(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2018-0072015
(43) 공개일자 2018년06월29일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C08K 3/22 (2006.01) *C08K 3/38* (2006.01)
C08K 9/02 (2006.01) *C08L 101/12* (2006.01)
(52) CPC특허분류
C08K 3/22 (2013.01)
C08K 3/38 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2016-0174425
(22) 출원일자 2016년12월20일
심사청구일자 2016년12월20일

(71) 출원인
한국기계연구원
대전광역시 유성구 가정북로 156 (장동)
(72) 발명자
김영국
경상남도 창원시 마산회원구 양덕서로 30 (양덕동, 메트로시티) 114동 3404호
이정구
부산광역시 동래구 쇠미로 72, 105 동 902호 (사직동, 사직삼환나우빌)
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
이원희

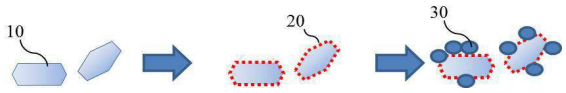
전체 청구항 수 : 총 10 항

(54) 발명의 명칭 **열전도성 고분자 복합체 및 이의 제조방법**

(57) 요 약

본 발명은 열전도성 고분자 복합체 및 이의 제조방법에 관한 것으로, 상세하게는 알루미나 입자; 쌍극자 능률을 갖는 입자를 포함하는 세라믹 입자; 및 유기 매트릭스;를 포함하는 열전도성 고분자 복합체 및 이의 제조방법에 관한 것이다.

대 표 도 - 도1



(52) CPC특허분류
C08K 9/02 (2013.01)
C08L 101/12 (2013.01)
C08K 2003/2227 (2013.01)
C08K 2003/385 (2013.01)
C08K 2201/001 (2013.01)
(72) 발명자
김동수
경상남도 김해시 반룡로 11. 804동 403호(대청동, 갑오마을8단지 푸르지오아파트)
정재용
경상남도 김해시 계동로 86 502동 301호(대청동, 갑오마을부영아파트)
백연경
경상남도 창원시 성산구 가음정동 재료연구소 아파트

이 발명을 지원한 국가연구개발사업
과제고유번호 PNK4672
부처명 미래창조과학부
연구관리전문기관 국가과학기술연구회
연구사업명 주요사업
연구과제명 고연성 고열전도 유무기 복합 열계면소재 기술(2/3)
기 여 율 80/100
주관기관 재료연구소
연구기간 2016.01.01 ~ 2016.12.31
이 발명을 지원한 국가연구개발사업
과제고유번호 PGM7510
부처명 산업통상자원부
연구관리전문기관 한국산업기술평가관리원
연구사업명 전략적핵심소재기술개발사업
연구과제명 고출력 LED패키지용 고내열성 색변환 세라믹 복합 소재(1/5)
기 여 율 20/100
주관기관 재료연구소
연구기간 2013.11.01 ~ 2014.10.31

명 세 서

청구범위

청구항 1

알루미나 입자;

쌍극자 능률을 갖는 입자를 포함하는 세라믹 입자; 및

유기 매트릭스;를 포함하는 열전도성 고분자 복합체.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 쌍극자 능률을 갖는 입자는

SiO_2, Fe_2O_3 및 Fe_3O_4 중 적어도 하나인 것을 특징으로 하는 고분자 복합체.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 세라믹 입자는 질화 붕소를 포함하는 것을 특징으로 하는 고분자 복합체.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 세라믹 입자는 판상인 것을 특징으로 하는 고분자 복합체.

청구항 5

제1항의 고분자 복합체를 포함하는 방열 시트

청구항 6

쌍극자 능률을 갖는 입자를 포함하는 세라믹 분말, 알루미나 분말 및 유기 매트릭스를 혼합하여 혼합물을 형성하는 단계;

상기 혼합물을 성형하는 단계; 및

상기 성형한 혼합물을 경화시켜 고분자 복합체를 형성하는 단계;를 포함하는 고분자 복합체의 제조방법.

청구항 7

제6항에 있어서,

상기 쌍극자 능률을 갖는 입자를 포함하는 세라믹 분말은 세라믹 분말을 표면 처리하여 쌍극자 능률을 갖는 입자를 상기 세라믹 분말의 표면에 도포한 세라믹 분말인 것을 특징으로 하는 고분자 복합체의 제조방법.

청구항 8

제6항에 있어서,

상기 고분자 복합체의 제조방법은,

상기 혼합물을 형성하는 단계 이전에, 세라믹 분말을 표면 처리하여 쌍극자 능률을 갖는 입자를 상기 세라믹 분말의 표면에 도포하여 상기 쌍극자 능률을 갖는 입자를 포함하는 세라믹 분말을 형성하는 단계;를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 고분자 복합체의 제조방법.

청구항 9

제6항에 있어서,

상기 혼합물을 형성하는 단계에서, 상기 세라믹 분말은 상기 혼합물 전체 부피 대비 6 내지 12 부피% 포함되는 것을 특징으로 하는 고분자 복합체의 제조방법.

청구항 10

제6항에 있어서,

상기 혼합물을 형성하는 단계에서, 상기 쌍극자 능률을 갖는 입자는

상기 세라믹 분말 전체 부피 대비 0.5 내지 2 무게% 함유되어 있는 것을 특징으로 하는 열전도성 고분자 복합체의 제조방법.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 열전도성 고분자 복합체 및 이의 제조방법에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0003] 최근, 각종 전자기기 등에 사용되고 있는 IC 등의 전자부품은 그 집적도가 향상되고 있다. 또한, 전자기기 등의 소형화의 요구에 대응하기 위해서, IC 등의 전자부품을 작은 스페이스에 고밀도로 배치함으로써 케이스 내에서의 발열에 대한 방열대책이 큰 문제가 되고 있다. 즉, IC 등의 전자부품은 온도가 상승하면 전자부품의 특성이 변동하여 기기의 오작동의 원인이 되거나 전자부품 자체가 고장난다.

[0004] 한편으로, 고속화가 진행되는 CPU를 비롯한 반도체 디바이스 등으로부터 발생하는 발열량이 증가하는 것에 대하여, 각종 전자기기 등은 그 장치의 소형 경량화 및 박형화가 진행되고 있다. 그 때문에, 그 성능 및 기능을 유지하기 위해서는 발생한 열을 충분히 제거할 필요가 있고, 효율이 좋은 방열 시스템이 요구되고 있다.

[0005] 전기·전자기기의 발열부에서 방열 부재로 열을 전달시키는 열전도성 수지층에는 고열전도성, 절연성, 접착성의 요구로부터 열경화성 수지에 무기 충전재를 첨가한 열전도성 수지 조성물이 사용되고 있다.

[0006] 이와 관련된 종래의 기술로, 일본특허공개 제2001-196495호 공보에서는 파워 모듈에 있어서는 전력 반도체 소자를 탑재한 리드 프레임의 이면과 방열부가 되는 금속판 사이에 설치하는 열전도성 수지층으로서 무기 충전재를 함유한 열경화성 수지 시트나 도포막을 사용하는 기술을 개시한 바 있다.

[0008] 또한, CPU 등의 발열성 전자부품과 방열판 사이에 개재시키는 열전도성 수지층으로서 고열전도성의 무기 분체를 충전한 열경화성 수지 시트를 개시한 바 있다.

[0009] 일본특허공개 제2003-253136호 공보에서는 무기 분체로서 구상 알루미나 입자를 사용하여 열전도성을 향상시킨 열경화성 수지 시트를 개시한 바 있다.

[0010] 하지만, 상기 알루미나 입자를 과량 사용하는 경우, 전자부품의 중량이 증가하여 경량화하기 어려운 문제가 발생될 수 있다.

선행기술문헌

특허문헌

[0012] (특허문헌 0001) 일본특허공개 제2001-196495호

(특허문헌 0002) 일본특허공개 제2003-253136호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0013] 본 발명의 목적은 열전도성 고분자 복합체 및 이의 제조방법을 제공하는 데 있다.

과제의 해결 수단

[0015] 상기 목적을 달성하기 위하여,

[0016] 본 발명은

[0017] 알루미나 입자;

[0018] 쌍극자 능률을 갖는 입자를 포함하는 세라믹 입자; 및

[0019] 유기 매트릭스;를 포함하는 열전도성 고분자 복합체를 제공한다.

[0021] 또한, 본 발명은

[0022] 쌍극자 능률을 갖는 입자를 포함하는 세라믹 분말, 알루미나 분말 및 유기 매트릭스를 혼합하여 혼합물을 형성하는 단계;

[0023] 상기 혼합물을 성형하는 단계; 및

[0024] 상기 성형한 혼합물을 경화시켜 고분자 복합체를 형성하는 단계;를 포함하는 열전도성 고분자 복합체의 제조방법을 제공한다.

발명의 효과

[0026] 본 발명의 일 실시예에 따르는 열전도성 고분자 복합체는 열전도성 입자의 연결성을 증가되어 현저히 우수한 열전도성을 가지며, 종래의 알루미나를 포함하는 고분자 복합체보다 중량이 작아, 경량화 및 고열전도성이 요구되는 전자부품의 방열시트에 적용될 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0028] 도 1은 본 발명의 실시예에 따라 제조되는 쌍극자 능률을 갖는 입자를 포함하는 세라믹 입자의 제조과정을 나타낸 모식도이고,

도 2의 (a)는 본 발명의 실시예 1에 따라 제조된 쌍극자 능률을 갖는 입자를 포함하는 세라믹 입자를 주사전자현미경(SEM)으로 관찰한 사진이고,(b)는 상기(a)의 직사각형 부분을 고배율로 관찰한 사진이고,

도 3은 본 발명의 실시예 1에 따라 제조된 고분자 복합체를 평광 현미경으로 관찰한 사진으로, (a)는 편광판을 서로 평행하게 놓은 후 관찰한 사진이고, (b)는 평광판을 서로 수직하게 놓은 후 관찰한 사진이고,

도 4는 본 발명의 실시예 1에 따라 제조된 고분자 복합체를 광학 현미경으로 관찰한 사진이고,

도 5는 본 발명의 실시예 1에 따라 제조된 고분자 복합체의 매트릭스 부분을 라만분광기로 분석한 결과를 나타낸 그래프이고,

도 6은 라만 분광기를 잉ㅇ하여 도 4의 사진의 점선 부분에서의 질화붕소의 분포를 나타낸 분포도이고,

도 7은 도 6에서의 질화붕소의 분포를 나타낸 모식도이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0029] 본 발명의 실시예는

[0030] 알루미나 입자;

[0031] 쌍극자 능률을 갖는 입자를 포함하는 세라믹 입자; 및

[0032] 유기 매트릭스;를 포함하는 열전도성 고분자 복합체를 제공한다.

[0034] 이하, 본 발명의 실시예에 따른 열전도성 고분자 복합체에 대하여 상세히 설명한다.

[0035] 본 발명의 실시예에 따른 열전도성 고분자 복합체는 전자부품에서 발생하는 열을 방출시키기 위한 방열시트 또는 열전도성 필름으로 사용하기 위한 소재일 수 있으나 이에 제한된 것은 아니다.

[0037] 본 발명의 실시예에 따른 열전도성 고분자 복합체는 열전도성을 현저히 향상시킨 고분자 복합체이다.

[0038]

[0039] 본 발명의 실시예에 따른 열전도성 고분자 복합체는 알루미나 입자를 포함한다.

[0040] 상기 알루미나 입자는 열전도성이 높은 무기 입자로, 이를 통해 고분자 복합체의 열 전도성이 향상된다.

[0042] 상기 알루미나 입자는 구형의 입자일 수 있으나 이에 제한된 것은 아니다.

[0044] 상기 알루미나 입자는 5 내지 60㎛의 지름을 갖는 것이 바람직하고, 10 내지 50㎛의 지름을 갖는 것이 더욱 바람직하고, 20 내지 50㎛의 지름을 갖는 것이 더욱 바람직하고, 30 내지 50㎛의 지름을 갖는 것이 더욱 바람직하고, 40 내지 50㎛의 지름을 갖는 것이 더욱 바람직하다.

[0045] 상기 알루미나 입자의 지름이 5㎛ 미만일 경우, 상기 세라믹 입자와 균일하게 혼합되지 않고 각각이 응집되는 문제가 발생 될 수 있고, 상기 알루미나 입자의 지름이 60㎛를 초과할 경우, 고분자 복합체의 무게를 증가시키는 문제가 발생될 수 있다.

[0047] 또한, 상기 알루미나 입자의 함량은 고분자 복합체 전체 총 부피 대비 50 내지 80부피%인 것이 바람직하며, 60 내지 70부피%인 것이 보다 바람직하다.

[0050] 본 발명의 실시예에 따른 열전도성 고분자 복합체는 쌍극자 능률을 갖는 입자를 포함하는 세라믹 입자를 포함한다.

[0052] 상기 세라믹 입자는 본 발명의 실시예에 따르는 고분자 복합체에 열전도성을 향상시킨다.

[0053] 또한, 상기 세라믹 입자는 상기 알루미나 입자보다 중량이 작은 물질인 것이 바람직하다. 이에, 열전도성 향상시키기 위해 무기 입자로 알루미나 및 상기 세라믹 입자를 포함하는 열전도성 고분자 복합체는 무기 입자로 알루미나만 포함하는 고분자 복합체보다 중량이 작을 수 있다.

[0054] 이에, 본 발명의 실시예에 따르는 고분자 복합체를 종래의 방열시트 또는 열전도성 필름에 적용할 경우, 우수한 열전도성을 갖는 동시에 경량화를 도모할 수 있다.

[0056] 상기 세라믹 입자는 예를 들어, 쌍극자 능률을 갖는 입자를 포함하는 질화붕소일 수 있으나 이에 제한된 것은 아니다.

[0057] 상기 질화붕소는 서로 가까운 원자량 및 크기를 가지는 원소(질소 및 붕

[0058] 소)로 구성되어 있기 때문에, 열에너지의 캐리어인 포논의 혼란이 적어 현저히 높은 열전도성을 나타내는 동시에 알루미나보다 낮은 중량을 갖는다.

[0059] 따라서, 본 발명의 실시예에 따르는 고분자 복합체가 쌍극자 능률을 갖는 입자를 포함하는 질화붕소를 포함함으로써, 열전도성을 향상시키는 동시에 경량화를 도모할 수 있다.

[0061] 한편, 질화붕소는 고가이기 때문에, 열전도성을 향상시키기 위해 많은 양을 포함시킬 경우, 소재 단가가 높아져 산업상으로 이용하기 어려울 수 있다.

[0062] 반면, 본 발명의 실시예에 따르는 열전도성 고분자 복합체는 상기 쌍극자 능률을 갖는 입자를 포함하는 질화붕소를 포함하며, 상기 쌍극자 능률을 갖는 입자가 질화붕소의 연결성을 향상시기 때문에, 보다 적은 양의 질화붕소를 사용하더라도 높은 열전도성을 가질 수 있다.

[0064] 상기 세라믹 입자는 판상의 형태를 갖는 것이 바람직하나 이에 제한된 것은 아니다.

[0065] 종래의 경우, 판상의 세라믹 입자를 포함하는 방열시트의 경우, 방열시트의 두께방향으로 상기 세라믹 입자를 수직 배향시키기 어려워 두께방향으로 열전도 특성을 높이기 어려운 문제가 있었다.

[0066] 반면, 본 발명의 실시예에 따르는 고분자 복합체는 상기 쌍극자 능률을 갖는 입자에 의해 상기 고분자 복합체의 두께방향으로 상기 세라믹 입자가 수직 배향되어, 두께방향으로의 열전도 특성이 현저히 높을 수 있다.

[0068] 상기 쌍극자 능률을 갖는 입자는 본 발명의 실시예에 따르는 고분자 복합체의 열전도성을 보다 향상시킨다.

[0069] 이때 상기 쌍극자 능률은 전기쌍극자 능률과 자기 쌍극자 능률이 있으며, 전자는 양전하와 음전하로 이루어진 쌍에서 극성의 정도를 말하며, 후자는 자기장에 반응하여 발생하는 회전력의 양을 의미한다.

[0070] 전기 또는 자기 쌍극자능률을 가지는 입자 간에는 쌍극자간 상호작용에 의한 인력이 발생하고 이에 따라 쌍극자 능률을 갖는 입자를 포함하는 물체의 경우 결합력이 발생하게 된다.

[0071] 본 발명의 실시예에 따르는 쌍극자 능률을 갖는 입자는 0보다 큰 쌍극자 능률, 즉, 양의 쌍극자 능률을 갖는 입자인 것이 바람직하다.

[0072] 상기 쌍극자 능률을 갖는 입자는 0.47 D 이상의 전기쌍극자 능률을 가질 수 있으며, 3.68 μ_B이상의 자기 쌍극자 능률을 가지는 것이 바람직하다.

[0073] 상기 쌍극자 능률을 갖는 입자는 SiO_2, ZnO, Fe_2O_3 및 Fe_3O_4 중 적어도 하나일 수 있으나, 이에 제한된 것은 아니

다.

[0075] 또한, 쌍극자 능률을 갖는 입자로, Na이온을 함유한 SiO_2가 사용될 수도 있다. 상기 Na이온을 함유한 SiO_2는 SiO_2 합성공정에서 Na silicate의 수화반응을 통해 합성하게 되는 데 이때 SiO_2 입자 표면 또는 내부에 Na이온이 포함된 SiO_2일 수 있다.

[0077] 쌍극자 능률을 가지는 상기 세라믹 입자는 질화 붕소와 결합되어 사용될 수 있으며, 이때 상기 세라믹 입자의 함량은 질화붕소 총 무게 대비 0.5 내지 2 무게%인 것이 바람직하다.

[0078] 이때, 상기 세라믹 입자의 함량이 0.5 무게% 미만인 경우, 상기 세라믹 입자의 함유에 따른 복합체의 열특성 향상 정도가 미미하고, 2 무게%를 초과하는 경우, 상기 세라믹 입자의 열전도성이 좋지 않기 때문에 오히려 복합체의 열전도성이 저하되는 문제가 발생될 수 있다.

[0080] 본 발명의 실시예에 따른 열전도성 고분자 복합체는 유기 매트릭스를 포함한다.

[0081] 상기 유기 매트릭스는 열경화성 수지, 열가소성 수지, 열가소성 엘라스토머 및 이들의 조합으로부터 선택되는 1종 이상일 수 있으나 이에 제한된 것은 아니다.

[0083] 상기 유기 매트릭스는 경화성 에폭시 수지일 수 있다.

[0084] 이때, 상기 경화성 에폭시 수지는 알루미늄 입자 또는 세라믹 입자의 분산성을 향상을 위해 상온에서 액상인 에폭시 수지나 상온에서 고체상인 저연화점 에폭시 수지일 수 있다.

[0085] 상기 경화성 에폭시 수지는 종래의 에폭시 수지로서 사용되고 있는 공지의 화합물로, 예를 들어, 비스페놀 A형 에폭시 수지, 비스페놀 F형 에폭시 수지, 폴리카르복실산의 글리시딜에테르, 시클로헥산 유도체의 에폭시화에 의해 얻어지는 에폭시 수지 및 이들의 조합으로부터 선택되는 1종 이상일 수 있으며, 그 중 내열성 및 작업성 등의 관점에서 상기 에폭시 수지는 비스페놀 A형 에폭시 수지, 비스페놀F형 에폭시 수지 또는 시클로헥산 유도체의 에폭시화에 의해 얻어지는 에폭시 수지인 것이 바람직하다.

[0087] 상기 유기 매트릭스는 에폭시 수지용 경화제일 수 있다.

[0088] 이때 상기 에폭시 수지용 경화제는 종래의 에폭시 수지의 경화제로서 사용되고 있는 에폭시 수지용 경화제일 수 있다. 상기 에폭시 수지용 경화제는 예를 들어, 아민계, 페놀계 또는 산무수물계일 수 있다. 이때, 상기 아민계 경화제는, 예를 들면 디시안디아미드나 m-페닐렌디아민, 4,4'-디아미노디페닐메탄, 4,4'-디아미노페닐술폰, m-크실릴렌디아민 및 이들의 조합으로부터 선택되는 1종 이상일 수 있고, 상기 페놀계 경화제는, 예를 들면 페놀노볼락 수지, 크레졸 노볼락 수지, 비스페놀A형 노볼락 수지, 트리아진변성 페놀노볼락 수지 및 이들의 조합으로부터 선택되는 1종 이상일 수 있으며, 상기 산무수물계 경화제는 예를 들면 메틸헥사히드로무수 프탈산 등의 지환식 산무수물, 무수 프탈산 등의 방향족 산무수물, 지방족 이염기 산무수물 등의 지방족 산무수물, 클로렌드 산무수물 등의 할로겐계 산무수물 및 이들의 조합으로부터 선택되는 1종 이상일 수 있다.

[0090] 상기 유기 매트릭스는 경화성 실리콘 수지일 수 있다.

[0091] 상기 경화성 실리콘 수지는 부가 반응형 실리콘 수지와 실리콘계 가교제의 혼합물일 수 있다. 이때, 상기 부가 반응형 실리콘 수지는, 예를 들면 분자 중에 관능기로서 알케닐기를 갖는 폴리오르가노실록산 중에서 선택된 적어도 1종을 들 수 있다. 상기 분자 중에 관능기로서 알케닐기를 갖는 폴리오르가노실록산의 바람직한 것으로 비닐기를 관능기로 하는 폴리메틸실록산, 헥세닐기를 관능기로 하는 폴리디메틸실록산 및 이들의 조합으로부터 선택되는 1종이상일 수 있으며, 상기 실리콘계 가교제는, 예를 들어, 디메틸하이드로겐실록산기 말단 봉쇄 디메틸실록산-메틸하이드로겐실록산 공중합체, 트리메틸실록산기 말단 봉쇄 디메틸실록산-메틸하이드로겐실록산 공중

합체, 트리메틸실록산기 말단봉쇄 폴리(메틸하이드로겐실록산), 폴리(하이드로겐실세스퀴옥산) 및 이들의 조합으로부터 선택되는 1종 이상일 수 있다.

[0093] 또한, 본 발명의 실시예는

[0094] 상기 고분자 복합체를 포함하는 방열 시트를 제공한다.

[0096] 상기 방열 시트는 알루미나 입자, 쌍극자 능률을 갖는 입자를 포함하는 세라믹 입자 및 유기 매트릭스를 포함하는 열전도성 고분자 복합체를 포함한다.

[0098] 상기 방열 시트는 알루미나 입자 및 쌍극자 능률을 갖는 입자를 포함하는 세라믹 입자에 의해 열전도성이 향상된 방열 시트이다.

[0100] 상기 방열 시트는 쌍극자 능률을 갖는 입자에 의해 세라믹 입자의 연결성이 향상되고, 두께방향으로의 열전 특성이 향상된 방열 시트이다.

[0102] 상기 방열 시트에서 알루미나 입자는 방열 시트 전체 부피 대비 50 내지 80 부피%인 것이 바람직하며, 60 내지 70부피%인 것이 보다 바람직하다. 또한, 쌍극자 능률을 가지는 상기 세라믹 입자는 질화 붕소와 결합되어 사용될 수 있으며, 이때 상기 세라믹 입자의 함량은 질화붕소 총 무게 대비 0.5 내지 2 무게%인 것이 바람직하나 이에 제한된 것은 아니다.

[0104] 상기 방열 시트는 예를 들어, PDMS 매트릭스에 알루미나, Fe_3O_4 입자가 표면에 도포된 질화붕소가 포함된 방열시트일 수 있다.

[0106] 또한 본 발명의 실시예는

[0107] 쌍극자 능률을 갖는 입자를 포함하는 세라믹 분말, 알루미나 분말 및 유기 매트릭스를 혼합하여 혼합물을 형성하는 단계;

[0108] 상기 혼합물을 성형하는 단계; 및

[0109] 상기 성형한 혼합물을 경화시켜 고분자 복합체를 형성하는 단계;를 포함하는 고분자 복합체의 제조방법을 제공한다.

[0111] 이하 본 발명의 실시예에 따르는 고분자 복합체의 제조방법을 도면을 참조하여 단계별로 상세히 설명한다.

[0113] 본 발명의 실시예에 따르는 고분자 복합체는 쌍극자 능률을 갖는 입자를 포함하는 세라믹 분말, 알루미나 분말 및 유기 매트릭스를 혼합하여 혼합물을 형성하는 단계를 포함한다.

[0115] 상기 단계는 유기 매트릭스의 열전도성을 향상시키기 위해 세라믹 분말 및 알루미나 분말을 첨가하여 혼합하는 단계이다.

[0116] 이때 상기 세라믹 분말은 상기 알루미나 분말보다 중량이 작은 것이 바람직하며, 상기 알루미나분말 및 세라믹 분말을 혼합함으로써, 열전도성 향상 및 경량화를 이룰 수 있다.

[0118] 상기 쌍극자 능률을 갖는 입자를 포함하는 세라믹 분말은 세라믹 분말을 표면 처리하여 쌍극자 능률을 갖는 입자를 상기 세라믹 분말의 표면에 도포함으로써 제조될 수 있다.

[0119] 도 1은 본 발명의 실시예에 따라 쌍극자 능률을 갖는 입자를 포함하는 세라믹 분말을 제조하는 과정을 나타낸 공정도로, 상기 쌍극자 능률을 갖는 입자를 포함하는 세라믹 분말은 질화붕소 분말을 표면처리하여 표면에 OH를 형성시킨 뒤, Fe_3O_5 분말을 상기 질화붕소 분말 표면에 도포하여 제조될 수 있다.

[0121] 이에, 본 발명의 실시예에 따르는 고분자 복합체의 제조방법은, 상기 혼합물을 형성하는 단계 이전에, 세라믹 분말을 표면 처리하여 쌍극자 능률을 갖는 입자를 상기 세라믹 분말의 표면에 도포하여 상기 쌍극자 능률을 갖는 입자를 포함하는 세라믹 분말을 형성하는 단계;를 더 포함할 수 있다.

[0123] 이때, 상기 알루미나 분말은 상기 혼합물 전체 부피 대비 50 내지 80 부피% 포함하는 것이 바람직하며, 60 내지 70부피% 포함하는 것이 더욱 바람직하다.

[0125] 상기 세라믹 분말은 상기 혼합물 전체 부피 대비 5 내지 15 부피% 포함하는 것이 바람직하며, 6 내지 12 부피% 포함하는 것이 더욱 바람직하다.

[0127] 또한, 상기 쌍극자 능률을 갖는 입자는 상기 세라믹 분말 전체 무게 대비 0.5 내지 2 무게% 포함하는 것이 바람직하며, 0.8 내지 1.2 부피% 포함하는 것이 더욱 바람직하다.

[0129] 상기 쌍극자 능률을 갖는 입자는 SiO_2, ZnO, Fe_2O_3 및 Fe_3O_4 중 적어도 하나일 수 있으며, 상기 세라믹 분말은 SiO_2, ZnO, Fe_2O_3 및 Fe_3O_4 중 적어도 하나를 포함하는 질화붕소일 수 있으나, 이에 제한된 것은 아니다.

[0131] 상기 유기 매트릭스는 열경화성 수지, 열가소성 수지, 열가소성 엘라스토머 및 이들의 조합으로부터 선택되는 1종 이상이 사용될 수 있으나 이에 제한된 것은 아니며, 방열 시트로 사용될 수 있는 다른 매트릭스 소재가 사용될 수도 있다.

[0133] 상기 단계에서 혼합을 위해 용매가 더 사용될 수도 있다.

[0135] 본 발명의 실시예에 따르는 고분자 복합체의 제조방법은 상기 혼합물을 성형하는 단계를 포함한다.

[0136] 상기 성형은 상기 혼합물을 성형틀에 넣고 가압하여 성형할 수 있으나 이에 제한된 것은 아니며, 종래의 유기 소재의 성형방법 또는 방열 시트를 제조하기 위해 사용하는 성형방법이 사용될 수 있다.

[0138] 본 발명의 실시예에 따르는 고분자 복합체의 제조방법은 상기 성형한 혼합물을 경화시켜 고분자 복합체를 형성하는 단계;를 포함한다.

[0139] 상기 성형한 혼합물의 경화는 60 내지 120℃의 온도에서 30 내지 2시간동안 유지한 후 상온 냉각하는 방법으로 수행될 수 있으나 이에 제한된 것은 아니며, 유기 매트릭스의 재료에 따라 온도 및 시간이 달라질 수 있다.

[0141] 이하, 실시예 및 실험예를 통하여 본 발명을 상세하게 설명한다.

[0142] 단, 하기 실시예 및 실험예는 본 발명을 예시하는 것일 뿐, 본 발명의 내용이 하기의 실시예에 의해 한정되는 것은 아니다.

[0144] <실시예 1>

[0145] 단계 1: 질화붕소 분말(PT160, Momentive)을 대기상태에서 900 ℃ 열처리한 후 수세건조하여 표면 처리하고 수용액 상에서 Poly(sodium 4-styrenesulfonate)와 혼합하여 교반 후 수세 및 건조 시켰다. 이후 물에 다시 재분산시킨 후 Fe_3O_4를 첨가하여 Fe_3O_4가 표면에 흡착된 질화붕소 분말를 제조하였다. 이후 상기 Fe_3O_4가 표면에 흡착된 질화붕소, 알루미나 분말 및 폴리디메틸실록산(polydimethylsiloxane, PDMS)을 methyl ethyl ketone 용매를 사용하여 혼합하여 혼합물을 제조하였다.

[0146] 단계 2: 상기 혼합물을 상기 혼합물을 1시간 동안 진공 중에서 잔류 기포 제거 후 깊이 2mm, 가로 및 세로가 각 10mm 크기인 성형틀에 넣고 가압 성형하였다.

[0147] 단계 3: 상기 성형한 혼합물을 80℃에서 1시간 동안 경화시킨 후 상온 냉각시켜 고분자 복합체를 제조하였다.

[0149] <실시예 2>

[0150] 상기 실시예 1의 단계 1에서, Fe_3O_4 대신 Na이온을 함유한 SiO_2를 사용하고, 전체 혼합물 부피 대비 질화붕소를 6 부피%로 포함하도록 달리하는 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 수행하여 고분자 복합체를 제조하였다.

[0152] <비교예 1>

[0153] 폴리디메틸실록산(polydimethylsiloxane, PDMS)을 1시간 동안 진공 중에서 잔류 기포 제거 후 깊이 2mm, 가로 및 세로가 각 10mm 크기인 성형틀에 넣고 가압 성형한 후 상기 성형체를 80℃에서 1시간 동안 경화시킨 후 상온 냉각시켰다.

[0155] <비교예 2>

[0156] 상기 실시예 1의 단계 1의 혼합물이 Fe_3O_4가 표면에 흡착된 질화붕소를 포함하지 않도록 달리하는 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 수행하여 고분자 복합체를 제조하였다.

[0158] <비교예 3>

[0159] 상기 실시예 1의 단계 1의 질화붕소가 Fe_3O_4를 포함하지 않도록 달리하는 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 수행하여 고분자 복합체를 제조하였다.

[0161] <비교예 4>

[0162] 상기 실시예 1의 단계 1의 질화붕소가 Fe_3O_4를 포함하지 않고, 전체 혼합물 부피 대비 질화붕소를 6 부피%로 포함하도록 달리하는 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 수행하여 고분자 복합체를 제조하였다.

[0164] <실험예 1>

[0165] 본 발명의 실시예 및 비교예에 따라 제조된 고분자 복합체의 열전도도를 비교하기 위하여, 이하와 같은 실험을 수행하였다.

[0166] 실시예 1 및 2, 비교예 1 내지 4에 의해 제조된 고분자 복합체를 레이저 플레시법을 통해 열전도도를 측정하였

으며, 그 결과를 하기 표 1에 나타내었다.

표 1

[0168]

	유기 매트릭스	알루미나 (부피%)	질화붕소 (부피%)	쌍극자 능률을 갖는 입자/쌍극자 능률(μ_B)	열전도도 (W/mK)
실시예 1	PDMS	70	12	Fe_3O_4/3.68	6.18
실시예 2	PDMS	70	6	Na이온 함유SiO_2/0.47	2.89
비교예 1	PDMS	-	-	-	0.22
비교예 2	PDMS	70	-	-	1.46
비교예 3	PDMS	70	12	-	3.39
비교예 4	PDMS	70	6	-	2.08

[0170] 상기 표 1에 나타난 바와 같이,

[0171] 비교예 1 및 비교예 2의 열전도도 값의 경우, 각각 0.22 W/mK 및 1.46 W/mK로, 비교예 1에 의해 경화시킨 PDMS 보다 비교예 2에 의해 제조된 고분자 복합체의 열전도도가 보다 높은 것을 알 수 있다.

[0172] 이는 비교예 2의 경우, PDMS에 열전도성이 높은 알루미나 입자를 포함하고 있기 때문인 것으로 볼 수 있다.

[0173] 또한, 비교예 2 및 비교예 4의 열전도도 값의 경우, 각각 1.46 W/mK 및 2.08 W/mK로, 비교예 2에 의해 제조된 고분자 복합체 보다 비교예 4에 의해 제조된 고분자 복합체의 열전도도가 보다 높은 것을 알 수 있다.

[0174] 이는 비교예 4의 경우, PDMS에 열전도성이 보다 더 높은 세라믹 입자인 질화붕소가 포함하고 있기 때문인 것으로 볼 수 있으며, 비교예 3 및 비교예 4의 열전도도가 각각 2.08 W/mK 및 3.39 W/mK인 것을 통해, 상기 고분자 복합체에 포함된 질화붕소의 함량의 많을수록 열전도도가 높다는 것을 알 수 있다.

[0176] 한편, 실시예 1 및 비교예 3의 열전도도 값의 경우, 각각 6.18 W/mK및 3.39 W/mK로, 비교예 3에 의해 제조된 고분자 복합체보다 실시예 1에 의해 제조된 고분자 복합체의 열전도도가 현저히 높은 것을 알 수 있다.

[0177] 또한,실시예 2 및 비교예 4의 결과로부터도 확인할 수 있다. 즉, 실시예 2 및 비교예 4는 열전도도가 각각 2.89 W/mK및 2.08 W/mK로, 비교예 4에 의해 제조된 고분자 복합체보다 실시예 2에 의해 제조된 고분자 복합체의 열전도도가 현저히 높은 것을 알 수 있다.

[0178] 이는 질화붕소 표면에 쌍극자 능률을 갖는 입자 즉, Fe_3O_4 또는 SiO_2 도포 유무에 의한 차이로 인한 것으로, 이를 통해, 질화붕소가 쌍극자 능률을 갖는 입자를 포함하는 경우, 보다 높은 열전도성을 갖는 것을 알 수 있다.

[0180] <실험예 2>

[0181] 본 발명의 실시예에 따라 제조된 쌍극자 능률을 갖는 입자를 포함하는 세라믹 분말의 형상 및 성분을 확인하기 위하여 이하와 같은 실험을 수행하였다.

[0182] 실시예 1의 단계 1에서 제조된 Fe_3O_4가 표면에 흡착된 질화붕소 분말을 주사전자현미경(SEM)을 이용하여 관찰하였으며, 그 결과를 도 2의 (a)에 나타내었으며, 도 2의 (b)는 상기(a)의 직사각형 부분을 고배율로 관찰한 결과를 나타내었다. 성분은 에너지분산형 X선 분광분석(EDS)을 이용하여 분석한 결과 Fe_3O_4로 확인하였다.

[0183] 도 2의 (a) 및 (b)에 나타난 바와 같이, SEM 및 EDS 관찰결과, 질화붕소 분말 표면에 Fe_3O_4가 흡착되어있음을 알 수 있다.

[0185] <실험예 3>

[0186] 고분자 복합체의 형상 및 성분을 확인하기 위하여, 이하와 같은 실험을 수행하였다.

[0187] 실시예 1에 의해 제조된 고분자 복합체를 에너지분산형 X선 분광분석(EDS)으로 성분분석을 수행하고 편광 현미경 및 광학 현미경으로 형상을 확인한 결과를 도 3 및 도 4에 나타내었으며, 라만 분광기를 통해 분석한 결과를 도 5 및 도 6에 나타내었다.

[0189] 도 3은 본 발명의 실시예 1에 따라 제조된 고분자 복합체를 평광 현미경으로 관찰한 사진으로, (a)는 편광판을 서로 평행하게 놓은 후 관찰한 사진이고, (b)는 편광판을 서로 수직하게 놓은 후 관찰한 사진이며, 도 4는 광학 현미경으로 관찰한 결과를 나타낸 사진이다.

[0190] 도 3에 나타난 바와 같이, 고분자 복합체 단면에 대한 편광현미경 분석 결과, 실시예 1에 의해 제조된 고분자 복합체는 P구상의 알루미나(Al_2O_3)가 포함되어 있으며, PDMS 매트릭스(matrix) 부분에는 판상의 입자가 배열되어 있음을 확인할 수 있었다.

[0191] 또한, 도 5에서 나타난 바와 같이, 고분자 복합체의 매트릭스 부분을 라만 분광기를 통해 분석 결과, 고분자 복합체의 매트릭스 부분에 질화붕소(BN)을 포함되어 있음을 확인할 수 있다.

[0193] 도 6은 도 5에서 나타낸 질화붕소의 라만 분광 강도의 변화를 나타낸 것으로서 도 4의 광학현미경 사진상에 점선으로 표시한 위치에서 라만 강도 변화를 나타낸다. 이로부터 고분자 복합체 내에 질화붕소가 특히 구상 알루미나 주위에 집중적으로 분포하는 것을 알 수 있으며, 도 7과 같이 모식적으로 나타낼 수 있다.

부호의 설명

[0195] 10: 세라믹 입자

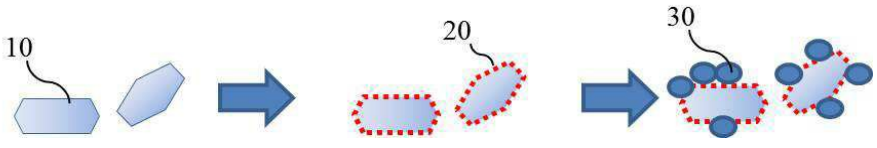
20: OH가 처리된 세라믹입자

30: 쌍극자 능률을 갖는 입자

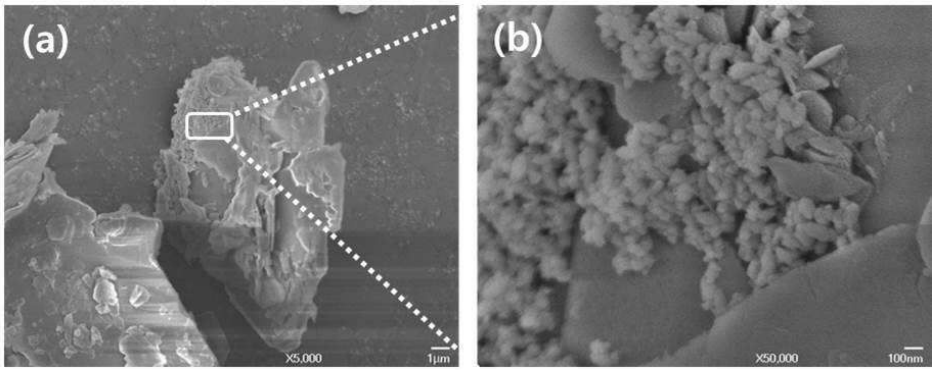
40: 쌍극자 능률을 갖는 입자를 포함하는 세라믹입자

도면

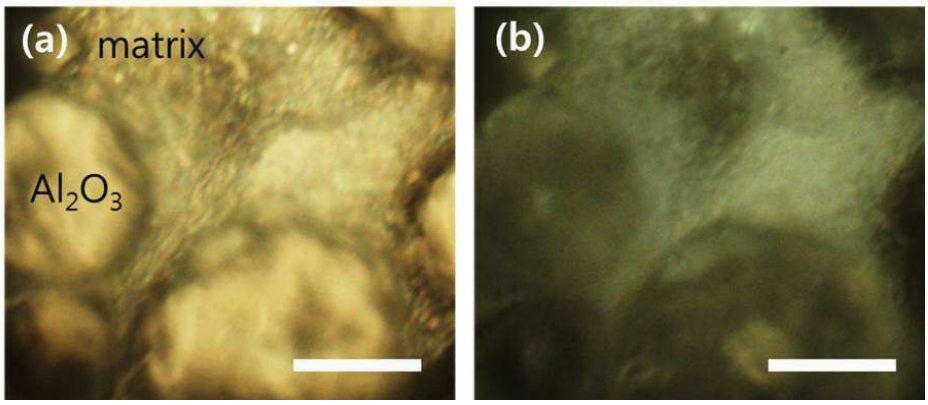
도면1



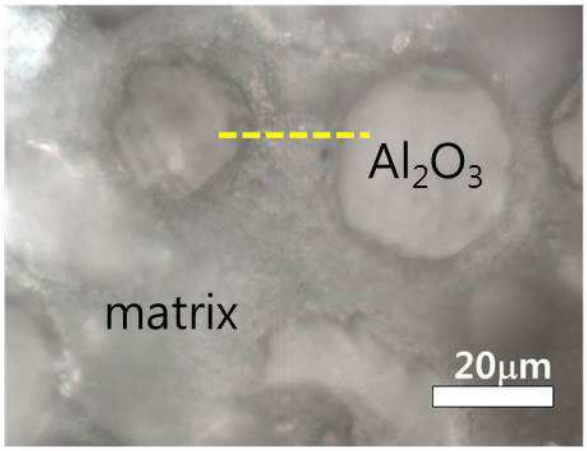
도면2



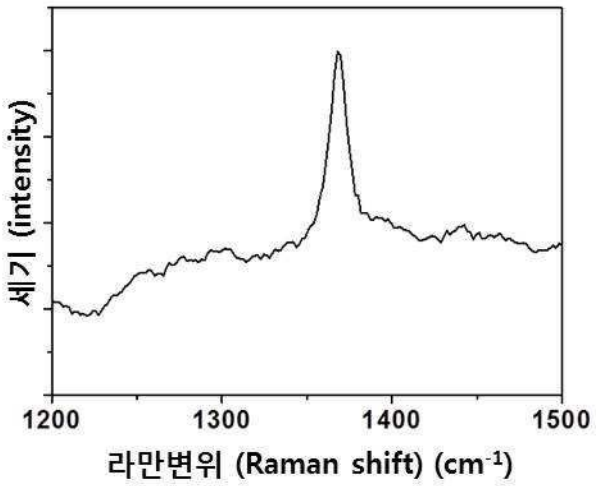
도면3



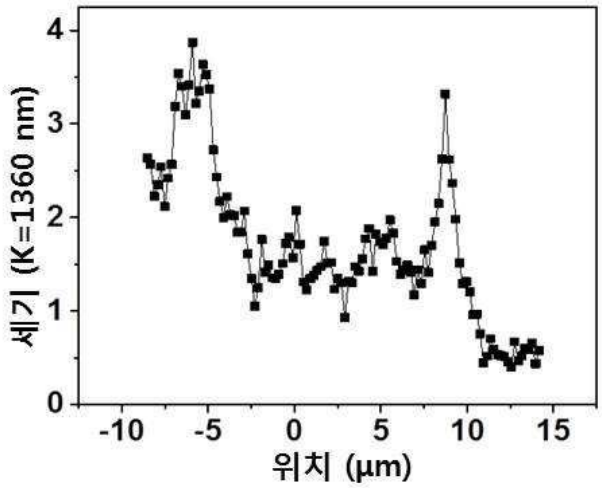
도면4



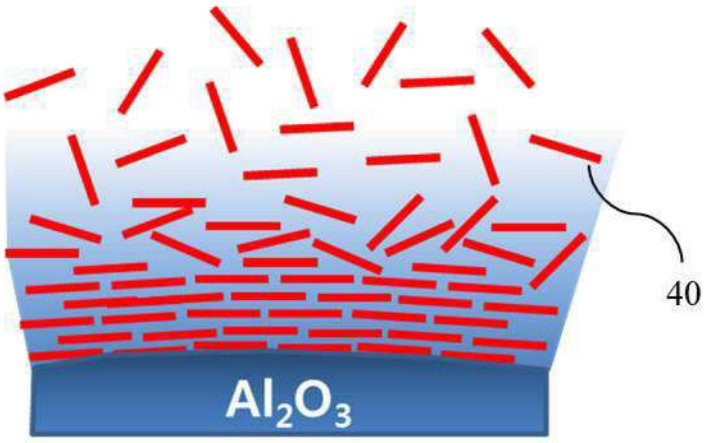
도면5


세기 (intensity)
1200
1300
1400
1500
라만변위 (Raman shift) (cm-1)

도면6


세기 (K=1360 nm)
0
1
2
3
4
-10
-5
0
5
10
15
위치 (μm)

도면7


40
Al2O3