리머와 상기 나노 카본 페이스트를 혼합하여 제조된 카본 발열 페이스트를 기판 상에 코팅하는 3단계를 포함하는 면상 발열체 제조방법.

청구항 9

청구항 8 항에 있어서,

상기 3단계 이후에,

상기 기판 상에 코팅된 카본 발열 페이스트의 양단에 전극을 형성하는 단계를 더 포함하는 면상 발열체 제조방법.

청구항 10

제 9 항에 있어서,

상기 1단계는,

수산기(-OH)를 포함하는 제 1 에폭시 수지 및 카르복시기(-COOH)를 포함하는 지방산, 이합체 및 이들의 혼합물 중에서 선택되는 경화제가 혼합되고, 촉매로 Zinc Acetate Dihydrate가 첨가되어 비트리머 혼합물을 제조하는 단계; 및

상기 비트리머 혼합물을 오븐에 넣고 100 내지 200도에서 5 내지 7시간 동안 에스테르 교환반응을 통해 비트리머를 형성하는 단계를 포함하는 면상 발열체 제조방법.

청구항 11

제 10 항에 있어서,

상기 2단계는,

바이알 용기에 클로로포름인 유기 용매와 다중벽 탄소나노튜브인 카본 필러를 혼합하여 형성된 나노 카본 혼합물을 10 내지 30분간 초음파 처리하는 제 1 초음파 처리단계;

제 1 초음파 처리된 나노 카본 혼합물에 제 2 에폭시 수지를 첨가하여 10 내지 30분간 초음파 처리하는 제 2 초음파 처리단계; 및

제 2 초음파 처리된 나노 카본 혼합물에서 유기 용매를 증발시켜 나노 카본 페이스트를 형성하는 단계를 포함하는 면상 발열체 제조방법.

청구항 12

제 11 항에 있어서,

상기 3단계는,

상기 비트리머와 상기 나노 카본 페이스트를 교반기를 통해 1000 내지 3000rpm에서 1 내지 10분간 혼합하여 카본 발열 페이스트를 제조하는 단계; 및

상기 카본 발열 페이스트를 기판 상에 기 설정된 두께로 코팅하고 100 내지 300도에서 1 내지 2시간동안 경화시키는 단계를 포함하는 면상 발열체 제조방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 비트리머를 이용한 면상 발열체 및 그 제조방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 일반적으로 면상 발열체(Planar Heater)는 히팅 매트나 패드 등의 침구류, 주택의 바닥 난방, 산업용 난방 도장 건조 등의 각종 산업장의 가열장치, 비닐 하우스, 축사, 농업용 설비, 냉동 진열장 의 유리 표면, 자동차용 사이드미러, 욕실 거울, 가전제품 및 창호 시스템을 포함하는 다양한 산업에 이용되고 있다.

[0003] 이러한, 면상 발열체는 통상적으로 투명 부도체 기판에 전도성 발열 물질을 코팅하고, 상기 전도성 발열 물질의 양단에 전극을 설치하는 구조로 구성된다. 이 때, 양 전극에 직류 또는 교류 전압을 걸어주면 상기 전도성 발열 물질에 전류가 흐르게 되면서 발열하게 된다.

[0004] 여기에서 사용되는 전도성 발열 물질은 다양하게 존재하고 있으며 통상적으로 철, 니켈, 크롬, 백금 등의 금속 박판을 에칭한 금속 발열체와 탄화규소, 지르코니아, 탄소 등의 비금속 발열체 등이 주류를 이루고 있었다. 그러나 이들은 열과 내구성이 약하고 제작이 어려운 문제점이 지적되어 왔다. 이에 따라, 최근에는 열과 내구성이 강하고, 열전도도가 좋으며, 열팽창계수가 낮고 가벼운 특징이 있는 탄소계 발열체들이 많이 이용되고 있다. 탄소계 면상발열체는 내구성이 강하고 열전도도가 좋으며 낮은 열팽창계수를 가질 뿐만 아니라 가벼운 특징이 있어 많이 연구되고 있다.

[0005] 탄소계 면상 발열체는 카본블랙이나 탄소나노튜브와 같은 탄소계 발열물질 분말을 분산시킨 페이스트를 적당한 형태로 가공함으로써 면상 발열체를 형성하게 된다.

[0006] 그런데, 상기와 같은 탄소계 면상 발열체는 다음과 같은 문제가 있다.

[0007] 면상 발열체가 우수한 발열 특성을 나타내기 위해서는 발열체 내에 탄소계 발열물질 분말들이 균일하게 분산되어야 한다.

[0008] 하지만, 탄소계 발열 물질의 경우에는 입자간의 균일한 접촉이 어려우므로 분산이 용이하지 않다는 문제점이 있다.

[0009] 또한, 전기 전도성을 높이기 위해서는 많은 양의 나노 카본을 분산시켜야 하는 데, 많은 양의 나노 카본을 균일하게 분산시키는 것은 용이하지 않다.

[0010] 아울러, 많은 양의 나노 카본 페이스트를 제조한다고 할지라도 이를 소재로 한 면상 발열체는 유연성이 부족하여 접거나 구부리는 경우 부서지거나 크랙 현상이 발생되어 전기 전도성에 치명적인 문제가 발생할 수 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0011] 본 발명의 실시예들은 상기와 같은 문제를 해결하기 위해 제안된 것으로서, 전도성이 우수함과 동시에 온도 조

질이 용이하고, 온도 상승 속도가 높은 비트리머를 이용한 면상 발열체 및 그 제조방법을 제공하고자 한다.

[0012] 또한, 우수한 유연성을 확보하여 접거나 구부리는 경우 부서지거나 크랙현상이 발생하는 것을 방지할 수 있는 비트리머를 이용한 면상 발열체 및 그 제조방법을 제공하고자 한다.

과제의 해결 수단

[0013] 본 발명의 일 실시예에 따른 비트리머를 이용한 면상 발열체는 에스테르 교환반응에 의해 재형성된 가교네트워를 가진 비트리머를 포함할 수 있다.

[0014] 또한, 상기 비트리머는 수산기(-OH)를 포함하는 제 1 에폭시 수지 및 카르복시기(-COOH)를 포함하는 경화제가 혼합되고, 촉매로 Zinc Acetate Dihydrate가 첨가되어 에스테르 교환반응을 통해 형성된다.

[0015] 또한, 상기 경화제는 지방산, 이합체 및 이들의 혼합물일 수 있다.

[0016] 또한, 상기 비트리머는 카본 필러, 유기 용매 및 제 2 에폭시 수지를 혼합하여 형성된 나노 카본 페이스트와 혼합되어 카본 발열 페이스트를 형성한다.

[0017] 또한, 상기 비트리머는 제 1 에폭시 수지의 수산기(-OH) 당량과 경화제의 카르복시기(-COOH) 단량과의 반응 비율인 당량비가 1:0.5 내지 1.5이고, 상기 Zinc Acetate Dihydrate는 제 1 에폭시 수지 100 중량부에 대하여 1 내지 3 중량부가 첨가될 수 있다.

[0018] 또한, 상기 카본 필러는 길이는 1 내지 1.5 μ m이고, 직경은 8 내지 12nm를 가지는 다중벽 탄소나노튜브이다.

[0019] 또한, 상기 다중벽 탄소나노튜브는 비트리머 100 중량부에 대하여 0.5 내지 5 중량부를 포함할 수 있다.

[0020] 본 발명의 일 실시예에 따른 비트리머를 이용한 면상 발열체 제조방법은 에스테르 교환반응에 의해 재형성된 가교네트워를 가진 비트리머를 제조하는 1단계; 카본 필러, 유기 용매 및 제 2 에폭시 수지를 혼합하여 나노 카본 페이스트를 제조하는 2단계; 및 상기 비트리머와 상기 나노 카본 페이스트를 혼합하여 제조된 카본 발열 페이스트를 기판 상에 코팅하는 3단계를 포함한다.

[0021] 또한, 상기 3단계 이후에, 상기 기판 상에 코팅된 카본 발열 페이스트의 양단에 전극을 형성하는 단계를 더 포함할 수 있다.

[0022] 또한, 상기 1단계는 수산기(-OH)를 포함하는 제 1 에폭시 수지 및 카르복시기(-COOH)를 포함하는 지방산, 이합체 및 이들의 혼합물 중에서 선택되는 경화제가 혼합되고, 촉매로 Zinc Acetate Dihydrate가 첨가되어 비트리머 혼합물을 제조하는 단계; 및 상기 비트리머 혼합물을 오븐에 넣고 100 내지 200도에서 5 내지 7시간 동안 에스테르 교환반응을 통해 비트리머를 형성하는 단계를 포함한다.

[0023] 또한, 상기 2단계는 바이알 용기에 클로로포름인 유기 용매와 다중벽 탄소나노튜브인 카본 필러를 혼합하여 형성된 나노 카본 혼합물을 10 내지 30분간 초음파 처리하는 제 1 초음파 처리단계; 제 1 초음파 처리된 나노 카본 혼합물에 제 2 에폭시 수지를 첨가하여 10 내지 30분간 초음파 처리하는 제 2 초음파 처리단계; 및 제 2 초음파 처리된 나노 카본 혼합물에서 유기 용매를 증발시켜 나노 카본 페이스트를 형성하는 단계를 포함할 수 있다.

[0024] 또한, 제 11 항에 있어서,

[0025] 상기 3단계는 상기 비트리머와 상기 나노 카본 페이스트를 교반기를 통해 1000 내지 3000rpm에서 1 내지 10분간 혼합하여 카본 발열 페이스트를 제조하는 단계; 및 상기 카본 발열 페이스트를 기판 상에 기 설정된 두께로 코팅하고 100 내지 300도에서 1 내지 2시간동안 경화시키는 단계를 포함한다.

발명의 효과

[0026] 본 발명의 실시예들에 따른 비트리머를 이용한 면상 발열체 및 그 제조방법은 전도성이 우수함과 동시에 온도 조절이 용이하고, 온도 상승 속도가 높은 면상 발열체를 제조할 수 있다.

[0027] 또한, 비트리머를 이용한 면상 발열체 및 그 제조방법은 우수한 유연성을 확보하여 접거나 구부리는 경우 부서지거나 크랙현상이 발생하는 것을 방지할 수 있는 면상 발열체를 제조할 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0028] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 비트리머를 이용한 면상 발열체를 도시한 도면이다.
- 도 2는 본 발명의 일 실시예에 따른 비트리머의 재형성된 가교네트워크의메커니즘을 설명하기 위한 도면이다.
- 도 3은 본 발명의 일 실시예에 따른 비트리머를 이용한 면상 발열체의 제조방법을 도시한 도면이다.
- 도 4는 본 발명의 일 실시예에 따른 나노 카본 페이스트를 제조하는 방법을 도시한 도면이다.
- 도 5는 본 발명의 일 실시예에 따른 비트리머를 이용한 면상 발열체의 제조방법을 설명하기 위한 순서도이다.
- 도 6은 본 발명의 일 실시예에 따른 비트리머를 제조하는 방법을 설명하기 위한 순서도이다.
- 도 7은 본 발명의 일 실시예에 따른 나노 카본 페이스트를 제조하는 방법을 설명하기 위한 순서도이다.
- 도 8은 본 발명의 일 실시예에 따른 카본 발열 페이스트를 기관 상에 코팅하는 방법을 설명하기 위한 순서도이다.
- 도 9는 본 발명의 일 실시예에 따른 비트리머를 이용한 면상 발열체의 기계적 특성을 도시한 도면이다.
- 도 10은 본 발명의 일 실시예에 따른 비트리머를 이용한 면상 발열체의 면저항 특성을 도시한 도면이다.
- 도 11 및 도 12는 본 발명의 일 실시예에 따른 비트리머를 이용한 면상 발열체의 발열 특성을 도시한 도면이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0029] 이하, 본 발명의 실시 예를 첨부된 도면들을 참조하여 더욱 상세하게 설명한다. 본 발명의 실시 예는 여러 가지 형태로 변형할 수 있으며, 본 발명의 범위가 아래의 실시 예들로 한정되는 것으로 해석되어서는 안 된다. 본 실시 예는 당업계에서 평균적인 지식을 가진 자에게 본 발명을 더욱 완전하게 설명하기 위해 제공되는 것이다. 따라서 도면에서의 요소의 형상은 보다 명확한 설명을 강조하기 위해 과장되었다.
- [0030] 본 발명이 해결하고자 하는 과제의 해결 방안을 명확하게 하기 위한 발명의 구성을 본 발명의 바람직한 실시 예에 근거하여 첨부 도면을 참조하여 상세히 설명하되, 도면의 구성요소들에 참조번호를 부여함에 있어서 동일 구성요소에 대해서는 비록 다른 도면상에 있더라도 동일 참조번호를 부여하였으며 당해 도면에 대한 설명 시 필요한 경우 다른 도면의 구성요소를 인용할 수 있음을 미리 밝혀둔다.
- [0031] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 비트리머를 이용한 면상 발열체를 도시한 도면이다.
- [0032] 도 1을 참조하면, 면상 발열체(10)는 기관(1) 상에 코팅되어 형성될 수 있다.
- [0033] 상기 기관(1)은 투명성을 가진 것으로, 폴리에틸렌테레프탈레이트(PET), 폴리카보네이트(PC), 폴리메틸메타아크릴레이트(PMMA), 폴리에틸렌나프탈레이트(PEN), 폴리테트라플루오로에틸렌(PES), 고리형 올레핀 고분자(COC), TAC(Triacetylcellulose) 필름, 폴리비닐알코올(Polyvinyl alcohol; PVA) 필름, 폴리이미드(Polyimide; PI) 필름, 폴리스틸렌(Polystyrene; PS), 이축연신폴리스틸렌(K레진 함유 biaxially oriented PS; BOPS), 유리 또는 강화유리 등으로 형성될 수 있으며, 상기 열거된 물질로 한정되는 것은 아니고 투명성을 가진 기관 재료면 어느 것이나 사용될 수 있다.
- [0034] 본 발명의 일 실시예에 따른 기관(1)은 폴리이미드(Polyimide; PI) 필름을 활용하는 것이 바람직하며, 광범위한 온도에서 우수한 물리적, 전기적, 기계적 특성을 가지고 있으며 내열성을 포함하고 있는 것이면 이에 제한되지 않는다.
- [0035] 면상 발열체(10)는 발열을 위하여 형성되는 것으로, 열경화성 수지와 열가소성 수지의 장점들을 동시에 가지고 있는 비트리머(100)와, 상기 비트리머(100)에 균일하게 분산된 다중벽 나노카본튜브(MWCNT)를 포함한다. 면상 발열체(10)에 대해서는 다른 도면을 참조하여 후술하기로 한다.
- [0036] 또한, 면상 발열체(10)의 양단에는 전극이 각각 형성될 수 있다. 상기 전극은 면상 발열체(10)에 전압을 걸어주기 위해 형성되는 것으로 하나는 (+) 전극으로, 다른 하나는 (-) 전극의 역할을 할 수 있다. 상기 전극은 은(Ag) 나노와이어/페이스트와 같은 투명성을 갖는 금속, ITO(산화인듐주석), ZnO(산화아연), SnO2(산화주석)과 같은 산화물 투명 전극 또는 카본나노튜브, 그래핀과 같은 비산화물 투명 전극 등을 사용하여 형성될 수 있으나, 이에 한정되지는 않는다.
- [0037] 도 2는 본 발명의 일 실시예에 따른 비트리머의 재형성된 가교네트워크의메커니즘을 설명하기 위한 도면이고, 도 3은 본 발명의 일 실시예에 따른 비트리머를 이용한 면상 발열체의 제조방법을 도시한 도면이고, 도 4는 본

발명의 일 실시예에 따른 나노 카본 페이스트를 제조하는 방법을 도시한 도면이다.

- [0038] 도 2에 도시된 바와 같이, 비트리머(100)는 에스테르 교환반응에 의해 재형성된 가교네트워크를 가질 수 있다.
- [0039] 구체적으로, 에스테르 교환반응 전에 파란색점들끼리 결합하여 이루어진 초기 가교네트워크는 경화제에 의해 분쇄되는 동시에 외부로부터 열이 가해지면 에스테르 교환반응이 일어나 남아있는 빨간색점이 다시 파란색점과 붙어 새로운 가교네트워크를 형성하도록 재성형된다.
- [0040] 이러한, 비트리머(100)는 수산기(-OH)를 포함하는 제 1 에폭시 수지 및 카르복시기(-COOH)를 포함하는 경화제가 혼합되고, 촉매로 Zinc Acetate Dihydrate가 첨가되어 에스테르 교환반응을 통해 형성된다.
- [0041] 상기 비트리머(100)를 형성하기 위한 주 조성물은 제 1 에폭시 수지이다. 상기 제 1 에폭시 수지는 비스페놀 A의 디 글리시딜 에테르에 기초한 에폭시 수지, 폴리 락티드, 폴리 아이드록시 우레탄, 시트르산을 갖는 에폭시화 소이빈 오일 및 폴리 부타디엔으로 이루어진 군에서 하나 이상 선택될 수 있다.
- [0042] 본 발명의 일 실시예에서 다른 제 1 에폭시 수지는 비스페놀 A의 디 글리시딜 에테르에 기초한 에폭시 수지를 사용하는 것이 바람직하며, 열 경화성이면서, 150 내지 250도의 온도 범위에서도 내열성을 가질 수 있도록 하는 기능을 가지고 있으면 이에 제한되지 않는다.
- [0043] 또한, 제 1 에폭시 수지는 내굽힘성 및 평활도가 우수하고, 외부 충격과 하중에 대한 소성변형을 최대한 방지할 수 있어 면상 발열체(10)에 포함된 카본 필러의 손상을 예방할 수 있다.
- [0044] 또한, 상기 제 1 에폭시 수지는 수산기(-OH)를 포함할 수 있으며, 즉, 비스페놀 A의 디 글리시딜 에테르에 기초한 에폭시 수지는 치환기로서 수산기(-OH)를 가지고 있을 수 있다.
- [0045] 본 발명의 비트리머(100)를 형성하기 위한 경화제는 면상 발열체(10)의 유연성 및 부착성을 높이는 역할을 한다. 이러한, 경화제는 지방산(Fatty Acid), 이합체(Dimer) 및 이들의 혼합물로 이루어진 군에서 하나 이상 선택될 수 있다.
- [0046] 또한, 상기 경화제는 카르복시기(-COOH)를 포함할 수 있으며, 즉, 지방산(Fatty Acid), 이합체(Dimer) 및 이들의 혼합물은 카르복시산일 수 있다.
- [0047] 더하여, 상기 경화제는 제 1 에폭시 수지의 글리시딜 그룹을 깨면서 상기 제 1 에폭시 수지의 수산기(-OH)와 만나 에스테르 교환반응이 일어날 수 있다.
- [0048] 상기 비트리머(100) 제조 시, 제 1 에폭시 수지의 수산기(-OH) 당량과 경화제의 카르복시기(-COOH) 단량과의 반응 비율은 1:0.5 내지 1.5의 당량비일 수 있다.
- [0049] 본 발명의 일 실시예에서 비트리머(100)의 제조 시 제 1 에폭시 수지의 수산기(-OH) 당량과 경화제의 카르복시기(-COOH) 단량과의 반응 비율은 1:1의 당량비인 것이 바람직하다.
- [0050] 이로써, 상기 비트리머(100)는 제 1 에폭시 수지의 수산기(-OH)와 경화제의 카르복시기(-COOH)를 탈수 축합시키는 반응인 에스테르 교환반응으로 인해 재형성된 가교네트워크를 가지도록 형성될 수 있으며, 상기 비트리머(100)는 기존 제 1 에폭시 수지와 달리 열 가소성 수지의 유연성과 용매나 열에 녹지 않는 열 경화성 수지의 장점들을 동시에 가질 수 있다.
- [0051] 본 발명의 비트리머(100)를 형성하기 위한 Zinc Acetate Dihydrate는 반응 촉매로 작용하여 비트리머(100)의 반응 속도를 높이는 역할을 한다.
- [0052] 또한, 상기 Zinc Acetate Dihydrate는 반응 촉매로 작용하는 것 이외에도, 탄소-산소 이중 결합을 포함하고 있어 경화제에 의해 제 1 에폭시 수지의 글리시딜 그룹이 깨진 후에 가교네트워크가 재형성되는 것을 도와주는 역할을 할 수 있다.
- [0053] 더하여, 상기 비트리머(100) 제조 시, 상기 Zinc Acetate Dihydrate는 상기 제 1 에폭시 수지 100 중량부에 대하여 1 내지 3 중량부가 첨가될 수 있다.
- [0054] 도 3 및 도 4를 참조하면, 본 발명은 비트리머(100)를 포함하는 카본 발열 페이스트(300)를 제공한다. 구체적으로, 본 발명의 카본 발열 페이스트(300)는 비트리머(100) 및 나노 카본 페이스트(200)를 혼합하여 형성될 수 있다.
- [0055] 상기 설명한 바와 같이, 비트리머(100)는 상술한 바와 같이 면상발열체(10)의 유연성, 부착성, 내열성을 부여하

기 위한 것으로, 수산기(-OH)를 포함하는 제 1 에폭시 수지, 카르복시기(-COOH)를 포함하는 경화제 및 Zinc Acetate Dihydrate를 혼합하여 형성된다.

- [0056] 상기 비트리머(100)는 제 1 에폭시 수지 대 경화제의 단량비가 1:0.5 내지 1.5이고, Zinc Acetate Dihydrate는 상기 제 1 에폭시 수지 100 중량부에 대하여 1 내지 3 중량부 첨가될 수 있다.
- [0057] 도 4를 참조하면, 상기 나노 카본 페이스트(200)는 카본 필러, 유기 용매(Solvent) 및 제 2 에폭시 수지를 혼합하여 형성된다.
- [0058] 상기 카본 필러는 단일벽 탄소나노튜브, 이중벽 탄소나노튜브, 다중벽 탄소나노튜브로 이루어진 군에서 선택된 1종 이상의 탄소나노튜브일 수 있다.
- [0059] 본 발명의 일 실시예에서 카본 필러는 다중벽 탄소나노튜브(Multi Wall Carbon Nanotube; MWCNT)이 바람직하며, 상기 다중벽 탄소나노튜브의 길이는 1내지 1.5 μ m이고, 직경은 8 내지 12nm를 가질 수 있다.
- [0060] 또한, 다중벽 탄소나노튜브인 상기 카본 필러는 상기 비트리머(100) 100중량부에 대하여 0.5 내지 5 중량부인 것이 바람직하다.
- [0061] 상기 유기 용매는 전도성 입자인 상기 카본 필러의 분산성을 증대시키기 위한 것으로, 통상적으로 공지된 용매일 수 있다. 이러한, 유기 용매는 클로로포름, 사염화탄소, 메틸렌클로라이드, 벤젠, 톨루엔으로 이루어진 군에서 선택된 1종 이상의 물질일 수 있다.
- [0062] 본 발명의 일 실시예에서 유기 용매는 클로로포름을 이용하는 것이 바람직하며, 상기 클로로포름을 유기 용매로 이용하여 상기 카본 필러의 분산을 위한 공정은 통상적으로 초음파 처리, 롤 밀, 비드 밀 및 볼 밀 중 어느 하나를 선택하여 진행될 수 있다.
- [0063] 상기 제 2 에폭시 수지는 비스페놀 A의 디 글리시딜 에테르에 기초한 에폭시 수지를 사용되는 것이 바람직하다.
- [0064] 이로써, 본 발명은 유연성 및 내열성이 우수한 비트리머(100)와 상기 나노 카본 페이스트(200)를 균일하게 섞어 비트리머(100)를 포함하는 카본 발열 페이스트(300)를 제조할 수 있다.
- [0066] 이하, 본 발명을 실시예를 통하여 상세히 설명하면 다음과 같다. 단, 하기 실시예는 본 발명을 예시하는 것일뿐, 본 발명이 하기 실시예에 의해 한정되는 것은 아니다.
- [0067] 도 5는 본 발명의 일 실시예에 따른 비트리머를 이용한 면상 발열체의 제조방법을 설명하기 위한 순서도이고, 도 6은 본 발명의 일 실시예에 따른 비트리머를 제조하는 방법을 설명하기 위한 순서도이고, 도 7은 본 발명의 일 실시예에 따른 나노 카본 페이스트를 제조하는 방법을 설명하기 위한 순서도이고, 도 8은 본 발명의 일 실시예에 따른 카본 발열 페이스트를 기판 상에 코팅하는 방법을 설명하기 위한 순서도이다.
- [0068] 도 5를 참조하면, 본 발명의 일 실시예에 따른 비트리머를 이용한 면상 발열체 제조방법(S10)은 에스테르 교환반응에 의해 재형성된 가교네트워크를 가지는 비트리머를 제조하는 1단계(S100), 카본 필러, 유기 용매 및 제 2 에폭시 수지를 혼합하여 나노 카본 페이스트를 제조하는 2단계(S200), 및 상기 비트리머와 상기 나노 카본 페이스트를 혼합하여 제조된 카본 발열 페이스트를 기판 상에 코팅하는 3단계(S300)를 포함할 수 있다.
- [0069] 또한, 비트리머를 이용한 면상 발열체 제조방법(S10)은 상기 3단계(S300) 이후에, 상기 기판 상에 코팅된 카본 발열 페이스트의 양단에 전극을 형성하는 단계(S400)를 더 포함한다.
- [0070] 1단계(S100)
- [0071] 도 6을 참조하면, 1단계(S100)는 에스테르 교환반응에 의해 재형성된 가교네트워크를 가지는 비트리머를 제조하는 단계이다.
- [0072] 먼저, 수산기(-OH)를 포함하는 제 1 에폭시 수지에 카르복시기(-COOH)를 포함하는 지방산, 이합체 및 이들의 혼합물 중에서 선택되는 경화제가 혼합되고, 촉매로 Zinc Acetate Dihydrate가 첨가되어 비트리머 혼합물을 제조한다(S110).
- [0073] 이후, 상기 비트리머 혼합물을 오븐에 넣고 100 내지 200도에서 5 내지 7시간 동안 에스테르 교환반응을 통해 비트리머를 형성한다(S120).
- [0074] 이 때, S120단계에서는 상기한 바와 같이, 경화제의 카르복시기(-COOH)와 제 1 에폭시 수지의 수산기(-OH)를 탈

수 축합시키는 반응인 에스테르 반응이 일어나고, 이러한 에스테르 반응에 의하여 재형성된 가교네트워크를 가지는 비트리머가 형성되게 된다.

[0075] 2단계(S200)

[0076] 도 7을 참조하면, 2단계(S200)는 카본 필러, 유기 용매 및 제 2 에폭시 수지를 혼합하여 나노 카본 페이스트를 제조하는 단계이다.

[0077] 먼저, 바이알 용기에 클로로포름인 유기 용매와 다중벽 탄소나노튜브인 카본 필러를 혼합하여 형성된 나노 카본 혼합물을 제조한 후 상기 나노 카본 혼합물을 10 내지 30분간 초음파 처리하는 제 1 초음파 처리를 진행한다(S210).

[0078] 이후, 제 1 초음파 처리된 나노 카본 혼합물에 제 2 에폭시 수지를 첨가하여 10 내지 30분간 초음파 처리하는 제 2 초음파 처리를 수행한다(S220).

[0079] 그리고 나서, 제 2 초음파 처리된 나노 카본 혼합물에서 유기 용매를 증발시켜 나노 카본 페이스트를 형성한다(S230).

[0080] 3단계(S300)

[0081] 도 8을 참조하면, 3단계(S300)는 상기 비트리머와 상기 나노 카본 페이스트를 혼합하여 제조된 카본 발열 페이스트를 기판 상에 코팅하는 단계이다.

[0082] 상기 비트리머와 상기 나노 카본 페이스트를 교반기를 통해 1000 내지 3000rpm에서 1 내지 10분간 혼합하여 카본 발열 페이스트를 제조한다(S310).

[0083] 상기 카본 발열 페이스트를 기판 상에 기 설정된 두께로 코팅하고 100 내지 300도에서 1 내지 2시간동안 경화시킨다(S320).

[0084] 4단계(S400)는 비트리머를 포함하는 면상 발열체 제조방법(S10)을 통해 제조된 면상 발열체(10)를 기 설정된 크기로 제단하고, 상기 제단된 면상 발열체(10)의 양단에 실버 페이스트로 전극을 형성한다(S410).

[0086] [실시예 1]

[0087] 비트리머를 제조하는 1단계(S100)

[0088] (1) 비트리머 혼합물의 제조

[0089] 먼저, 바이알 용기에 제 1 에폭시 수지(YD-128) 7.72g과 경화제인 지방산(Fatty Acid; Trimer) 12.28g를 혼합하고, Zinc Acetate Dihydrate를 0.16g을 첨가하여 비트리머 혼합물을 제조하였다.

[0090] 이 때, 제 1 에폭시 수지와 경화제의 당량비는 1:1 비율이다.

[0091] (2) 비트리머 형성

[0092] 이후, 비트리머 혼합물이 포함된 바이알 용기를 오븐에 넣고 150℃에서 6시간의 환경에서 에스테르 교환반응을 진행하였다. 에스테르 반응 완료 후 상온으로 냉각하여 비트리머 용액을 형성하였다.

[0093] [실시예 2]

[0094] 나노 카본 페이스트를 제조하는 2단계(S200)

[0095] (1) 제 1 초음파 처리

[0096] 먼저, 바이알 용기에 다중벽 탄소나노튜브(MWCNT)를 0.1 내지 1.05g만큼 첨가한 후 클로로포름 유기 용매를 50g를 넣어 나노 카본 혼합물을 제조한 후, 초음파 처리기를 이용하여 20분간 제 1 초음파 처리를 수행하였다.

[0097] (2) 제 2 초음파 처리

[0098] 이후, 제 1 초음파 처리된 나노 카본 혼합물에 제 2 에폭시 수지(YD-128)를 7.72g 첨가하고 다시 초음파 처리기를 이용하여 20분간 제 2 초음파 처리를 수행하였다.

[0099] (3) 나노 카본 페이스트의 형성

[0100] 그리고 나서, 제 2 초음파 처리된 나노 카본 혼합물을 진공오븐을 통해 진공 환경에서 유기 용매를 증발시켜 나노 카본 페이스트를 형성하였다.

[0101] **[실시예 3]**

[0102] **카본 발열 페이스트를 기판 상에 코팅하는 3단계(S300)**

[0103] (1) 카본 발열 페이스트의 제조

[0104] 먼저, 실시예 1에서 제조된 비트리머 용액을 실시예 2에서 제조된 나노 카본 페이스트가 담긴 바이얼 용기에 첨가한다.

[0105] 이후, 비트리머와 나노 카본 페이스트가 혼합된 혼합물을 교반기를 이용하여 2000rpm의 속도로 5분간 교반하여 카본 발열 페이스트를 제조하였다.

[0106] (2) 카본 발열 페이스트의 경화

[0107] 그리고 나서, 제조된 카본 발열 페이스트를 PI 필름에 소정의 양만큼 코팅하고 오븐을 이용하여 200℃에서 1시간 30분동안 경화시켰다.

[0108] 이로써, 본 발명의 일 실시예에 따라 기판 상에 코팅된 면상 발열체를 제조하였다.

[0109] **[실시예 4]**

[0110] **코팅된 카본 발열 페이스트의 양단에 전극을 형성하는 단계(S400)**

[0111] 실시예 3에서 제조된 면상 발열체를 가로 2.5cm, 세로 2.5cm, 두께 0.2cm로 제단하고, 제단된 면상 발열체의 양단에 실버 페이스트로 전극을 형성하였다.

[0112] 이 때, 상기 두께는 기판의 두께를 제외한 면상 발열체 자체의 두께이다.

[0114] **[실험예 1]**

[0115] (1) 응력-변형률(Stress-Strain) 특성

[0116] 상기 실시예 3에서 제조된 면상 발열체에 응력을 가하여 응력-변형률 특성을 평가하였다.

[0117] 관련하여 도 9는 본 발명의 일 실시예에 따른 비트리머를 이용한 면상 발열체의 기계적 특성을 도시한 도면이다.

[0118] 도 9를 참조하면, 본 발명의 실시예에 따른 다중벽 나노카본튜브(MWCNT)의 함량에 따른 면상 발열체의 기계적 특성이 나타나 있다. 실험예의 경우에는 다중벽 나노카본튜브의 함량이 증가할수록 면상 발열체의 항복응력이 증가하고 연신률은 감소하였다.

[0119] 구체적으로, 다중벽 나노카본튜브의 함량이 0.5wt%인 경우에 면상 발열체의 항복응력은 1.01MPa, 연신률은 0.75로 측정되었으며, 나노카본튜브의 함량이 증가할수록 증가하여 다중벽 나노카본튜브의 함량이 5wt%인 경우에 면상 발열체의 항복응력은 2.94MPa, 연신률은 0.4로 측정되었다. 즉, 본 발명의 실시예에 따른 면상 발열체는 종래 면상 발열체에 비해 유연성이 뛰어난 것을 확인할 수 있다.

[0120] (2) 면저항 특성

[0121] 상기 실시예 3에서 제조된 면상 발열체에 응력을 가하여 응력-변형률 특성을 평가하였다.

[0122] 관련하여 도 10은 본 발명의 일 실시예에 따른 비트리머를 이용한 면상 발열체의 면저항 특성을 도시한 도면이다.

[0123] 도 10은 면상 발열체를 4단자법을 이용하여 측정한 면저항 값을 나타낸 그래프로, 본 발명의 실시예에 따른 다중벽 나노카본튜브(MWCNT)의 함량에 따른 면상 발열체의 면저항 특성이 나타나 있다. 실험예의 경우에는 다중벽 나노카본튜브의 함량이 증가할수록 면상 발열체의 면저항이 낮아짐을 확인할 수 있다.

[0124] 구체적으로, 다중벽 나노카본튜브의 함량이 0.5wt%, 1wt%, 3wt%, 5wt%인 경우, 각각 면저항 값은 383, 217, 108, 8.1로 측정되었다. 이는, 본 발명의 실시예에 따른 면상 발열체가 우수한 전기전도성을 가짐을 알 수 있다.

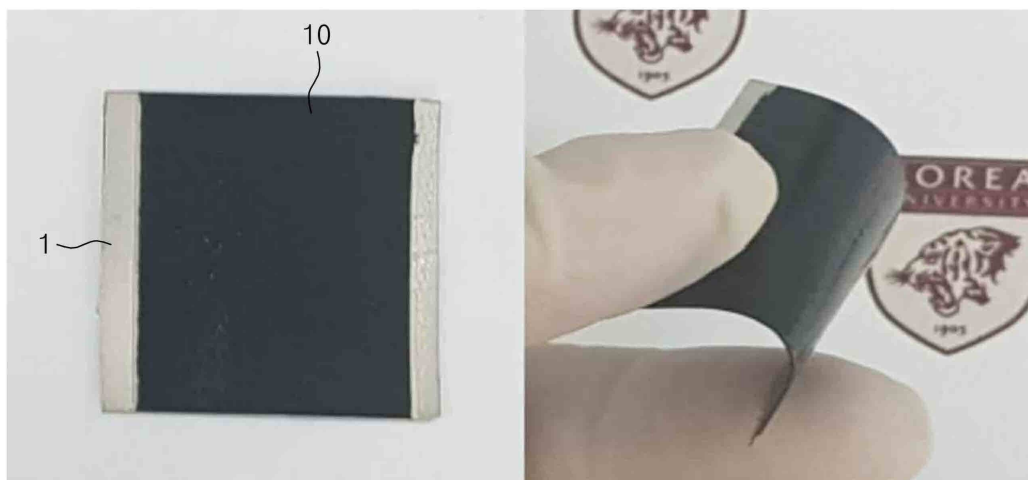
- [0125] (3) 발열 특성
- [0126] 상기 실시예 4에서 제조된 면상 발열체의 양단에 실버 페이스트로 전극을형성하고, 전압을 인가하여 발열특성을 평가하였다.
- [0127] 관련하여 본 발명의 도 11 및 도 12는 본 발명의 일 실시예에 따른 비트리머를 이용한 면상 발열체의 발열 특성을 도시한 도면이다.
- [0128] 도 11은 본 발명의 실시예에 따른 면상 발열체의 전압-발열온도 그래프이고, 도 12는 본 발명의 실시예에 따른 면상 발열체의 시간-발열온도 그래프이다.
- [0129] 도 11을 참조하면, 본 발명의 실시예에 따른 면상 발열체는 다중벽 나노카본튜브의 함량이 5wt%인 경우, 전압이 증가함에 따라 발열 온도가 급격하게 증가하고, 20V에서 280℃ 이상의 고온 발열이 가능함을 알 수 있다.
- [0130] 도 12를 참조하면, 본 발명의 실시예에 따른 면상 발열체는 다중벽 나노카본튜브의 함량이 5wt%인 경우, 280℃ 이상의 온도까지 30초 이내에 급속발열이 가능함을 알 수 있다.
- [0131] 상술한 바와 같이, 본 발명의 실시예들은 비트리머를 이용함으로써, 높은 유연성을 가질 뿐만 아니라 280℃ 이상의 고온에서도 안정성을 가질 수 있는 면상 발열체를 제공할 수 있다.
- [0132] 이상의 상세한 설명은 본 발명을 예시하는 것이다. 또한 전술한 내용은 본 발명의 바람직한 실시 형태를 나타내어 설명하는 것이며, 본 발명은 다양한 다른 조합, 변경 및 환경에서 사용할 수 있다. 즉 본 명세서에 개시된 발명의 개념의 범위, 저술한 개시 내용과 균등한 범위 및/또는 당업계의 기술 또는 지식의 범위내에서 변경 또는 수정이 가능하다. 저술한 실시예는 본 발명의 기술적 사상을 구현하기 위한 최선의 상태를 설명하는 것이며, 본 발명의 구체적인 적용 분야 및 용도에서 요구되는 다양한 변경도 가능하다. 따라서 이상의 발명의 상세한 설명은 개시된 실시 상태로 본 발명을 제한하려는 의도가 아니다. 또한 첨부된 청구범위는 다른 실시 상태도 포함하는 것으로 해석되어야 한다.

부호의 설명

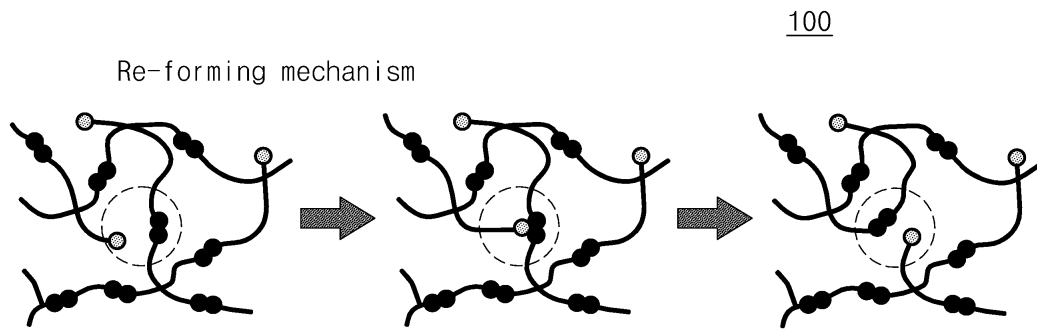
- [0133] 100: 비트리머
- 200: 나노 카본 페이스트
- 300: 카본 발열 페이스트

도면

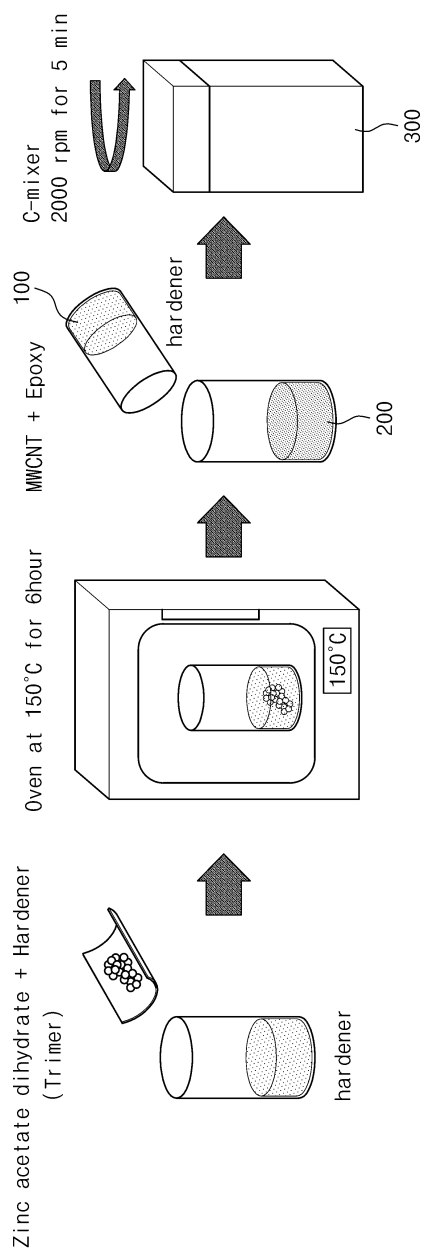
도면1



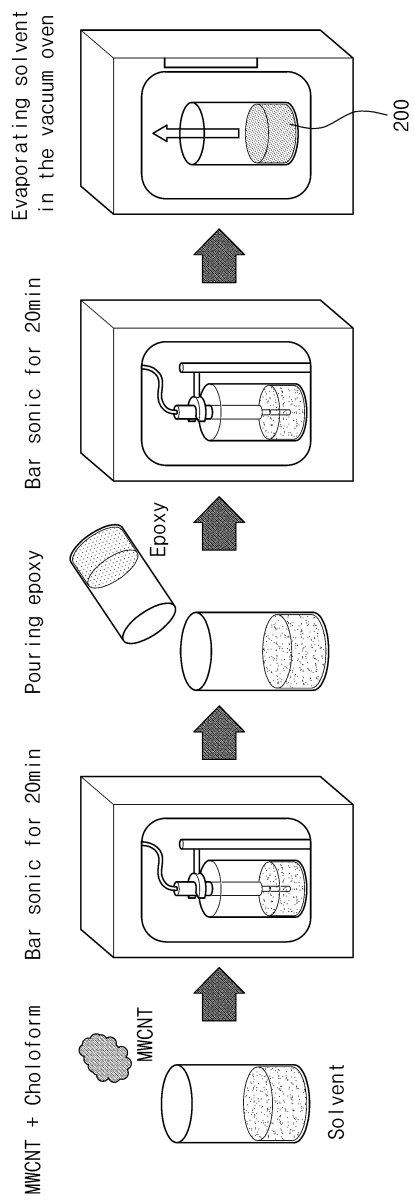
도면2



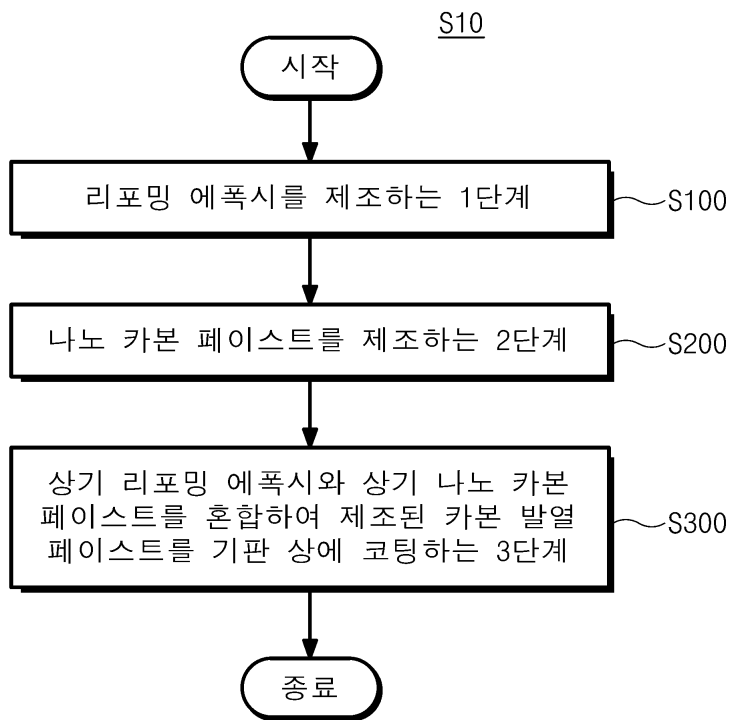
도면3



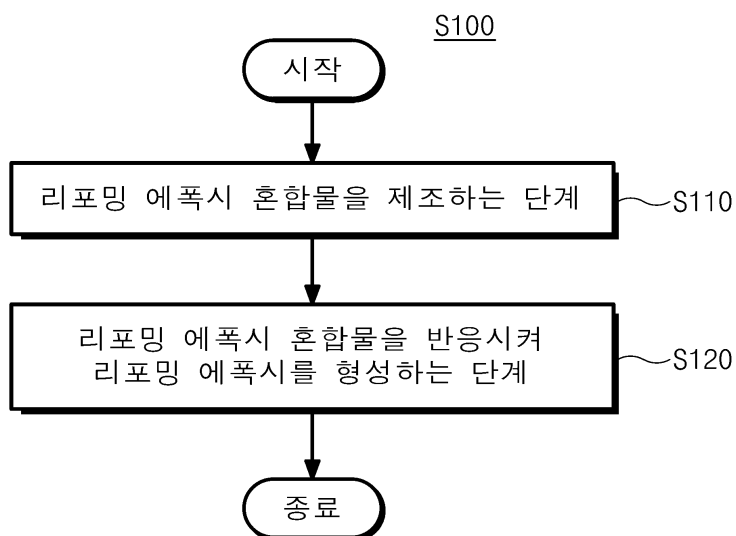
도면4



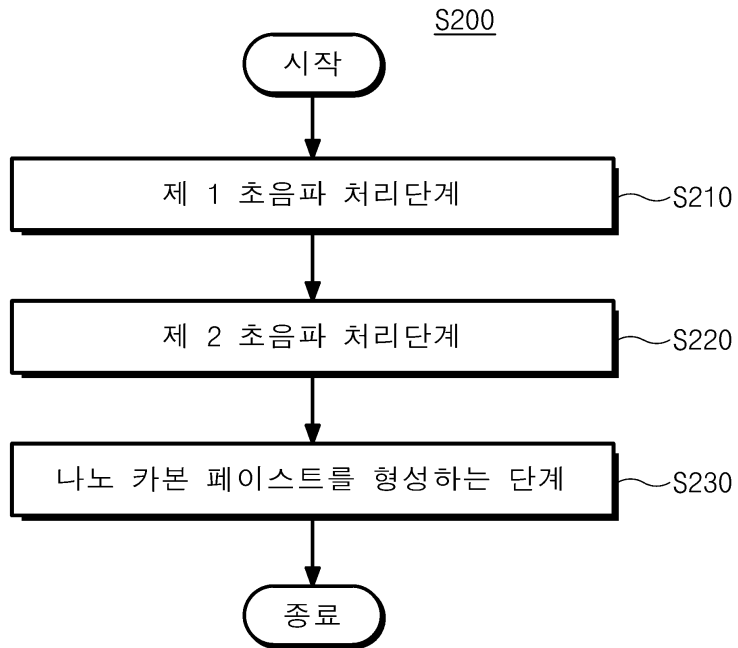
도면5



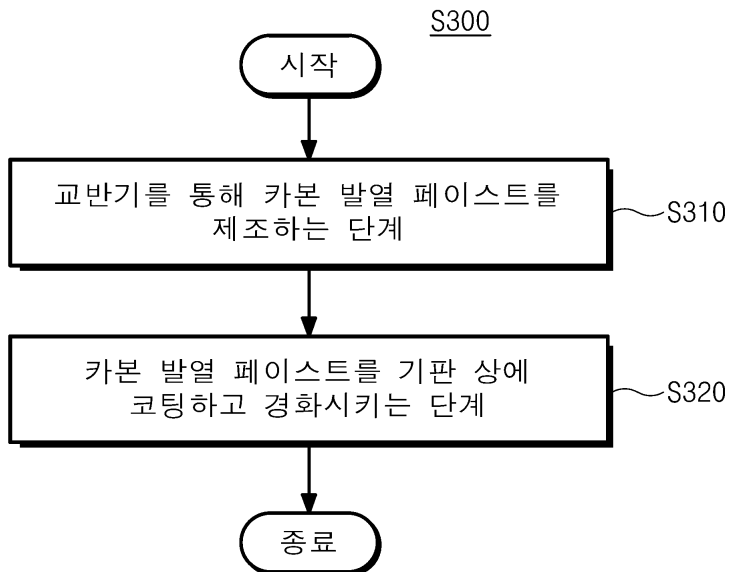
도면6



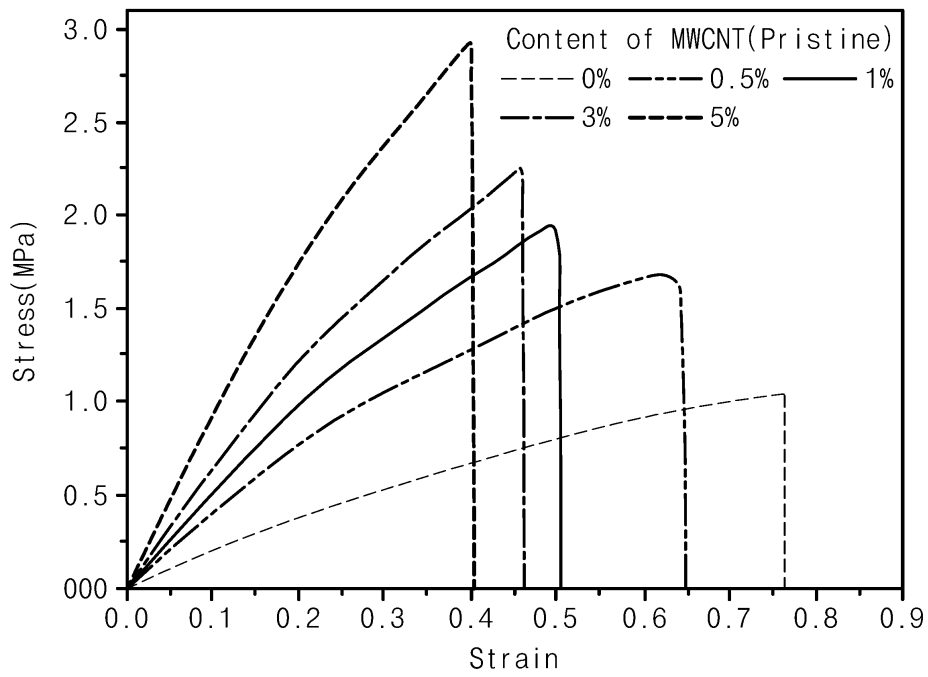
도면7



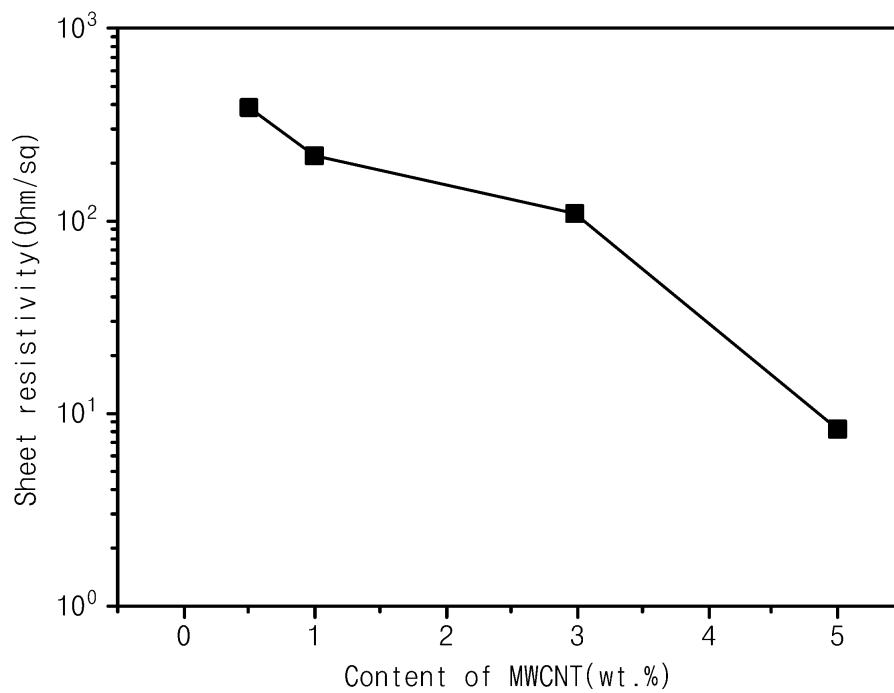
도면8



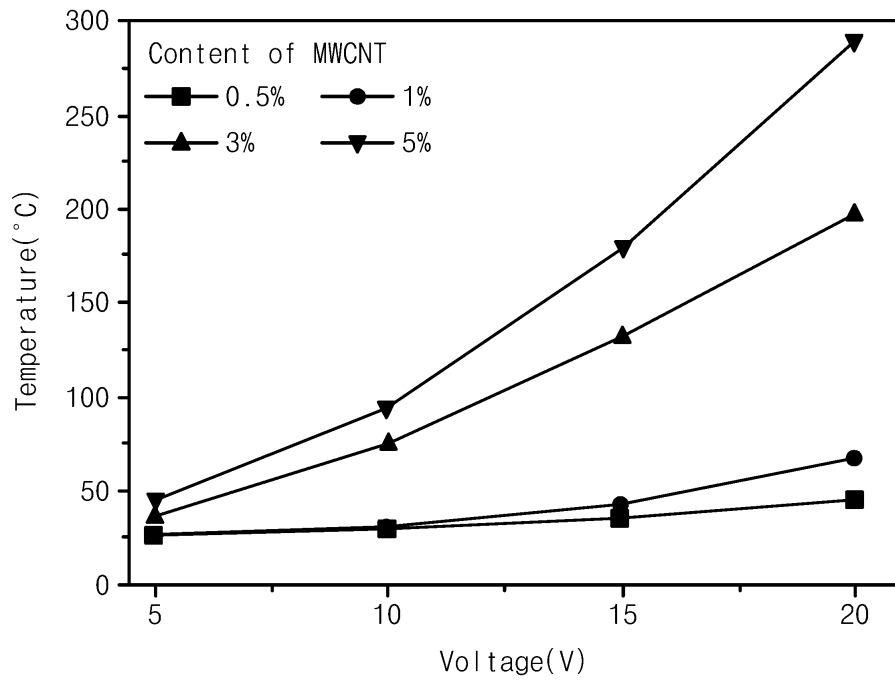
도면9



도면10



도면11



도면12

