(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2012-0060476
(43) 공개일자 2012년06월12일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
B82B 3/00 (2006.01) *B01J 19/10* (2006.01)
(21) 출원번호 10-2010-0121998
(22) 출원일자 2010년12월02일
심사청구일자 2010년12월02일

(71) 출원인
한국기술교육대학교 산학협력단
충청남도 천안시 동남구 병천면 충절로 1600 (한국기술교육대학교)
(72) 발명자
이규만
경기도 성남시 분당구 중앙공원로 20, 410동 204호 (서현동, 현대아파트)
박한터
충청남도 천안시 동남구 일봉로 34, 두레현대아파트 105동 103호 (신방동)
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
박용순, 김희곤, 김인한

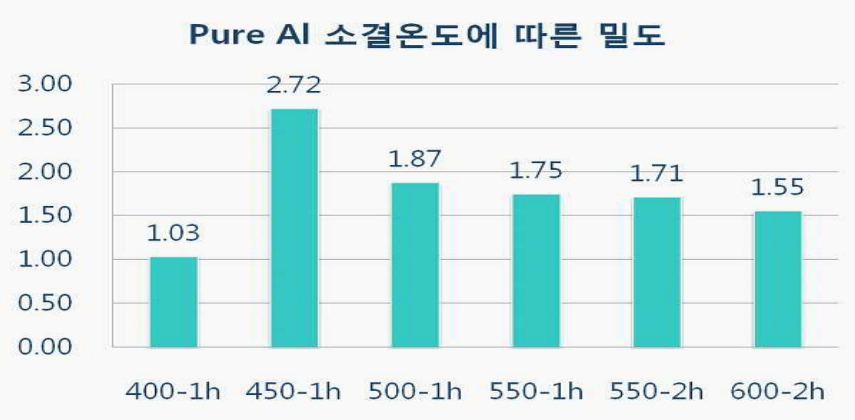
전체 청구항 수 : 총 2 항

(54) 발명의 명칭 **나노 복합체의 제조방법**

(57) 요 약

본 발명은 나노 복합체의 제조방법에 관한 것으로, 보다 상세하게는 H_2SO_4 65 ~ 75 중량%와 HNO_3 25 ~ 35 중량%를 함유한 혼합용액 제조 단계, 상기 혼합용액 100 중량부에 CNT 0.01 ~ 2 중량부를 혼합하는 단계, 상기 혼합 단계 후 22 ~ 26 시간 초음파 처리하여 분산시키는 단계, 증류수에 희석시키는 단계, 분산된 CNT를 필터지에 필터링 하는 단계, 필터지를 에탄올에 넣고 1 ~ 3 시간 초음파 처리하는 단계, 필터지를 제거한 에탄올 용액에 $Cu(C_2H_3O_2)_2?H_2O$를 첨가한 후 초음파 처리하는 단계, 98 ~ 100 ℃ 하에서 교반하는 단계 및 380 ~ 420 ℃ 하에서 1 ~ 3 시간 동안 환원 시킨 후 5 ~ 7 시간 동안 로냉하는 단계를 포함하는 것으로, 본 발명에 따르면, 기존의 알루미늄과 CNT/Cu 나노 복합체 액상 내 비중차이로 인한 응집 발생을 억제하고 방열 특성이 우수한 나노 복합체를 제공하는 효과가 있다.

대 표 도 - 도1



(72) 발명자

정한욱

경상남도 함안군 칠원면 원서로 89-21, 동성아파트 106동 1501호

김현아

전라남도 광양시 광양읍 예구길 86, 창덕 207-1701 (에버빌)

박다솔

경기도 수원시 영통구 매여울로 3 (매탄동)

특허청구의 범위

청구항 1

H_2SO_4 65 ~ 75 중량%와 HNO_3 25 ~ 35 중량%를 함유한 혼합용액 제조 단계;

상기 혼합용액 100 중량부에 CNT 0.01 ~ 2 중량부를 혼합하는 단계;

상기 혼합 단계 후 22 ~ 26 시간 초음파 처리하여 분산시키는 단계;

증류수에 희석시키는 단계;

분산된 CNT를 필터지에 필터링 하는 단계;

필터지를 에탄올에 넣고 1 ~ 3 시간 초음파 처리하는 단계;

필터지를 제거한 에탄올 용액에 $Cu(C_2H_3O_2)_2?H_2O$를 첨가한 후 초음파 처리하는 단계;

98 ~ 100 ℃ 하에서 교반하는 단계; 및

380 ~ 420 ℃ 하에서 1 ~ 3 시간 동안 환원 시킨 후 5 ~ 7 시간 동안 로냉하는 단계를 포함하여 이루어지는 것을 특징으로 하는 나노 복합체의 제조 방법.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

상기 필터지의 기공은 90 ~ 120 nm인 것을 특징으로 하는 나노 복합체의 제조 방법.

명 세 서

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 나노 복합체의 제조방법에 관한 것으로, 보다 상세하게는 기존의 알루미늄과 CNT/Cu 나노 복합체 액상 내 비중차이로 인한 응집 발생을 억제하고 방열 특성이 우수한 나노 복합체에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 현재 LCD, PDP, 고출력 LED 등 다양한 디스플레이들이 개발되고 있다. 그러나 이러한 디스플레이들의 문제점 중의 하나가 많은 열을 발생하고 있으며, 이렇게 발생된 열이 디스플레이의 효율성을 저하시키는 문제점이 있다. 그리하여 현재 방열 처리를 위해 구리만을 사용하고 있으나 비용이 많은 발생하는 문제점이 있기 때문에 전기적, 열적, 기계적 성능이 우수한 새로운 소재의 개발이 절실하다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0003] 상기와 같은 종래기술의 문제점을 해결하고자, 본 발명은 기존의 알루미늄과 CNT/Cu 나노 복합체 액상 내 비중차이로 인한 응집 발생을 억제하고 방열 특성이 우수한 나노 복합체를 제공하는 것을 목적으로 한다.

[0004] 본 발명의 상기 목적 및 기타 목적들은 하기 설명된 본 발명에 의하여 모두 달성될 수 있다.

과제의 해결 수단

[0005] 상기의 목적을 달성하기 위하여, 본 발명은 H_2SO_4 65 ~ 75 중량%와 HNO_3 25 ~ 35 중량%를 함유한 혼합용액 제조 단계, 상기 혼합용액 100 중량부에 CNT 0.01 ~ 2 중량부를 혼합하는 단계, 상기 혼합 단계 후 22 ~ 26 시간 초음파 처리하여 분산시키는 단계, 증류수에 희석시키는 단계, 분산된 CNT를 필터지에 필터링 하는 단계, 필터지를 에탄올에 넣고 1 ~ 3 시간 초음파 처리하는 단계, 필터지를 제거한 에탄올 용액에 $Cu(C_2H_3O_2)_2?H_2O$를 첨가한 후 초음파 처리하는 단계, 98 ~ 100 ℃ 하에서 교반하는 단계 및 380 ~ 420 ℃ 하에서 1 ~ 3 시간 동안 환원 시킨 후 5 ~ 7 시간 동안 로냉하는 단계를 포함하여 이루어지는 것을 특징으로 하는 나노 복합체의 제조방법을 제공한다.

발명의 효과

[0006] 상기에서 살펴본 바와 같이, 본 발명에 따르면 기존의 알루미늄과 CNT/Cu 나노 복합체 액상 내 비중차이로 인한 응집 발생을 억제하고 방열 특성이 우수한 나노 복합체를 제공하는 효과가 있다.

도면의 간단한 설명

[0007] 도 1 은 본 발명의 시험예에 나타낸 소결 후 측정한 밀도를 나타낸 것이다.

도 2 는 실시예 1의 나노 복합체를 나타낸 것이다.

도 3 은 비교예 1의 알루미늄을 나타낸 것이다.

도 4 는 비교예 2의 나노 복합체를 나타낸 것이다.

도 5 는 비교예 3의 나노 복합체를 나타낸 것이다.

도 6 은 CNT/Cu 복합체와 알루미늄 파우더 볼밀 후 밀도를 나타낸 것이다.

도 7 은 실시예 1의 EDS 측정결과를 나타낸 것이다.

도 8 은 비교예 2-1의 EDS 측정결과를 나타낸 것이다.

도 9 는 비교예 3-1의 EDS 측정결과를 나타낸 것이다.

도 10 은 비교예 3-2의 EDS 측정결과를 나타낸 것이다.

도 11 은 비교예 3-3의 EDS 측정결과를 나타낸 것이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0008] 본 발명은 H_2SO_4 65 ~ 75 중량%와 HNO_3 25 ~ 35 중량%를 함유한 혼합용액 제조 단계, 상기 혼합용액 100 중량부에 CNT 0.01 ~ 2 중량부를 혼합하는 단계, 상기 혼합 단계 후 22 ~ 26 시간 초음파 처리하여 분산시키는 단계, 증류수에 희석시키는 단계, 분산된 CNT를 필터지에 필터링 하는 단계, 필터지를 에탄올에 넣고 1 ~ 3 시간 초음파 처리하는 단계, 필터지를 제거한 에탄올 용액에 $Cu(C_2H_3O_2)_2?H_2O$를 첨가한 후 초음파 처리하는 단계, 98 ~ 100 ℃ 하에서 교반하는 단계, 380 ~ 420 ℃ 하에서 1 ~ 3 시간 동안 환원 시킨 후 5 ~ 7 시간 동안 로냉하는 단계, 로냉 후 펠렛으로 제조하는 단계 및 제조 된 펠렛을 알루미늄 용탕에 넣어 혼합하는 단계를 포함하여 이루어지는 것을 특징으로 하는 나노 복합체의 제조방법에 관한 것이다.

[0009] 이하 본 발명을 상세하게 설명한다.

[0010] 본 발명의 H_2SO_4 65 ~ 75 중량%와 HNO_3 25 ~ 35 중량%를 함유한 혼합용액 제조 단계에서 상기 범위 내에서는 CNT의 산처리 효과가 우수하다. 혼합용액의 제조방법은 당 분야에서 사용하는 통상의 방법에 의한다.

[0011] 본 발명의 CNT는 탄소나노튜브(이하 CNT라 한다)이다. CNT는 당 분야에서 사용하는 것으로 특별히 한정하지 않으나 구체적인 일예로 MWNT(Multi wall nanotube), TWNT(Thin wall nanotube) 및 SWNT(Single wall

nanotube) 등으로 이루어진 군으로부터 선택된 1 종 이상을 사용한다.

[0012] 본 발명의 혼합용액 100 중량부에 CNT 0.01 ~ 2 중량부를 혼합하는 단계에서, 상기 범위 내에서는 CNT의 산처리 효과가 우수하다.

[0013] 본 발명의 상기 혼합 단계 후 22 ~ 26 시간 초음파 처리하여 분산시키는 단계에서 초음파 처리는 당 분야에서 사용하는 방법으로 특별히 한정하지 않는다. 상기 초음파 시간 범위 내에서는 분산 효과가 우수하다.

[0014] 본 발명의 증류수에 희석시키는 단계는 상기 분산 단계 후의 분산된 CNT가 들어있는 혼합용액을 증류수에 희석시키는 것으로, 희석방법은 당 분야에서 사용하는 방법으로 특별히 한정하지 않는다.

[0015] 본 발명의 분산된 CNT를 필터지에 필터링하는 단계는, 희석된 용액안에 분산된 CNT를 필터링 하는 것으로, 상기 필터지의 기공은 90 ~ 120 nm 인 것을 사용하는 것이 필터링에 효과적이다. 상기 필터링은 당 분야에서 사용하는 방법으로 특별히 한정하지 않는다.

[0016] 본 발명의 필터지를 에탄올에 넣고 1 ~ 3 시간 초음파 처리하는 단계에서, 상기 시간 내에서 초음파 처리하면 본 발명에서 구현하고자 하는 나노 복합체의 생성이 우수하다. 상기 초음파 처리는 당 분야에서 사용하는 통상의 방법에 의한다.

[0017] 본 발명의 필터지를 제거한 에탄올 용액에 $Cu(C_2H_3O_2)_2?H_2O$를 첨가한 후 초음파 처리하는 단계에서, 필터지를 제거하는 방법은 당 분야에서 사용하는 통상의 방법에 의하며, 상기 필터지를 제거한 에탄올 용액에 $Cu(C_2H_3O_2)_2?H_2O$를 첨가 시 구체적으로 에탄올 용액 100 중량부에 대하여 $Cu(C_2H_3O_2)_2?H_2O$ 0.001 ~ 10 중량부를 첨가하며, 이 범위 내에서는 본 발명에서 구현하고자 하는 나노 복합체의 생성이 우수하다. 또한 초음파 시간은 1 ~ 3 시간 하는데 이 범위 내에서는 본 발명에서 구현하고자 하는 나노 복합체의 생성이 우수하다.

[0018] 본 발명의 98 ~ 100 ℃ 하에서 교반하는 단계에서는 에탄올을 제거하기 위함이며, 이 범위 내에서는 에탄올 제거가 용이하다.

[0019] 본 발명의 380 ~ 420 ℃ 하에서 1 ~ 3 시간 동안 환원 시킨 후 5 ~ 7 시간 동안 로냉하는 단계는, 환원로에서 아르곤 96 부피%와 수소 4 부피% 분위기 하에서 진행되며, 상기 온도와 상기 시간 범위 내에서는 환원이 원활하다.

[0020] 상기의 단계를 거친 후 펠렛으로 제조한 후 제조된 펠렛을 알루미늄 용탕에 넣어 혼합하여 방열재료로 만들 수 있다. 상기 펠렛으로 제조하는 방법과 펠렛을 알루미늄 용탕에 넣어 혼합하는 방법은 당 분야에서 사용하는 통상의 방법에 의한다.

[0021] 이하 본 발명을 실시예에 따라 더욱 상세하게 설명하면 다음과 같으나, 본 발명이 이에 한정되는 것은 아니다. 또한, 이하의 실시예에서는 본 발명에 따른 나노 복합체의 제조방법을 구성하는 각 단계 중 지극히 일 예들만 나타냈다 하더라도, 그 나타나는 효과는 유사한 것임은 당업자에게 자명하다.

[0022] 실시예

[0023] 1) CNT/Cu 나노 복합체의 제작

[0024] H_2SO_4 75 중량%와 HNO_3 25 중량%를 함유한 혼합용액 제조한 후 혼합용액에 CNT 0.02 g을 첨가하고 24 시간 동안 초음파 처리하여 분산시킨다. 분산된 CNT가 들어있는 혼합용액을 증류수 200 ml의 희석시킨 후 희석된 용액안의 분산된 CNT를 기공크기 100 nm인 필터지에 필터링 시킨다. 필터링 후 필터지를 에탄올 500 ml에 넣고 2시간 동안 초음파 처리 후 필터지를 제거한 용액에 초산구리($Cu(C_2H_3O_2)_2?H_2O$)를 3 g 첨가 후 2시간 동안 초음파 처리 하였으며, 그 후 에탄올을 제거하기 위해 약 100 ℃에서 교반 한다. 그리고 환원로에서 아르곤 96 부피%와 수소 4 부피% 분위기 하에서 400 ℃ 하에서 2 시간 동안 환원 시킨 후 6 시간 동안 로냉시킨다.

[0025] 2) CNT/Cu-알루미늄 나노 복합체 시편제작

[0026] CNT/Cu 나노 복합체의 형성 후 펠렛크기로 만든 후 알루미늄 용탕에 넣고 혼합한다.

[0027] 비교예 1

[0028] 알루미늄 분말

[0029] 비교예 2

[0030] 산처리와 초음파 처리를 하지 않은 것을 제외하고 상기 실시예 1 과 동일하게 실시하였다.

[0031] 비교예 3

[0032] 초음파 처리를 하지 않은 것을 제외하고 상기 실시예 1 과 동일하게 실시하였다.

[0033] 시험예

[0034] 상기에서 볼밀한 나노 복합체를 프레스기로 성형한 후 CIP 공정을 거쳐 아래 표 1 과 같은 조건으로 소결한 후 밀도를 측정(아르키메데스 밀도 측정법에 의함), 열분석은 열분석기(LFA-447 Nono Flash-네취 코리아 社), Fe-SEM/EDS 분석은 JSM-7500F(JEOL社)에 의하여 측정하였다. 측정한 값은 하기 도 1 ~ 11 에 나타내었다.

표 1

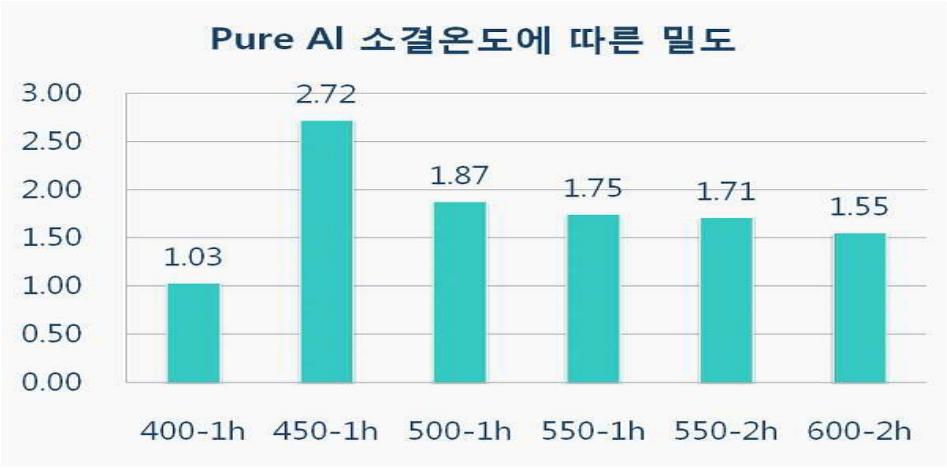
[0035]

온도(℃)	유지시간
400	1시간
450	
500	
550	
550	2시간
600	

[0036] 아래 도 1 ~ 11 에서 살펴본 바와 같이 본 발명의 나노 복합체는 열전도도 향상으로 방열판 등의 열방출 효율이 용이해지고 고효율 방열리 필요한 분야에 까지 확대 적용이 가능하다.

도면

도면1



도면2



도면3



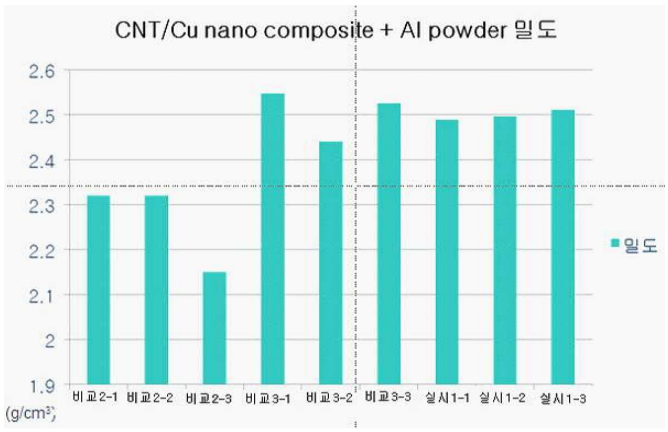
도면4



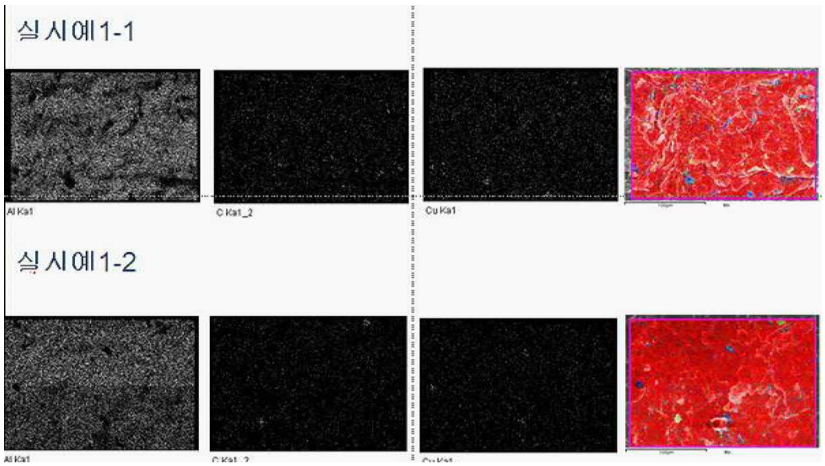
도면5


5-①
5-②
5-③

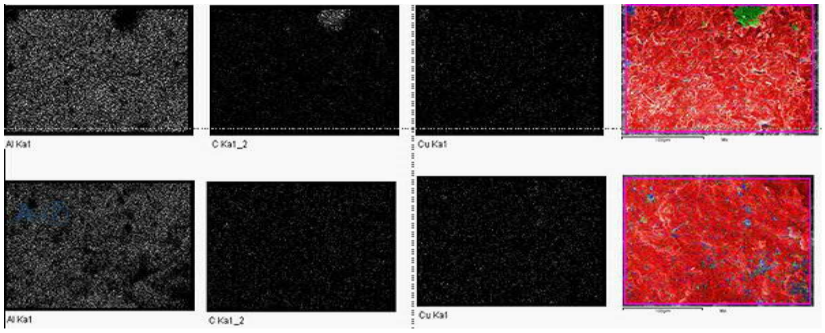
도면6


CNT/Cu nano composite + Al powder 밀도
2.6
2.5
2.4
2.3
2.2
2.1
2
1.9
(g/cm³)
비교2-1
비교2-2
비교2-3
비교3-1
비교3-2
비교3-3
실시1-1
실시1-2
실시1-3
밀도

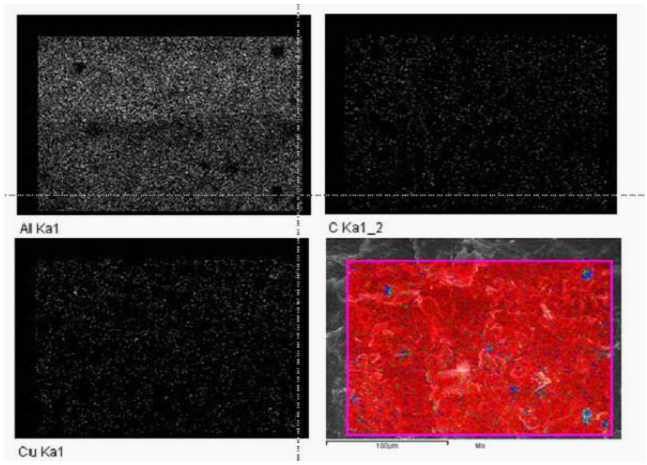
도면7


실시예1-1
실시예1-2

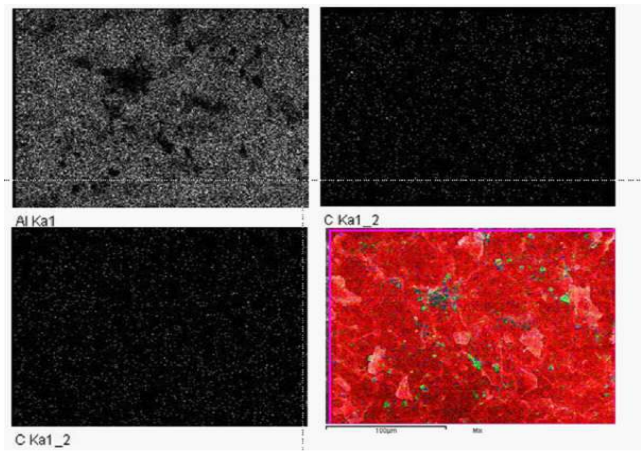
도면8


Al Ka1
C Ka1_2
Cu Ka1
Al Ka1
C Ka1_2
Cu Ka1

도면9


Al Ka1
C Ka1_2
Cu Ka1

도면10


Al Ka1
C Ka1_2
C Ka1_2

도면11

