



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2013-0132025
(43) 공개일자 2013년12월04일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C04B 41/45 (2006.01) C03C 17/22 (2006.01)
C04B 35/495 (2006.01) C09D 1/00 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2012-0056081
(22) 출원일자 2012년05월25일
심사청구일자 2012년05월25일

(71) 출원인
한국생산기술연구원
충청남도 천안시 서북구 입장면 양대기로길 89
(72) 발명자
최경호
경기도 화성시 능동 숲속마을 모아미래도2단지
881동 1002호
신교직
경기도 화성시 능동 동탄숲속마을자연환경남아너
스빌아파트 809동 1802호
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
나승택, 조영현

전체 청구항 수 : 총 22 항

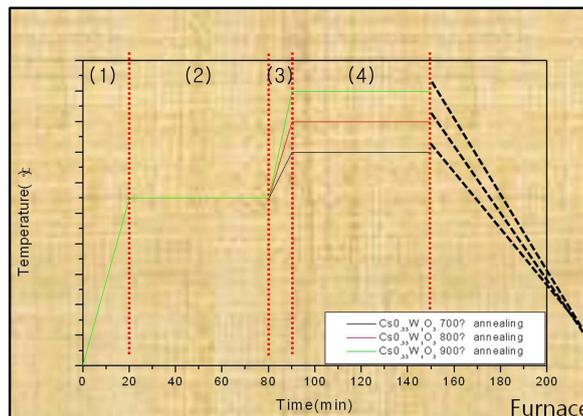
(54) 발명의 명칭 세슘-몰리브덴을 포함하는 열선영역의 선택적 차단기능을 갖는 열저항소재 및 그 제조방법 및 이를 이용한 열저항필름의 제조방법

(57) 요약

본 발명은 세슘-몰리브덴을 포함하는 열선영역의 선택적 차단기능을 갖는 열저항소재 및 그 제조방법 및 이를 이용한 열저항필름의 제조방법에 관한 것으로서, 본 발명에 의한 세슘-몰리브덴을 포함하는 열선영역의 선택적 차단기능을 갖는 열저항소재는, $Cs_xMo_yO_z$ 을 포함하며, 상기 x와 상기 y의 비율은 1:2.5 내지 1:4이며, 상기 y와 상기 z의 비율은 1:2.8 내지 1:3.2인 것을 특징으로 하고, 상기 x와 상기 y와 상기 z의 비율은, 0.25:1:3 내지 0.4:1:3인 것을 특징으로 한다.

본 발명에 따르면, 세슘과 몰리브덴이 최적의 몰비로 결합된 구조를 열저항소재에 적용함으로써, 열저항 필름의 가시광선의 투과율은 높으면서도 열선차단율, 열관류율 및 UV 차단율을 비약적으로 향상시킬 수 있는 장점이 있다.

대표도 - 도2



(72) 발명자

이상국

경기도 용인시 수지구 상현1동 843 현대성우5차아
파트 101-1701

이경민

부산광역시 영도구 신선동2가 180-30 영광그린파크
1403

특허청구의 범위

청구항 1

$Cs_xMo_yO_z$ 을 포함하며,

상기 x와 상기 y의 비율은 1:2.5 내지 1:4이며, 상기 y와 상기 z의 비율은 1:2.8 내지 1:3.2인 것을 특징으로 하는 세슘-몰리브덴을 포함하는 열선영역의 선택적 차단기능을 갖는 열저항소재

청구항 2

제 1항에 있어서,

상기 x와 상기 y와 상기 z의 비율은, 0.25:1:3 내지 0.4:1:3인 것을 특징으로 하는 세슘-몰리브덴을 포함하는 열선영역의 선택적 차단기능을 갖는 열저항소재

청구항 3

$Cs_{0.33}Mo_1O_3$ 을 포함하여 이루어지는 것을 특징으로 하는 세슘-몰리브덴을 포함하는 열선영역의 선택적 차단기능을 갖는 열저항소재

청구항 4

세슘카보네이트(Cs_2CO_3) 수용액과 몰리브덴산암모늄($H_8MoN_2O_4$) 수용액을 혼합하여 혼합액을 제조하는 혼합단계;

상기 혼합액을 건조시켜, 혼합분말을 제조하는 건조단계; 및

상기 혼합분말을 열처리하여 열저항소재를 제조하는 열처리단계;를 포함하여 이루어지는 것을 특징으로 하는 세슘-몰리브덴을 포함하는 열선영역의 선택적 차단기능을 갖는 열저항소재의 제조방법

청구항 5

제 4항에 있어서,

상기 열처리단계는,

상기 혼합분말을 분당 20℃ 내지 40℃의 승온속도로 400℃ 내지 500℃까지 가열하는 승온단계;

상기 혼합분말을 400℃ 내지 500℃에서 40 내지 80분간 열처리하는 제 1열처리단계;

상기 혼합분말을 450℃ 내지 800℃에서 5 내지 20분간 열처리하는 제 2열처리단계; 및

상기 혼합분말을 450℃ 내지 900℃에서 10 내지 80분간 어닐링하는 어닐링단계;를 포함하여 이루어지는 것을 특징으로 하는 세슘-몰리브덴을 포함하는 열선영역의 선택적 차단기능을 갖는 열저항소재의 제조방법

청구항 6

제 4항 또는 제 5항에 있어서,

상기 혼합단계에서, 상기 몰리브덴산암모늄($H_8MoN_2O_4$) 수용액 1몰에 대하여, 상기 세슘카보네이트(Cs_2CO_3) 수용액은 0.25 내지 0.4몰을 혼합하는 것을 특징으로 하는 세슘-몰리브덴을 포함하는 열선영역의 선택적 차단기능을

갖는 열저항소재의 제조방법

청구항 7

제 4항 또는 제 5항에 있어서,

상기 건조단계는, 상기 혼합액을 100℃ 내지 300℃에서 5 내지 10시간 건조시키는 것을 특징으로 하는 세슘-몰리브덴을 포함하는 열선영역의 선택적 차단기능을 갖는 열저항소재의 제조방법

청구항 8

제 5항에 있어서,

상기 승온단계 및 상기 제 1열처리단계에서는, 수소를 분당 70 내지 110cc, 질소를 분당 5 내지 20cc 투입하는 것을 특징으로 하는 세슘-몰리브덴을 포함하는 열선영역의 선택적 차단기능을 갖는 열저항소재의 제조방법

청구항 9

제 5항에 있어서,

상기 제 2열처리단계 및 상기 어닐링단계에서는, 질소를 분당 70 내지 130cc 투입하는 것을 특징으로 하는 세슘-몰리브덴을 포함하는 열선영역의 선택적 차단기능을 갖는 열저항소재의 제조방법

청구항 10

제 1항 내지 제 3항 중 어느 한 항의 열저항소재, 분산제 및 금속볼(ball)을 유기용매에 첨가하여, 혼합졸을 제조하여, 분산시키는 제 1분산단계;

상기 혼합졸에 비드를 첨가하여, 분산시켜, 열저항코팅액을 제조하는 제 2분산단계; 및

상기 열저항코팅액을 기재필름에 바코팅하는 열저항층 형성단계;를 포함하여 이루어지는 것을 특징으로 하는 세슘-몰리브덴을 포함하는 열선영역의 선택적 차단기능을 갖는 열저항소재를 이용한 열저항필름의 제조방법

청구항 11

제 10항에 있어서,

상기 제 1분산단계에서, 상기 유기용매 100중량부에 대하여, 상기 열저항소재는 0.5 내지 5중량부, 상기 분산제는 0.5 내지 5중량부를 첨가하는 것을 특징으로 하는 세슘-몰리브덴을 포함하는 열선영역의 선택적 차단기능을 갖는 열저항소재를 이용한 열저항필름의 제조방법

청구항 12

제 10항 또는 제 11항에 있어서,

상기 제 1분산단계에서, 상기 분산제는 아민을 포함하는 화합물 및 용제를 포함하여 이루어지며, 상기 용제는 부틸글리콜(butylglycol), 메톡시프로필아세테이트(Methoxypropylacetate) 또는 메톡시프로판올(methoxypropanol) 중 적어도 하나를 포함하는 것을 특징으로 하는 세슘-몰리브덴을 포함하는 열선영역의 선택적 차단기능을 갖는 열저항소재를 이용한 열저항필름의 제조방법

청구항 13

제 12항에 있어서,

상기 용제는 상기 메톡시프로필아세테이트 35 내지 55중량%, 상기 부틸글리콜 35 내지 55중량%, 상기 메톡시프로판올 15 내지 35중량%로 이루어지는 것을 특징으로 하는 세슘-몰리브덴을 포함하는 열선영역의 선택적 차단기능을 갖는 열저항소재를 이용한 열저항필름의 제조방법

청구항 14

제 10항 또는 제 11항에 있어서,

상기 제 1분산단계에서, 상기 금속볼은 철로 이루어진 것을 특징으로 하는 세슘-몰리브덴을 포함하는 열선영역의 선택적 차단기능을 갖는 열저항소재를 이용한 열저항필름의 제조방법

청구항 15

제 10항 또는 제 11항에 있어서,

상기 제 1분산단계에서, 상기 유기용매는, 에탄올, 메탄올, 부탄올, 클로로폼, 디클로로메탄, 에틸아세테이트, 헥산, 디에틸에테르 또는 아세톤니트릴 중 적어도 하나인 것을 특징으로 하는 세슘-몰리브덴을 포함하는 열선영역의 선택적 차단기능을 갖는 열저항소재를 이용한 열저항필름의 제조방법

청구항 16

제 10항 또는 제 11항에 있어서,

상기 제 1분산단계에서, 분산시간은 90 내지 150분인 것을 특징으로 하는 세슘-몰리브덴을 포함하는 열선영역의 선택적 차단기능을 갖는 열저항소재를 이용한 열저항필름의 제조방법

청구항 17

제 10항 또는 제 11항에 있어서,

상기 제 2분산단계에서, 상기 비드는 지르코니아를 포함하여 이루어진 것을 특징으로 하는 세슘-몰리브덴을 포함하는 열선영역의 선택적 차단기능을 갖는 열저항소재를 이용한 열저항필름의 제조방법

청구항 18

제 10항 또는 제 11항에 있어서,

상기 제 2분산단계에서, 상기 비드의 크기는 0.1mm 내지 0.8mm인 것을 특징으로 하는 세슘-몰리브덴을 포함하는 열선영역의 선택적 차단기능을 갖는 열저항소재를 이용한 열저항필름의 제조방법

청구항 19

제 10항 또는 제 11항에 있어서,

상기 제 2분산단계에서, 분산시간은 30분 내지 90분인 것을 특징으로 하는 세슘-몰리브덴을 포함하는 열선영역의 선택적 차단기능을 갖는 열저항소재를 이용한 열저항필름의 제조방법

청구항 20

제 10항 또는 제 11항에 있어서,

상기 열저항층 형성단계에서, 상기 열저항코팅액에 유기바인더를 첨가하는 것을 특징으로 하는 세슘-몰리브덴을 포함하는 열선영역의 선택적 차단기능을 갖는 열저항소재를 이용한 열저항필름의 제조방법

청구항 21

제 20항에 있어서,

상기 유기바인더는 아크릴릭 우레탄, 에틸렌 카보네이트, 메틸에틸케톤 또는 디아세톤 알코올 중 적어도 하나인 것을 특징으로 하는 세슘-몰리브덴을 포함하는 열선영역의 선택적 차단기능을 갖는 열저항소재를 이용한 열저항 필름의 제조방법

청구항 22

제 20항에 있어서,

상기 열저항층 형성단계에서, 상기 열저항코팅액 100중량부에 대하여, 상기 유기바인더는 100 내지 900중량부를 첨가하는 것을 특징으로 하는 세슘-몰리브덴을 포함하는 열선영역의 선택적 차단기능을 갖는 열저항소재를 이용한 열저항필름의 제조방법

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 세슘-몰리브덴을 포함하는 열선영역의 선택적 차단기능을 갖는 열저항소재 및 그 제조방법 및 이를 이용한 열저항필름의 제조방법에 관한 것으로, 더욱 상세하게는 세슘과 몰리브덴이 최적의 몰비로 결합된 구조를 열저항소재에 적용함으로써, 가시광선의 투과율은 높이면서도 열선에 해당하는 파장의 빛은 선택적으로 차단하는 등의 열저항 특성은 현저히 향상시킬 수 있는 세슘-몰리브덴을 포함하는 열선영역의 선택적 차단기능을 갖는 열저항소재 및 그 제조방법 및 이를 이용한 열저항필름의 제조방법에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 전세계적으로 온실가스 감축과 화석에너지 고갈로 인한 대안기술로 신재생 에너지나 대체에너지 기술개발이 이슈로 떠오르고 있으며, 이와 더불어 에너지의 효율적인 관리기술을 통한 부가가치 창출에 대한 관심도 급증하고 있다.

[0003] 이에, 여름철에는 실내로 유입되는 열선을 차단하여 내방효율을 높이면서 가시광선은 기존의 유리와 동등하게 유지하여 쾌적한 실내를 유지하며, 겨울철에는 실내의 열손실을 최소화하여 효율적인 열관리를 할 수 있는 기능성 소재에 대한 요구가 지속되고 있으며, 특히 투명열차단 소재에 대한 수요가 급증할 것으로 예상된다.

[0004] 열선흡수물질에 대한 개념은 1960년대에 제안되었지만, 본격적인 연구는 1998년 경부터 시작되었고, 2000년 경 첫 상품이 출시되었으며, 2005년 경에 이르러 1세대 상품군이 형성되었다.

[0005] 이렇게 열선을 제어하기 위한 시도는 틸트유리(tinted glass), 틸트필름, 스퍼터 코팅유리 및 스퍼터 코팅필름 등의 기술로도 다양하게 개발되었으며, 일부는 이미 상용화되었으나, 아직 널리 보급되기에는 성능이나 신뢰성 부분에 한계가 있다. 특히, 종래 기술에 있어서, 스퍼터 코팅유리는 고가공정이고, 산화 및 변색에 약한 단점이 있으며, 틸트필름은 내구성이 떨어지는 단점이 있다.

[0006] 이에 에너지문제에 대해 일찍부터 대안을 마련해 온 유럽에서는 1990~2000년대 초에 걸쳐 가장 열차단특성이 우수한 것으로 알려진 스퍼터 코팅유리를 복층으로 하고, 중간에 아르곤과 같은 불활성 가스가 채워진 형태의 단열창호(저방사유리, low-E유리)를 개발하여 사용하였다.

[0007] 또한, 금속코팅형태의 저방사 유리는 독일을 시작으로 오스트리아, 스위스, 영국 등의 제도적 장치를 가지고 있

어 수요가 증가해 왔으며, 아시아에서도 일본, 중국 등의 사용비율이 점차 상승하고 있다. 다만, 한국에서는 아직 에너지관리기술에 대한 인식부족으로 국제적으로 최저수준의 적용율을 나타내고 있다.

[0008] 다만, 박막금속코팅을 입히는 기술은 높은 투과율과 열선차단특성 등의 성능적 특성은 구현이 어느정도 가능하나, 습도가 높은 지역에서는 부식이 발생하여 막이 분리되거나 변색이 발생하는 문제가 있으며, 이동전화 송수신에 방해가 되는 문제가 있다.

[0009] 또한, 필름위에 금속박막을 증착시키는 기술을 이용한 사우스웰(Southwall)사의 V-KOOL 제품은 적외선 차단율이 96%에 이르는 등 특성이 우수하나, 그 제조공정이 매우 복잡하고, 그에 따라 제품가격이 매우 고가라는 단점이 있다.

[0010] 또한, 높은 열차단성능을 부여한 제품에서는 외부에서 유입된 열선흡수로 열팽창 특성의 차이가 크게 발생하여 지속적으로 응력을 받고 있던 복층 저방사유리가 폭발현상을 일으키는 문제가 있다.

[0011] 또한, 종래의 열차단유리는 가시광선 파장의 빛 또한 차단하여 내부가 어두워지는 문제가 있다.

[0012] 즉, 종래의 열차단유리 및 필름 개발기술의 경우, 열저항특성과 경제성 그리고 내구성을 모두 만족시킬 수 없으므로, 종래의 방식이 아닌 새로운 개념을 적용하여 획기적으로 이러한 문제들을 해결하고 상용화할 수 있는 기술개발이 요구되고 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0013] 본 발명은 상기 문제점을 해결하기 위한 것으로서, 본 발명의 목적은, 세슘과 몰리브덴이 최적의 몰비로 결합된 구조를 열저항소재에 적용함으로써, 열저항 필름의 가시광선의 투과율은 높이면서도 열선차단율을 향상시켜 전체적 열관류율을 비약적으로 향상시키는 것을 목적으로 한다.

[0014] 또한, 세슘카보네이트, 몰리브덴암모늄을 최적의 비율로 혼합하고, 3단계 열처리 및 어닐링처리를 통해, 가시광선의 투과율의 저하를 최소화하면서, 열전도도 등의 열저항 특성을 현저히 향상시키는 것을 목적으로 한다.

[0015] 또한, 종래와 달리, 내구성이 획기적으로 개선되어 10년이상 장기간 사용이 가능하고, 이러한 내구성 향상에 따라 차량용 윈도우뿐만 아니라, 건축물의 윈도우까지도 바로 적용이 가능한 것을 목적으로 한다.

[0016] 또한, 최적의 금속볼, 비드, 분산제 및 바인더를 이용함으로써, 기재필름에 빠르고 균일하게 열저항층을 형성시킬 수 있어, 경제적인 뿐만 아니라, 내구성 및 열저항성을 극대화시킬 수 있는 것을 목적으로 한다.

[0017] 또한, 종래에 비해 열저항특성과 경제성 그리고 내구성을 획기적으로 개선시킬 뿐만 아니라, 에너지 효율을 현저히 향상시켜 차량, 건축물의 에너지 소비를 줄일 수 있어 친환경적인 열저항 필름을 제공하는 것을 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

[0018] 상기와 같은 목적을 달성하기 위한 본 발명에 따른 세슘-몰리브덴을 포함하는 열선영역의 선택적 차단기능을 갖는 열저항소재의 제1실시예는, $Cs_xMo_yO_z$ 을 포함하며, 상기 x와 상기 y의 비율은 1:2.5 내지 1:4이며, 상기 y와 상기 z의 비율은 1:2.8 내지 1:3.2인 것을 특징으로 하며, 상기 x와 상기 y와 상기 z의 비율은, 0.25:1:3 내지 0.4:1:3인 것을 특징으로 한다.

[0019] 또한, 본 발명에 따른 세슘-몰리브덴을 포함하는 열선영역의 선택적 차단기능을 갖는 열저항소재의 제2실시예는, $Cs_{0.33}Mo_1O_3$ 을 포함하여 이루어지는 것을 특징으로 한다.

[0020] 다음으로, 본 발명의 세슘-몰리브덴을 포함하는 열선영역의 선택적 차단기능을 갖는 열저항소재의 제조방법은, 세슘카보네이트(Cs_2CO_3) 수용액과 몰리브덴산암모늄($H_8MoN_2O_4$) 수용액을 혼합하여 혼합액을 제조하는 혼합단계; 상기 혼합액을 건조시켜, 혼합분말을 제조하는 건조단계; 및 상기 혼합분말을 열처리하여 열저항소재를 제조하는 열처리단계;를 포함하여 이루어지는 것을 특징으로 한다.

[0021] 상기 열처리단계는, 상기 혼합분말을 분당 20℃ 내지 40℃의 승온속도로 400℃ 내지 500℃까지 가열하는 승온단계; 상기 혼합분말을 400℃ 내지 500℃에서 40 내지 80분간 열처리하는 제 1열처리단계; 상기 혼합분말을 450℃ 내지 800℃에서 5 내지 20분간 열처리하는 제 2열처리단계; 및 상기 혼합분말을 450℃ 내지 900℃에서 10 내지

80분간 어닐링하는 어닐링단계;를 포함하여 이루어지는 것을 특징으로 한다.

- [0022] 또한, 상기 혼합단계에서, 상기 몰리브덴산암모늄($H_8MoN_2O_4$) 수용액 1몰에 대하여, 상기 세슘카보네이트(Cs_2CO_3) 수용액은 0.25 내지 0.4몰을 혼합하는 것을 특징으로 하며, 상기 건조단계는, 상기 혼합액을 100℃ 내지 300℃에서 5 내지 10시간 건조시키는 것을 특징으로 한다.
- [0023] 상기 승온단계 및 상기 제 1열처리단계에서는, 수소를 분당 70 내지 110cc, 질소를 분당 5 내지 20cc 투입하는 것을 특징으로 하며, 상기 제 2열처리단계 및 상기 어닐링단계에서는, 질소를 분당 70 내지 130cc 투입하는 것을 특징으로 한다.
- [0024] 다음으로, 본 발명에 따른 세슘-몰리브덴을 포함하는 열선영역의 선택적 차단기능을 갖는 열저항소재를 이용한 열저항필름의 제조방법은, 제 1항 내지 제 3항 중 어느 한 항의 열저항소재, 분산제 및 금속볼(ball)을 유기용매에 첨가하여, 혼합졸을 제조하여, 분산시키는 제 1분산단계; 상기 혼합졸에 비드를 첨가하여, 분산시켜, 열저항코팅액을 제조하는 제 2분산단계; 및 상기 열저항코팅액을 기재필름에 바코팅하는 열저항층 형성단계;를 포함하여 이루어지는 것을 특징으로 한다.
- [0025] 또한, 상기 제 1분산단계에서, 상기 유기용매 100중량부에 대하여, 상기 열저항소재는 0.5 내지 5중량부, 상기 분산제는 0.5 내지 5중량부를 첨가하는 것을 특징으로 하며, 상기 제 1분산단계에서, 상기 분산제는 아민을 포함하는 화합물 및 용제를 포함하여 이루어지며, 상기 용제는 부틸글리콜(butylglycol), 메톡시프로필아세테이트(Methoxypropylacetate) 또는 메톡시프로판올(methoxypropanol) 중 적어도 하나를 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [0026] 상기 용제는 상기 메톡시프로필아세테이트 35 내지 55중량%, 상기 부틸글리콜 35 내지 55중량%, 상기 메톡시프로판올 15 내지 35중량%로 이루어지는 것을 특징으로 하며, 상기 제 1분산단계에서, 상기 금속볼은 철로 이루어진 것을 특징으로 한다.
- [0027] 또한, 상기 제 1분산단계에서, 상기 유기용매는, 에탄올, 메탄올, 부탄올, 클로로폼, 디클로로메탄, 에틸아세테이트, 헥산, 디에틸에테르 또는 아세톤니트릴 중 적어도 하나인 것을 특징으로 하며, 상기 제 1분산단계에서, 분산시간은 90 내지 150분인 것을 특징으로 한다.
- [0028] 상기 제 2분산단계에서, 상기 비드는 지르코니아를 포함하여 이루어진 것을 특징으로 하며, 상기 제 2분산단계에서, 상기 비드의 크기는 0.1mm 내지 0.8mm인 것을 특징으로 한다.
- [0029] 또한, 상기 제 2분산단계에서, 분산시간은 30분 내지 90분인 것을 특징으로 하며, 상기 열저항층 형성단계에서, 상기 열저항코팅액에 유기바인더를 첨가하는 것을 특징으로 한다.
- [0030] 상기 유기바인더는 아크릴릭 우레탄, 에틸렌 카보네이트, 메틸에틸케톤 또는 디아세톤 알코올 중 적어도 하나인 것을 특징으로 하며, 상기 열저항층 형성단계에서, 상기 열저항코팅액 100중량부에 대하여, 상기 유기바인더는 100 내지 900중량부를 첨가하는 것을 특징으로 한다.

발명의 효과

- [0031] 본 발명의 세슘-몰리브덴을 포함하는 열선영역의 선택적 차단기능을 갖는 열저항소재 및 그 제조방법 및 이를 이용한 열저항필름의 제조방법에 따르면, 세슘과 몰리브덴이 최적의 몰비로 결합된 구조를 열저항소재에 적용함으로써, 열저항 필름의 가시광선의 투과율은 높이면서도 열선차단율을 향상시켜 전체적 열관류율을 비약적으로 향상시킬 수 있는 장점이 있다.
- [0032] 또한, 세슘카보네이트, 몰리브덴암모늄을 최적의 비율로 혼합하고, 3단계 열처리 및 어닐링처리를 통해, 가시광선의 투과율의 저하를 최소화하면서, 열전도도 등의 열저항 특성을 현저히 향상시킬 수 있는 장점이 있다.
- [0033] 또한, 종래와 달리, 내구성이 획기적으로 개선되어 10년이상 장기간 사용이 가능하고, 이러한 내구성 향상에 따라 차량용 윈도우뿐만 아니라, 건축물의 윈도우까지도 바로 적용이 가능한 장점이 있다.
- [0034] 또한, 최적의 금속볼, 비드, 분산제 및 바인더를 이용함으로써, 기재필름에 빠르고 균일하게 열저항층을 형성시킬 수 있어, 경제적이지만 아니라, 내구성 및 열저항성을 극대화시킬 수 있는 장점이 있다.
- [0035] 또한, 종래에 비해 열저항특성과 경제성 그리고 내구성을 획기적으로 개선시킬 뿐만 아니라, 에너지 효율을 현저히 향상시켜 차량, 건축물의 에너지 소비를 줄일 수 있어 친환경적인 장점이 있다.

도면의 간단한 설명

- [0036] 도 1은 본 발명의 세슘-몰리브덴을 포함하는 열선영역의 선택적 차단기능을 갖는 열저항소재의 제조방법을 순차적으로 나타낸 순서도
- 도 2는 본 발명의 세슘-몰리브덴을 포함하는 열선영역의 선택적 차단기능을 갖는 열저항소재의 제조방법에서, 열처리단계(S12)의 시간별 온도변화를 나타낸 그래프
- 도 3은 본 발명의 세슘-몰리브덴을 포함하는 열선영역의 선택적 차단기능을 갖는 열저항소재를 이용한 열저항필름의 제조방법을 순차적으로 나타낸 순서도
- 도 4는 본 발명의 세슘-몰리브덴을 포함하는 열선영역의 선택적 차단기능을 갖는 열저항소재를 이용한 열저항필름의 제조방법의 제 1분산단계(S20)를 모사한 모사도
- 도 5는 본 발명의 세슘-몰리브덴을 포함하는 열선영역의 선택적 차단기능을 갖는 열저항소재를 이용한 열저항필름의 제조방법의 제 1분산단계(S20)를 모사한 모사도
- 도 6은 본 발명에 의해 제조된 세슘-몰리브덴을 포함하는 열선영역의 선택적 차단기능을 갖는 열저항소재를 500℃에서 어닐링한 과장별 투과율의 변화를 나타낸 그래프
- 도 7은 본 발명에 의해 제조된 세슘-몰리브덴을 포함하는 열선영역의 선택적 차단기능을 갖는 열저항소재를 500℃에서 어닐링한 과장별 투과율의 변화를 나타낸 그래프
- 도 8은 본 발명에 의해 제조된 세슘-몰리브덴을 포함하는 열선영역의 선택적 차단기능을 갖는 열저항소재를 600℃에서 어닐링한 과장별 투과율의 변화를 나타낸 그래프
- 도 9는 본 발명에 의해 제조된 세슘-몰리브덴을 포함하는 열선영역의 선택적 차단기능을 갖는 열저항소재를 600℃에서 어닐링한 과장별 투과율의 변화를 나타낸 그래프
- 도 10은 본 발명에 의해 제조된 세슘-몰리브덴을 포함하는 열선영역의 선택적 차단기능을 갖는 열저항소재를 800℃에서 어닐링한 과장별 투과율의 변화를 나타낸 그래프
- 도 11은 본 발명에 의해 제조된 세슘-몰리브덴을 포함하는 열선영역의 선택적 차단기능을 갖는 열저항소재를 800℃에서 어닐링한 과장별 투과율의 변화를 나타낸 그래프

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0037] 이하, 본 발명에 의한 세슘-몰리브덴을 포함하는 열선영역의 선택적 차단기능을 갖는 열저항소재 및 그 제조방법 및 이를 이용한 열저항필름의 제조방법 대하여 본 발명의 바람직한 하나의 실시형태를 첨부된 도면을 참조하여 상세히 설명한다. 본 발명은 하기의 실시예에 의하여 보다 더 잘 이해될 수 있으며, 하기의 실시예는 본 발명의 예시목적만을 위한 것이고, 첨부된 특허청구범위에 의하여 한정되는 보호범위를 제한하고자 하는 것은 아니다.
- [0038] 먼저, 본 발명의 세슘-몰리브덴을 포함하는 열선영역의 선택적 차단기능을 갖는 열저항소재의 제1실시예는, $Cs_xMo_yO_z$ 을 포함하며, 상기 x와 상기 y의 비율은 1:2.5 내지 1:4이며, 상기 y와 상기 z의 비율은 1:2.8 내지 1:3.2인 것이 바람직하며, 더욱 바람직하게는, 상기 x와 상기 y의 비율은 1:3.0 내지 1:3.5이며, 상기 y와 상기 z의 비율은 1:2.9 내지 1:3.1인 것이 효과적이다.
- [0039] 본 발명에서, 세슘, 몰리브덴 및 산소원자가 결합한 구조로 이루어진 열저항소재는, 이들 원소간의 몰비가 열저항특성에 큰 영향을 미치는 바, 본 발명자가 수차례의 실험을 통해, 열저항소재로서 최적의 몰비를 발견한 것으로, 상기 몰비범위를 벗어나는 경우에는, 열저항특성이 현저히 저하되는 문제가 있다.
- [0040] 또한, 상기 $Cs_xMo_yO_z$ 에서 상기 x와 상기 y와 상기 z의 비율이, 0.25:1:3 내지 0.4:1:3인 것이 바람직하며, 더욱 바람직하게는, 0.30:1:3 내지 0.35:1:3인 것이 효과적이다. 이는 세슘, 몰리브덴 및 산소원자들간의 몰비를 보다 최적화한 수치이다.
- [0041] 또한, 본 발명의 세슘-몰리브덴을 포함하는 열선영역의 선택적 차단기능을 갖는 열저항소재의 제2실시예는, $Cs_{0.33}Mo_1O_3$ 을 포함하여 이루어지는 것이 바람직하다. 이는 수차례의 실험결과, 열저항특성이 극대화되는 몰비를 발견한 것이다.

- [0042] 다음으로, 본 발명의 세슘-몰리브덴을 포함하는 열선영역의 선택적 차단기능을 갖는 열저항소재의 제조방법은, 도 1에 나타난 바와 같이, 혼합단계(S10), 건조단계(S20) 및 열처리단계(S30)을 포함하여 이루어지는 것을 특징으로 한다.
- [0043] 혼합단계(S10)는 세슘카보네이트(Cs_2CO_3) 수용액과 몰리브덴산암모늄($\text{H}_8\text{MoN}_2\text{O}_4$) 수용액을 혼합하여 혼합액을 제조하는 단계이다. 이는 본 발명의 열저항소재를 최적의 몰비로 합성하기 위한 준비공정이다.
- [0044] 여기서, 세슘카보네이트(Cs_2CO_3) 수용액은, 세슘카보네이트와 물이 혼합된 것이며, 몰리브덴산암모늄($\text{H}_8\text{MoN}_2\text{O}_4$) 수용액은 몰리브덴산암모늄과 물이 혼합된 것을 의미한다.
- [0045] 상기 혼합단계(S10)에서, 상기 몰리브덴산암모늄($\text{H}_8\text{MoN}_2\text{O}_4$) 수용액 1몰에 대하여, 상기 세슘카보네이트(Cs_2CO_3) 수용액은 0.25 내지 0.4몰을 혼합하는 것이 바람직하며, 더욱 바람직하게는, 0.30 내지 0.35몰을 혼합하는 것이 효과적이다. 0.25몰미만이거나 0.4몰을 초과하는 경우에는, 합성된 열저항소재의 원소간 몰비가 최적의 수치를 벗어나, 열저항특성이 현저히 저하되는 문제가 있다.
- [0046] 건조단계(S11)는 상기 혼합액을 건조시켜, 혼합분말을 제조하는 단계이다. 이는 다음 공정인 열처리가 효과적으로 이루어질 수 있도록 혼합액을 건조시키는 공정이다.
- [0047] 여기서, 상기 혼합액은 100℃ 내지 300℃에서 5 내지 10시간 건조시키는 것이 바람직하며, 더욱 바람직하게는, 150℃ 내지 200℃에서 7 내지 9시간 건조시키는 것이 효과적이다. 100℃미만인 경우에는, 충분히 건조되기 어려워, 다음 열처리 공정 효율이 현저히 떨어지며, 300℃를 초과하는 경우에는, 구성물질이 손상될 수 있는 문제가 있다.
- [0048] 다음으로, 열처리단계(S12)는 상기 혼합분말을 열처리하여 열저항소재를 제조하는 단계이다. 이는 열처리 합성공정을 통해, 열저항소재를 제조하는 공정이다.
- [0049] 열처리단계(S12)는, 도 2에 나타난 바와 같이, 승온단계(S121), 제 1열처리단계(S122), 제 2열처리단계(S123) 및 어닐링단계(S124)를 포함하여 이루어지는 것을 특징으로 한다.
- [0050] 먼저, 승온단계(S121)는 도 2의 (1)번 단계에 해당하며, 상기 혼합분말을 분당 20℃ 내지 40℃의 승온속도로 400℃ 내지 500℃까지 가열하는 단계이다. 이는 혼합분말의 효과적인 열처리를 위해, 최적의 속도로 승온시켜 가열하는 공정이다.
- [0051] 여기서, 승온속도는 분당 20℃ 내지 40℃인 것이 바람직하며, 더욱 바람직하게는, 분당 25℃ 내지 30℃, 가장 바람직하게는, 27.5℃인 것이 효과적이다. 20℃미만이거나 40℃를 초과하는 경우에는, 경제성이 떨어질 뿐만 아니라, 균일하게 열저항소재가 합성되기 어려운 문제가 있다.
- [0052] 제 1열처리단계(S122)는 상기 혼합분말을 400℃ 내지 500℃에서 40 내지 80분간 열처리하는 단계이다. 이는 일정한 온도를 유지하면서, 혼합분말을 가열함으로써, 합성을 일으키는 첫번째 열처리 공정이다.
- [0053] 열처리온도는 400℃ 내지 500℃인 것이 바람직하며, 더욱 바람직하게는, 430℃ 내지 470℃인 것이 효과적이다. 400℃미만인 경우에는, 합성종료반응이 일어나며, 500℃를 초과하는 경우에는, 빠른 합성으로, 균일한 열저항소재 입자가 형성되기 어려운 문제가 있다.
- [0054] 상기 승온단계(S121) 및 상기 제 1열처리단계(S122)에서는, 수소를 분당 70 내지 110cc, 질소를 분당 5 내지 20cc 투입하는 것이 바람직하며, 더욱 바람직하게는, 수소를 분당 85 내지 95cc, 질소를 분당 8 내지 12cc 투입하는 것이 효과적이다. 이는 승온 및 합성반응의 효율을 높이기 위해, 압력조절 및 반응성 향상을 위함이다. 상기 투입량 범위를 벗어나는 경우에는, 오히려 합성반응을 방해하여, 수율을 저하시킬 수 있다.
- [0055] 제 2열처리단계(S123)는 상기 혼합분말을 450℃ 내지 800℃에서 5 내지 20분간 열처리하는 단계이다. 이는 본격적인 합성반응이 일어나는 두번째 열처리 공정이다.
- [0056] 여기서, 열처리온도는 450℃ 내지 800℃인 것이 바람직하며, 더욱 바람직하게는, 500℃ 내지 600℃인 것이 효과적이며, 열처리시간은 5 내지 20분인 것이 바람직하며, 더욱 바람직하게는, 8 내지 12분인 것이 효과적이다. 상기 범위를 벗어난 경우에는, 본 발명의 열저항소재가 합성되기 어려운 문제가 있다.
- [0057] 마지막으로, 어닐링단계(S124)는 상기 혼합분말을 450℃ 내지 900℃에서 10 내지 80분간 어닐링하는 단계이다. 이는 최적의 조건하에서 어닐링을 실시함으로써, 열처리로 인해 합성된 열저항 소재의 열선영역의 선택적 차단

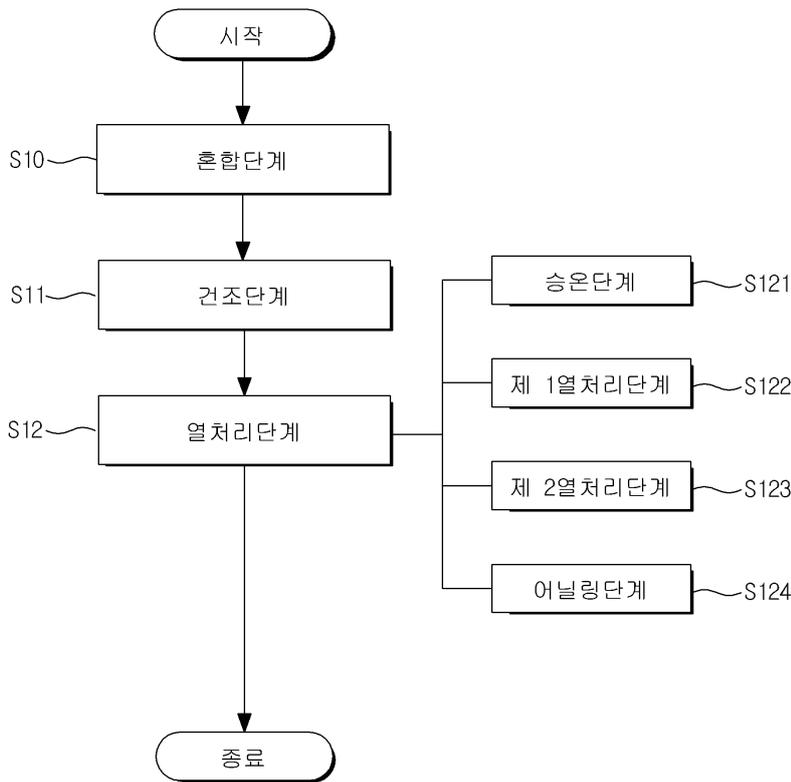
특성을 극대화시키기 위한 공정이다.

- [0058] 여기서, 어닐링온도는 450℃ 내지 900℃인 것이 바람직하며, 더욱 바람직하게는 480℃ 내지 600℃, 가장 바람직하게는 500℃인 것이 효과적이다. 450℃미만인 경우에는, 열저항소재의 열저항특성이 현저히 떨어지며, 900℃를 초과하는 경우에는, 열저항소재의 투명도가 급격히 저하되는 문제가 있다.
- [0059] 상기 제 2열처리단계(S123) 및 상기 어닐링단계(S124)에서는, 질소를 분당 70 내지 130cc 투입하는 것이 바람직하며, 더욱 바람직하게는, 질소를 분당 90 내지 110cc 투입하는 것이 효과적이다. 이는 열처리 및 어닐링의 효율을 높이기 위해, 압력조절 및 반응성 향상을 위함이다. 상기 투입량 범위를 벗어나는 경우에는, 오히려 합성 및 어닐링반응을 방해하여, 수율을 저하시키고, 열저항소재의 성능을 저하시킬 수 있다.
- [0060] 다음으로, 본 발명의 세슘-몰리브덴을 포함하는 열선영역의 선택적 차단기능을 갖는 열저항소재를 이용한 열저항필름의 제조방법은, 도 3에 나타난 바와 같이, 제 1분산단계(S20), 제 2분산단계(S21) 및 열저항층 형성단계(S22)를 포함하여 이루어진다.
- [0061] 먼저, 제 1분산단계(S20)는 도 4 및 도 5에 나타난 바와 같이, 제 1항 내지 제 3항 중 어느 한 항의 열저항소재, 분산제 및 금속볼(ball)을 유기용매에 첨가하여, 혼합졸을 제조하여, 분산시키는 단계이다. 이는 상기 본 발명에서 제조된 열저항소재 입자를 필름에 코팅하기 위한 준비공정이다.
- [0062] 여기서, 유기용매에 열저항소재, 분산제 및 금속볼(ball)을 첨가하여 교반하면, 이들은 금속볼 및 분산제에 의해, 열저항소재 입자가 유기용매에 고르게 분산되면서, 졸의 형태가 된다.
- [0063] 상기 제 1분산단계(S20)에서, 상기 유기용매 100중량부에 대하여, 상기 열저항소재는 0.5 내지 5중량부, 상기 분산제는 0.5 내지 5중량부를 첨가하는 것이 바람직하며, 더욱 바람직하게는, 상기 열저항소재는 0.5 내지 2.5중량부, 상기 분산제는 0.5 내지 3.0중량부를 첨가하는 것이 효과적이다. 상기 범위를 벗어나는 경우에는, 열저항소재의 투명도가 현저히 저하될 뿐만 아니라, 열저항필름에 열저항입자가 효과적으로 분산되지 않아, 열저항 효율 또한 떨어지는 문제가 있다.
- [0064] 상기 금속볼의 경우는 상기 유기용매 100중량부에 대하여, 10 내지 20중량부를 포함하는 것이 바람직하다.
- [0065] 또한, 상기 분산제는 아민을 포함하는 화합물 및 용제를 포함하여 이루어지며, 아민을 포함하는 어떠한 화합물 이든 무방하나, 상기 용제는 부틸글리콜(butylglycol), 메톡시프로필아세테이트(Methoxypropylacetate) 또는 메톡시프로판올(methoxypropanol) 중 적어도 하나를 포함하는 것이 바람직하다. 이는 본 발명의 열저항소재 입자를 가장 효과적으로 분산시킬 수 있는 것으로, 수차례의 실험에 의해 확인되었다.
- [0066] 상기 용제는, 부틸글리콜(butylglycol), 메톡시프로필아세테이트(Methoxypropylacetate) 및 메톡시프로판올(methoxypropanol)를 모두 포함하는 것이 바람직하며, 더욱 바람직하게는, 상기 메톡시프로필아세테이트 35 내지 55중량%, 상기 부틸글리콜 35 내지 55중량%, 상기 메톡시프로판올 15 내지 35중량%로 이루어지는 것이 가장 효과적이다. 상기 함량범위에 해당하는 경우, 분산효율을 극대화할 수 있다.
- [0067] 또한, 상기 제 1분산단계(S20)에서, 상기 금속볼은 어떠한 금속으로 이루어져도 무방하나, 철로 이루어진 것이 본 발명에 가장 적합하다.
- [0068] 또한, 상기 유기용매는, 에탄올, 메탄올, 부탄올, 클로로폼, 디클로로메탄, 에틸아세테이트, 헥산, 디에틸에테르 또는 아세톤니트릴 중 적어도 하나인 것이 바람직하며, 더욱 바람직하게는, 에탄올인 것이 효과적이다.
- [0069] 제 1분산단계(S20)의 분산시간은 90 내지 150분인 것이 바람직하며, 더욱 바람직하게는 110분 내지 130분인 것이 효과적이다. 90분 미만인 경우에는, 충분히 분산되어 혼합졸이 형성되기 어려우며, 150분을 초과하는 경우에는, 경제성이 떨어지는 문제가 있다.
- [0070] 다음으로, 제 2분산단계(S21)는 상기 혼합졸에 비드를 첨가하여, 분산시켜, 열저항코팅액을 제조하는 단계이다. 이는 분산에 의해 제조된 혼합졸을 다시 분산시킴으로써, 열저항코팅이 용이하며 균일한 열저항코팅액을 제조하는 공정이다.
- [0071] 즉, 혼합졸을 비드를 첨가하여 다시 교반하는 공정이다.
- [0072] 여기서, 상기 비드는 지르코니아를 포함하여 이루어진 것이 바람직하다. 비드에 의해, 혼합졸에 분산된 열저항소재 입자를 보다 균일하게 분산시킬 수 있다.

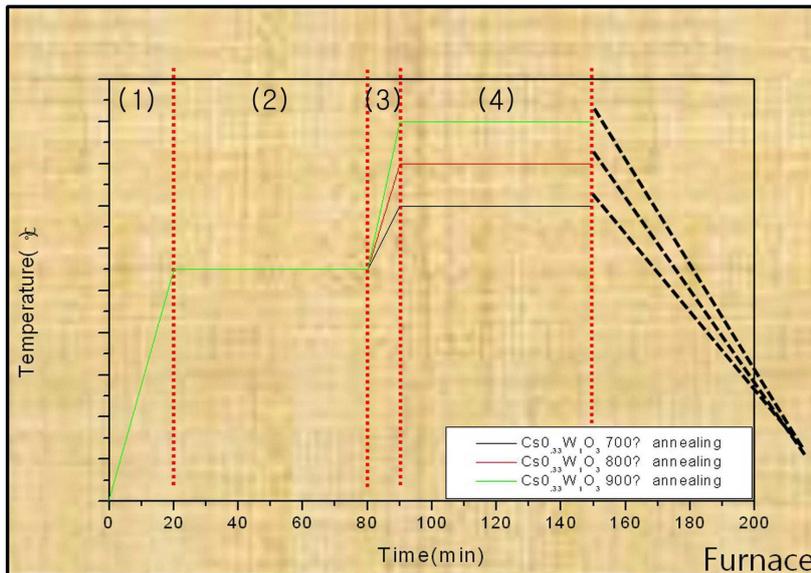
- [0073] 상기 비드의 크기는 0.1mm 내지 0.8mm인 것이 바람직하며, 더욱 바람직하게는 0.3mm 내지 0.5mm인 것이 효과적이다. 0.1mm미만인 경우에는 분산효과가 미미하며, 0.8mm를 초과하는 경우에는, 그 분산균일도가 저하되는 문제가 있다.
- [0074] 제 2분산단계(S21)의 분산시간은 30 내지 90분인 것이 바람직하며, 더욱 바람직하게는 50분 내지 70분인 것이 효과적이다. 90분 미만인 경우에는, 충분히 분산되기 어려우며, 90분을 초과하는 경우에는, 경제성이 떨어지는 문제가 있다.
- [0075] 마지막으로, 열저항층 형성단계(S22)는 상기 열저항코팅액을 기재필름에 바코팅하는 단계이다. 이는 기재필름에 열저항층을 형성하여, 열저항필름을 제조하는 공정이다.
- [0076] 여기서, 바 코팅전에, 상기 열저항코팅액에 유기바인더를 첨가하는 것이 바람직하다. 이는 기재필름에 효과적으로 코팅할 뿐만 아니라, 접착내구성을 향상시키기 위함이다.
- [0077] 상기 유기바인더는 아크릴릭 우레탄, 에틸렌 카보네이트, 메틸에틸케톤 또는 디아세톤 알코올 중 적어도 하나인 것이 바람직하다.
- [0078] 또한, 상기 열저항코팅액 100중량부에 대하여, 상기 유기바인더는 100 내지 900중량부를 첨가하는 것이 바람직하며, 더욱 바람직하게는 300 내지 600중량부, 가장 바람직하게는 500중량부인 것이 효과적이다. 100중량부 미만인 경우에는, 열저항필름의 내구성이 현저히 떨어지며, 900중량부를 초과하는 경우에는, 열저항필름의 열저항 특성이 저하되는 문제가 있다.
- [0079] 또한, 열저항층 형성단계(S22)는, 상기 열저항코팅액을 기재필름에 도포한 후, 60℃ 내지 90℃에서 30초 내지 2분간 베이킹하고, 자외선 경화를 실시하는 것이 바람직하다.
- [0080] 자외선 경화는, 600W/cm 내지 1000W/cm의 강도로, 10 내지 30초간 실시하는 것이 바람직하다.
- [0081] 여기서, 기재필름은 필름형태의 어떠한 소재도 무방하나, PET필름을 사용하는 것이 바람직하다.
- [0082] 이하에서는, 본 발명에 의해 제조된 세슘-몰리브덴을 포함하는 열선영역의 선택적 차단기능을 갖는 열저항소재를 어닐링한 온도에 따른 파장별 투과율의 변화를 실험한 결과를 나타내었다.
- [0083] 여기서, 열저항소재는 $Cs_{0.33}Mo_1O_3$ 를 사용하였으며, 그 함량은, 유기용매 100중량부에 대하여, 열저항소재는 (a) 0.5중량부, (b) 1.0중량부, (c) 1.5중량부, (d) 2.5중량부를 첨가하여 실험을 실시하였다.
- [0084] 도 6 및 도 7은 500℃에서 어닐링한 열저항소재로, 투과율이 전반적으로 우수한 것으로 나타났으며, 도 8 및 도 9는 600℃에서 어닐링한 열저항소재, 도 10 및 도 11은 800℃에서 어닐링한 열저항소재로, 어닐링온도가 증가할수록 투과도가 저하되는 것을 알 수 있었다.
- [0085] 그러나, 본 발명의 범위에 속하는 열저항소재는 전반적으로 종래 열저항소재에 비하여, 투과도가 매우 우수함이 입증되었다.
- [0086] 이상에서 본 발명의 바람직한 실시예를 설명하였으나, 본 발명은 다양한 변화와 변경 및 균등물을 사용할 수 있다. 본 발명은 상기 실시예를 적절히 변형하여 동일하게 응용할 수 있음이 명확하다. 따라서 상기 기재 내용은 하기 특허청구범위의 한계에 의해 정해지는 본 발명의 범위를 한정하는 것이 아니다.

도면

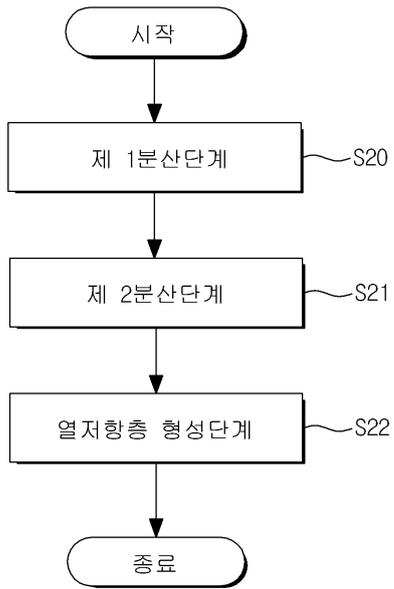
도면1



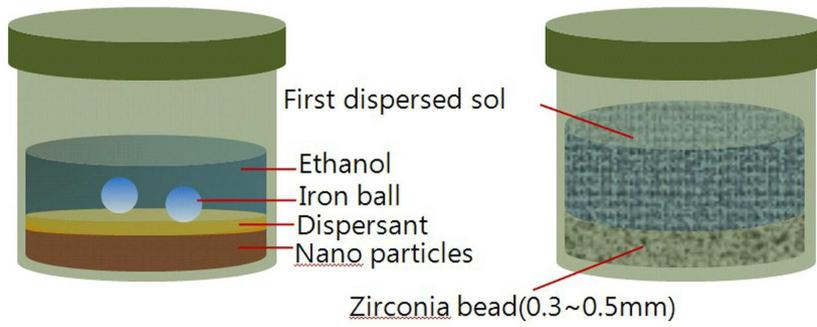
도면2



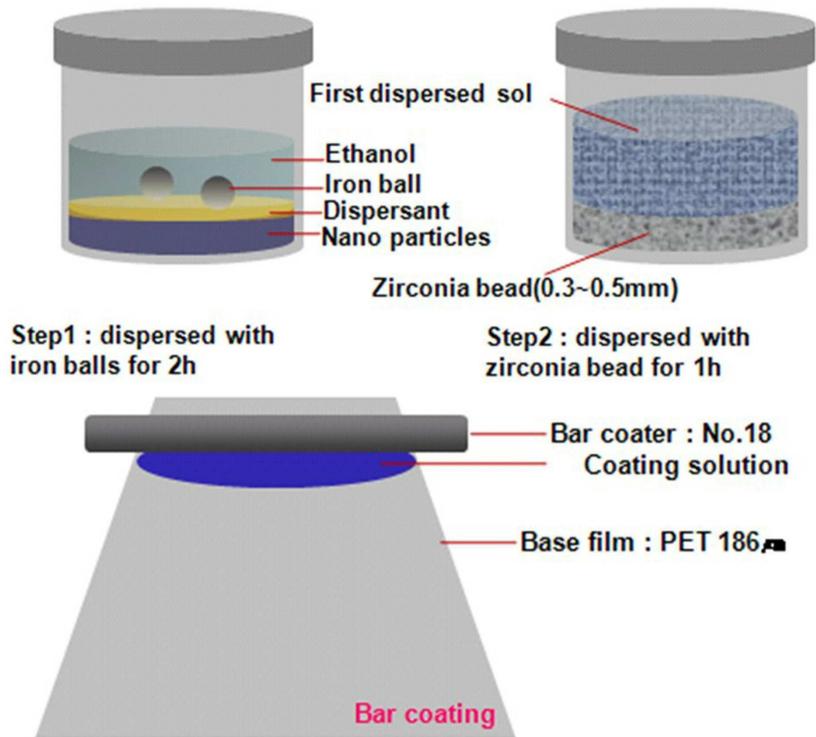
도면3



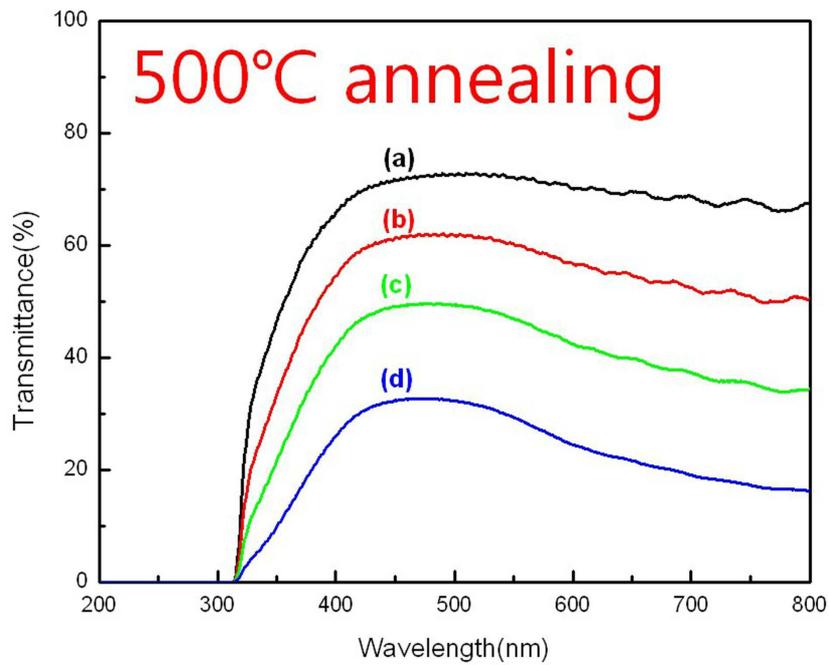
도면4



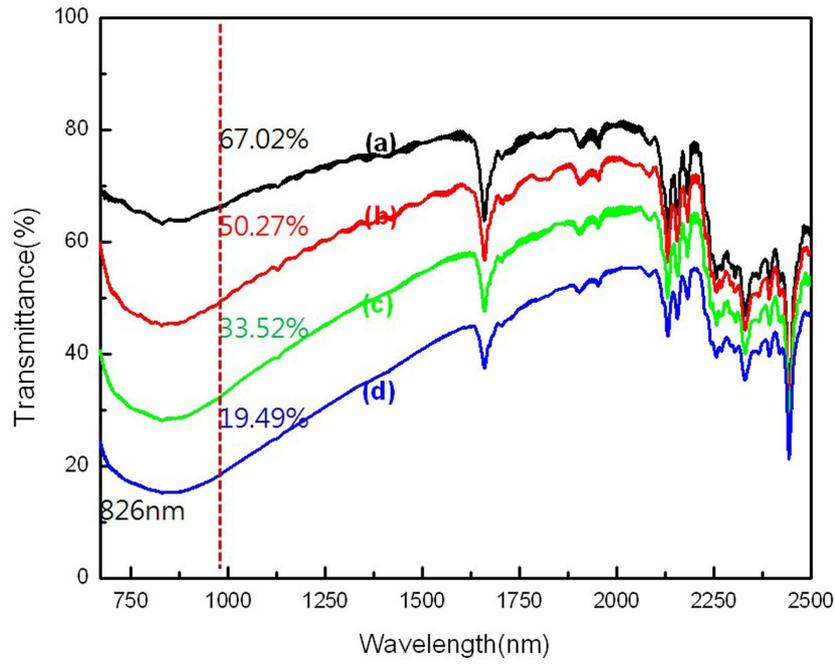
도면5



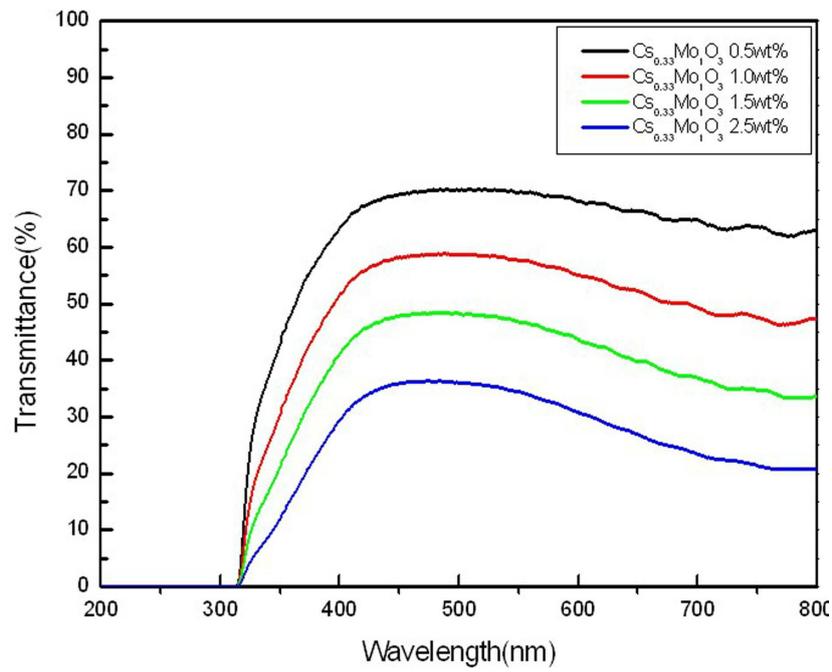
도면6



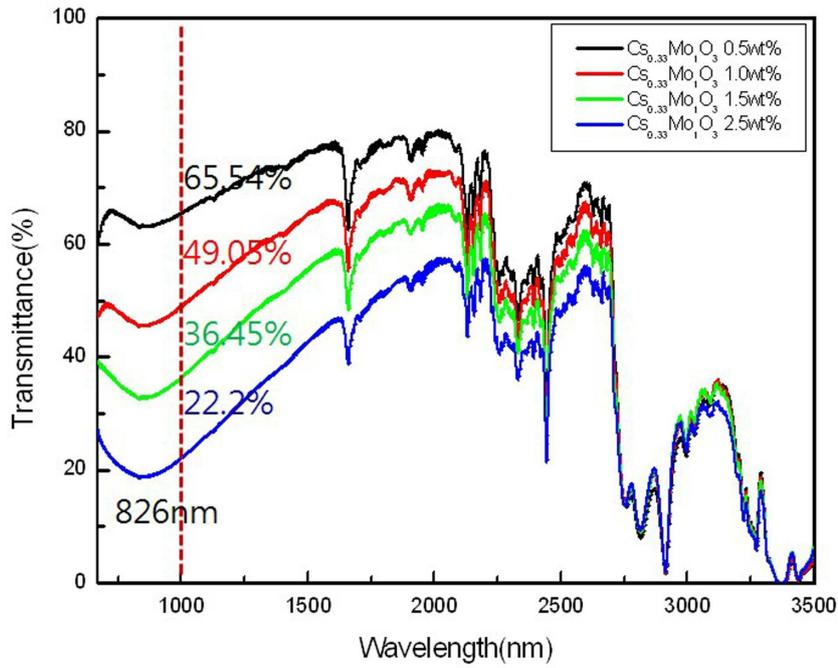
도면7



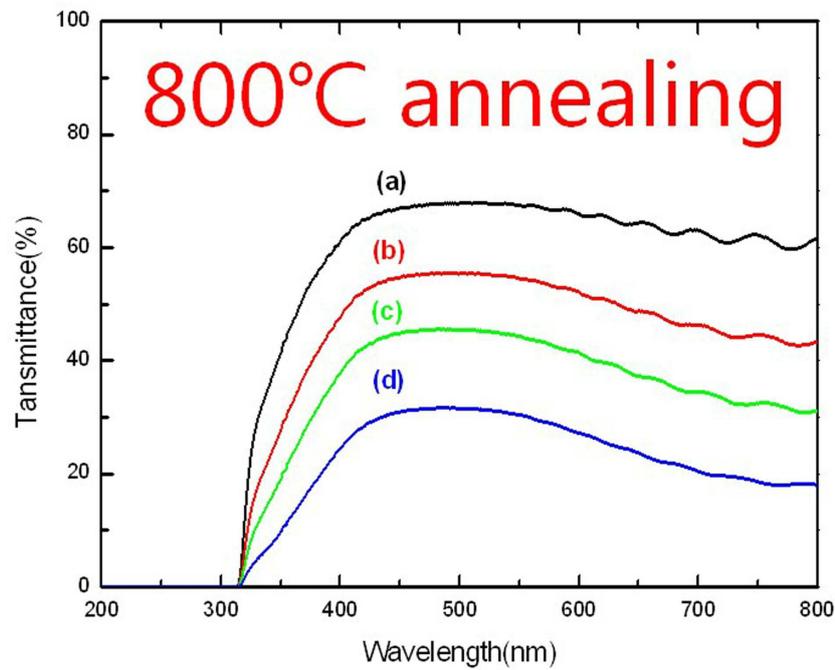
도면8



도면9



도면10



도면11

