(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2014-0114495
(43) 공개일자 2014년09월29일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
G01N 27/22 (2006.01) *G01N 33/44* (2006.01)
(21) 출원번호 10-2013-0027395
(22) 출원일자 2013년03월14일
심사청구일자 2013년03월14일

(71) 출원인
경상대학교산학협력단
경상남도 진주시 진주대로 501 (가좌동)
주식회사티비카본
경상남도 양산시 둘넘길 18 (소주동)
(72) 발명자
박종만
경남 진주시 진주대로815번길 11, 118동 704호 (주약동, 주약현대아파트)
김제준
부산 해운대구 삼어로 181, 102동 807호 (반여동, 우신아파트)
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
김인한, 김희곤, 박용순

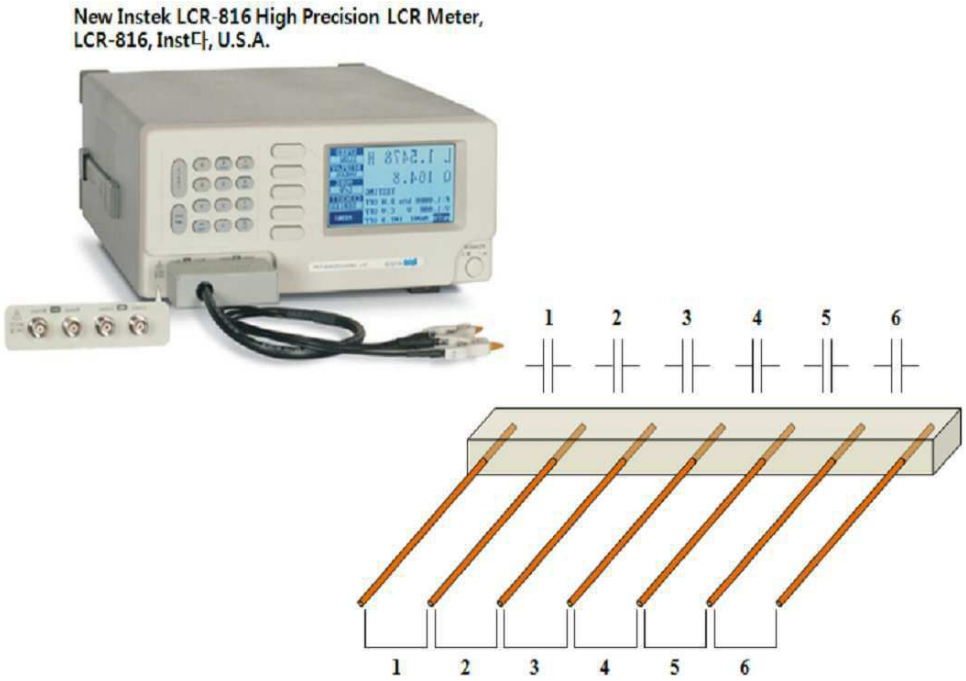
전체 청구항 수 : 총 5 항

(54) 발명의 명칭 **복합재료 내 강화제의 분산도 평가방법**

(57) 요 약

본 발명은 복합재료 내 강화제의 분산도 평가방법에 관한 것으로, 더욱 상세하게는 대상 복합재료(예컨대, SiC/고분자 복합재료)를 다수의 구간으로 구획하고 계측기(예컨대, LCR 미터)를 사용해 각 구간의 커패시턴스(capacitance) 값을 측정함으로써, 손쉽고 저렴한 수단으로 복합재료 내에 존재하는 강화제의 분산 정도를 빠르고 정확하게 예측할 수 있는 복합재료 내 강화제의 분산도 평가방법에 관한 것이다.

대 표 도 - 도1



(72) 발명자

장기욱

경기 용인시 기흥구 새천년로 40, 406동 1403호 (신갈동, 녹원마을새천년그린빌4단지아파트)

정삼태

부산광역시 해운대구 재송동 더샾센텀파크 1차 104동 2304호

권동준

대구 달서구 선원로 137, 106동 702호 (이곡동, 성서푸른마을아파트)

왕작가

경남 진주시 진주대로 501, 학생생활관 (가좌동, 경상대학교)

특허청구의 범위

청구항 1

(a) 강화제가 포함된 복합재료를 구비하는 단계;

(b) 상기 복합재료에 일정 간격으로 도전선을 삽입하여 다수의 구간으로 구획된 시편을 제조하는 단계; 및

(c) 상기 시편의 구간별로 커패시턴스(capacitance) 값을 측정하여 상기 강화제의 분산도를 평가하는 단계;를 포함하는 복합재료 내 강화제의 분산도 평가방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 도전선은 3~5㎜ 간격으로 삽입되는 것을 특징으로 하는 복합재료 내 강화제의 분산도 평가방법.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 시편은 2~100개의 구간으로 구획되는 것을 특징으로 하는 복합재료 내 강화제의 분산도 평가방법.

청구항 4

제1항에 있어서,

LCR 미터를 사용하여 각 구간별로 커패시턴스(capacitance) 값을 측정하는 것을 특징으로 하는 복합재료 내 강화제의 분산도 평가방법.

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 (c) 단계 이후, (d) 각 구간에 대한 커패시턴스(capacitance) 측정값을 정리하여 그래프화하거나, 각 구간에 대한 커패시턴스(capacitance) 측정값을 평균화하여 다른 재료와의 대조적인 물성평가를 시도하는 단계;를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 복합재료 내 강화제의 분산도 평가방법.

명 세 서

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 복합재료 내 강화제의 분산도 평가방법에 관한 것으로, 더욱 상세하게는 대상 복합재료(예컨대, SiC/고분자 복합재료)를 다수의 구간으로 구획하고 계측기(예컨대, LCR 미터)를 사용해 각 구간의 커패시턴스(capacitance) 값을 측정함으로써, 손쉽고 저렴한 수단으로 복합재료 내에 존재하는 강화제의 분산 정도를 빠르고 정확하게 예측할 수 있는 복합재료 내 강화제의 분산도 평가방법에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 고강도 복합재료를 만들기 위해서는 고분자 및 섬유뿐 아니라 강화제를 함께 사용하여야 한다. 다만 고강도

구현을 위해 상기 강화제를 적절한 설계없이 무작위적으로 사용하는 것은 제조비용을 증가시킬 뿐만 아니라 복합재료의 물성 측면에서도 오히려 부정적인 요인으로 작용할 가능성이 있다.

[0003] 구체적으로, 강화제를 사용하여 재료의 강도 및 물성을 개선하기 위해서는 강화제가 재료 내부 사이사이에 안정적으로 분산되어 있는 것이 무엇보다 중요하다.

[0004] 재료 내에서 강화제의 분산 상태를 평가하는 방법 중 하나로서, 일반적으로 강화제의 크기가 매우 작다는 점을 고려하여 FE-SEM과 같은 평가방법으로 사진을 촬영하는 방법이 있다. 또한 TEM과 같은 고가의 장비를 이용하여 평가하는 방법도 있다.

[0005] 그러나, 상기와 같은 방법들은 강화제가 재료 내에 제대로 분산되어 있는지 여부를 정확하게 규명하는데 한계가 있으며, 당분야의 현실을 고려할 때 기술적, 경제적 측면에서 그 적용이 사실상 매우 어렵다는 문제점이 있다.

[0006] 이에, 손쉽고 저렴한 방법으로도 복합재료 내의 강화제의 분산 상태를 정확하게 평가할 수 있고 그 결과를 신뢰할 수 있는 새로운 분산도 평가방법에 대한 개발이 절실한 시점이다.

선행기술문헌

특허문헌

[0007] (특허문헌 0001) 한국등록특허 제10-0623457호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0008] 본 발명은 상기와 같은 종래기술의 문제점을 해결하고자 한 것으로, 손쉽고 저렴한 수단으로 복합재료 내에 존재하는 강화제의 분산 정도를 빠르고 정확하게 예측할 수 있는 복합재료 내 강화제의 분산도 평가방법을 제공하는 것을 기술적 과제로 한다.

과제의 해결 수단

[0009] 상기한 기술적 과제를 달성하고자, 본 발명은 (a) 강화제가 포함된 복합재료를 구비하는 단계; (b) 상기 복합재료에 일정 간격으로 도전선을 삽입하여 다수의 구간으로 구획된 시편을 제조하는 단계; 및 (c) 상기 시편의 구간별로 커패시턴스(capacitance) 값을 측정하여 상기 강화제의 분산도를 평가하는 단계;를 포함하는 복합재료 내 강화제의 분산도 평가방법을 제공한다.

발명의 효과

[0010] 본 발명의 복합재료 내 강화제의 분산도 평가방법은 다수의 구간으로 구획된 평가대상에 대해 각 구간별로 커패시턴스(capacitance) 값을 측정함으로써, 손쉽고 저렴한 수단으로 복합재료 내에 존재하는 강화제의 분산 정도를 정확하고 빠르게(예컨대, 1분 이내에) 예측할 수 있다.

[0011] 또한, 본 발명의 평가방법은 강화제의 분산 상태를 확인함으로써 재료의 공정 상태(예컨대, 분산되는 공정) 또한 체크할 수 있으며, 제품의 물성 개선을 도모하기 위한 평가방법 내지 공정 개발의 수단으로 활용할 수 있다.

[0012] 아울러, 본 발명의 평가방법에 의하면 고분자 기지(matrix)와 나노 소재의 분산 정도를 예측하고 고분자와 나노 소재 내부의 구조를 예상할 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0013] 도 1은 커패시턴스를 이용한 복합재료 내 강화제(SiC)의 분산도 평가장치 및 평가방법을 나타낸 모식도이다.

도 2는 기본 수지(Neat 에폭시) 및 SiC/에폭시 복합재료의 구간별 커패시턴스 측정결과를 비교한 그래프이다.

도 3은 각기 다른 분산방법을 이용하여 제조된 SiC 복합재료의 SiC 분산 상태를 비교한 그래프이다.

도 4는 각기 다른 분산방법을 이용하여 제조된 SiC 복합재료의 기계적 물성을 비교한 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0014] 이하, 본 발명에 대해 상세히 설명한다.

[0015] 본 발명의 복합재료 내 강화제의 분산도 평가방법은, (a) 강화제가 포함된 복합재료를 구비하는 단계; (b) 상기 복합재료에 일정 간격으로 도전선을 삽입하여 다수의 구간으로 구획된 시편을 제조하는 단계; 및 (c) 상기 시편의 구간별로 커패시턴스(capacitance) 값을 측정하여 상기 강화제의 분산도를 평가하는 단계;를 포함한다.

[0016] 상기 (a) 단계는 본 발명의 평가대상인 강화제가 포함된 복합재료를 구비하는 단계이다.

[0017] 일반적으로 복합재료란 두 가지 이상의 재료가 조합되어 물리적·화학적으로 서로 다른 상(phase)을 형성하면서 보다 유효한 기능을 발현하는 재료를 말한다.

[0018] 복합재료는 강화제의 구조에 따라 섬유강화 복합재료(fibrous composite) 및 입자강화 복합재료(particulate composite)로 구분되고, 강화하는 재료(matrix, 기지재료)에 따라 고분자 복합재료(polymer matrix composite), 금속 복합재료(metal matrix composite) 및 세라믹 복합재료(ceramic matrix composite)로 나누어진다. 이 중에서 특히 섬유강화의 개념과 고분자 기지재료를 조합한 섬유강화 고분자 복합재료(fiber reinforced plastics; FRP)가 현대 복합재료의 중추적인 역할을 하고 있으며, FRP의 개념은 철근콘크리트에 비유되기도 한다.

[0019] 복합재료가 안정적인 물성을 가지려면 그 안에 포함되는 강화제의 분산 상태가 안정적이어야 하며, 본 발명은 복합재료 내부에 존재하는 강화제의 분산도를 신뢰성 있는 정확한 방법으로 측정하여 이를 근거로 제품의 물성 개선을 도모할 수 있는 결과물로 활용하고자 고안된 것이다.

[0020] 본 발명의 평가대상이 되는 상기 복합재료의 종류는 특별히 한정되는 것은 아니나, 고분자 기지의 복합재료(예컨대, 나노 SiC/고분자 복합재료)를 평가하는데 특히 유용하게 적용될 수 있다.

[0021] 상기 고분자 기지는 당분야에서 통상적으로 사용되는 고분자 소재일 수 있다. 일 구체예로, 본 발명의 평가방법은 에폭시 베이스의 복합재료(예컨대, 나노 SiC/에폭시 복합재료)를 평가하는데 사용될 수 있다.

[0022]

[0023] 상기 강화제의 종류 또한 특별히 한정되는 것은 아니다. 바람직한 일 구체예로, 본 발명의 평가방법은 SiC 강화제, 더욱 상세하게는 나노 SiC 강화제의 분산도를 평가하는데 적절하다.

[0024] 상기 강화제가 포함된 복합재료의 제조는 당분야의 통상적인 방법에 따른다. 예를 들어, 에폭시 수지 등의 고분자 기지에 강화제로서 SiC 나노 입자를 분산시켜 용액 상태의 복합재료를 제조할 수 있다.

[0025] 상기 (b) 단계는 구비된 복합재료에 일정 간격으로 도전선을 삽입하여 다수의 구간으로 구획된 시편을 제조하는 단계이다.

[0026] 기 제조된 용액 상태의 복합재료를 평가를 위해 바(bar) 형태의 시편으로 제조하면서 소정 간격으로 도전선을 삽입하여 구간을 형성하는 것이다. 이때 복합재료가 나타내는 하나의 구간은 하나의 커패시터(capacitor)와 같은 상태이기 때문에 측정을 통해 당 구간의 커패시턴스 결과값을 확보할 수 있다.

[0027] 상기 도전선은 전기전도성을 띄는 도선으로서 복합재료의 커패시턴스를 측정하는데 적절한 것이라면 그 종류가 특별히 한정되는 것은 아니다. 예를 들어, 전기전도성이 우수한 구리선을 도전선으로 사용할 수 있다.

[0028] 상기 도전선을 삽입하는 간격 또한 특별히 한정되는 것은 아니며, 실험 조건, 요구되는 결과의 정확성 정도 등을 고려하여 적절히 선택할 수 있다. 예를 들어, 3~5㎜ 간격, 더욱 상세하게는 4㎜ 간격으로 도전선을 복합재료에 삽입할 수 있다.

[0029] 상기 구간의 수는 특별히 한정되지 않으며, 실험 조건, 요구되는 결과의 정확성 정도 등을 고려하여 적절한 수의 구간으로 복합재료를 구획할 수 있다. 예를 들어, 2~100개 정도, 더욱 상세하게는 4~30개 정도의 구간으로 시편을 구획할 수 있다. 다만 구간의 수가 많으면 많을수록 안정적인 데이터 결과값을 얻을 수 있기 때문에 실험 환경이 허용하는 범위 안에서 가능한 한 많은 수의 구간으로 구획하는 것이 바람직하다.

[0030] 상기 (c) 단계는 제조된 시편의 구간별로 커패시턴스(capacitance) 값을 측정하여 상기 강화제의 분산도를 평가하는 단계이다.

[0031] 본 발명은 강화제가 분산된 복합재료의 각 구간별로 커패시턴스 값을 확보하고, 이를 상기 강화제의 분산 상태를 평가하는 간접적인 척도로 삼는다. 일반적으로 SiC/고분자와 같은 복합재료는 부도체의 상태인바 그 양 끝에 구리선 등을 부착시켜 커패시터와 같은 상태를 만들고, 이렇게 구획된 일정 구간에 대한 연속적인 커패시턴스 값을 확보하여 구간별 복합재료의 분산 상태를 예측함으로써 분산도를 평가하는 것이다.

[0032] 구체적으로, i) 커패시턴스 값이 클 경우 강화제가 많이 들어가 있음을 의미하고, ii) 커패시턴스 값이 작을 경우 강화제가 적게 들어가 있음을 의미한다. 또한, i) 구간별 커패시턴스 값의 편차가 작을 경우 공정에 의해 제조된 (나노)복합재료의 강화제 분산 상태가 균일함을 의미하고, ii) 구간별 커패시턴스 값의 편차가 클 경우 공정에 의해 제조된 (나노)복합재료의 강화제 분산 상태가 불량하여 이를 제품화 하였을 때 물성에 대한 편차 또한 크게 발생됨을 의미한다.

[0033] 바람직한 일 구체예로, 상기 복합재료의 각 구간별 커패시턴스 값은 LCR 미터를 사용하여 측정할 수 있다. 즉, FE-SEM이나 TEM 대신 LCR 미터를 이용하여 손쉽고 저렴한 방법으로 각 구간별 커패시턴스 값을 확보함으로써, 빠르고 정확하게 복합재료 내 강화제의 분산 상태를 확인할 수 있다.

[0034] 상기 LCR 미터는 커패시턴스 값 측정에 앞서 미리 영점 조절하여 두는 것이 정확한 측정을 위해 바람직하다.

[0035] 상기 (a)~(c) 단계를 통해 확보된 커패시턴스 값은 다양한 후속 평가절차에 활용될 수 있다.

[0036] 일 구체예로, 확보된 각 구간에 대한 커패시턴스 측정값을 정리하여 그래프화 내지 도식화함으로써, 복합재료의 위치별 경화제 양 및 분산의 균일도를 한눈에 파악할 수 있다.

[0037] 다른 구체예로, 확보된 각 구간에 대한 커패시턴스 측정값을 평균화하여 다른 재료와의 대조적인 물성평가를 시도할 수도 있다.

[0038] 본 발명에 따른 복합재료 내 강화제의 분산도 평가방법은 손쉽고 빠르게 신뢰성 높은 평가결과를 제공할 수 있는바, 재료 내 존재하는 특정 물질의 분산도 확인이 필요한 분야에 광범위하게 적용될 수 있다.

[0039] 특히, 고분자 기지 내 나노 소재의 분산도 평가, 나노 복합재료의 응용 제품화 개발, 물성 테스트방법 관련 분야, 복합재료 강화제 활용 평가 분야 등에 적합하게 이용될 수 있다.

[0040] 이하, 실시예를 통해 본 발명을 보다 구체적으로 설명한다. 그러나 이들 실시예는 본 발명의 이해를 돕기 위한 것일 뿐 어떠한 의미로든 본 발명의 범위가 이들 실시예로 한정되는 것은 아니다.

[0041] **실시예: 복합재료 내 강화제의 분산도 평가**

[0042] 강화제로서 SiC가 분산된 SiC 나노 복합재료의 사이사이에 구리선을 4㎜ 간격으로 삽입하여 6개의 구간으로 구획된 시편을 제조하였다.

[0043] LCR 미터를 영점 조절한 후, 이를 사용하여 상기 시편의 구간별로 커패시턴스 값을 측정하고 분산도를 평가하였다.

[0044] 이때 사용된 평가장치의 모식도를 하기 도 1에 나타내었다.

[0045] **실험예 1: 기본 수지에 대한 커패시턴스 측정 및 SiC에 따른 커패시턴스의 변화 확인**

[0046] 기본 수지(Neat 에폭시) 및 특정 구간에 SiC가 삽입된 SiC/에폭시 복합재료에 대해, 상기 실시예와 같은 방법으로 구간별 커패시턴스를 측정하였다.

[0047] 각 구간에 대한 커패시턴스 결과를 하기 도 2에 그래프로 나타내었다.

[0048] 하기 도 2(a)는 순수 에폭시에 대한 커패시턴스 결과를 구간별로 측정한 결과이다. 구간별로 안정적인 결과값이 얻어짐을 확인할 수 있다.

[0049] 하기 도 2(b)는 특정 구간(20~28㎜ 구간)에 55㎚ 직경의 SiC 나노 입자 0.01g을 삽입했을 때의 커패시턴스 결과를 구간별로 측정한 결과이다. 약 2pF 상태였던 에폭시 커패시턴스가 다른 구간에 비해 SiC가 많이 삽입된 구간(20~28㎜ 구간)에서는 3pF 이상의 높은 값을 가짐을 확인할 수 있다.

[0050] 즉, SiC를 많이 함유할수록 높은 커패시턴스 결과가 나타나며, 이러한 결과를 토대로 에폭시 기지 내부에 존재하는 SiC 강화제의 상태에 대해서 예측할 수 있는 중요한 데이터가 얻어짐을 알 수 있다.

[0051] **실험예 2: 분산방법에 따른 SiC의 분산 상태 평가**

[0052] 음파처리(sonication) 방법 및 스터러(stirrer)를 이용하여 각각 제조한 SiC 나노 복합재료에 대해 상기 실시예와 같은 방법으로 구간별 커패시턴스를 측정, 비교하였으며, 그 결과를 하기 도 3에 나타내었다.

[0053] 음파처리(sonication) 방법 및 스터러(stirrer) 이용법 중 안정적인 그래프의 변화를 나타낸 것은 도 3(a)였다. 즉 sonication을 이용할 경우 구간에 따른 SiC의 존재량 차이에 기인한 커패시턴스 차이가 작기 때문에 분산 상태가 용이하다고 생각할 수 있다. 반면 stirrer를 이용할 경우 도 3(b)에서 보듯이 구간별로 커패시턴스의 편차가 매우 큼을 확인할 수 있다.

[0054] 요컨대, 다른 조건이 동일할 경우 stirrer보다는 sonication의 방법이 더욱 안정적인 나노 입자 분산 상태를 구현할 수 있음을 알 수 있다.

[0055] **실험예 3: 커패시턴스를 통한 분산도 평가방법의 타당성 평가(기계적 물성 비교)**

[0056] 음파처리(sonication) 방법 및 스터러(stirrer)를 이용하여 각각 제조한 상기 실험예 2의 SiC 나노 복합재료에 대해 기계적 물성을 측정, 비교하였으며, 그 결과를 하기 도 4에 나타내었다.

[0057] 하기 도 4에서 보듯이, sonication을 이용하여 제조한 복합재료의 경우 stirrer를 이용한 경우보다 더욱 우수한 기계적 물성(인장강도 및 인장신율)을 나타내었다. 뿐만 아니라 유전율의 편차가 컸던 stirrer의 시편은

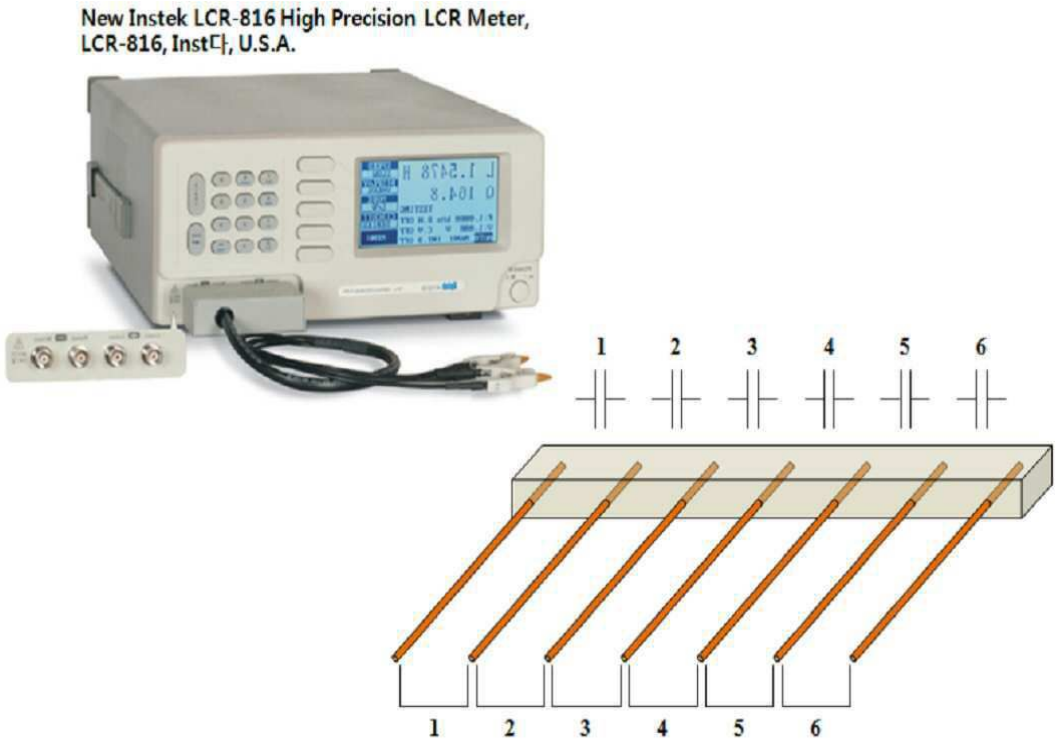
기계적 물성 역시 편차가 큰 것으로 확인되었으나, sonication 방법으로 안정적인 분산 상태를 얻은 시편의 경우 기계적 물성에서도 안정적인 결과를 얻음을 확인할 수 있다.

[0058] 요컨대, 커패시턴스 결과 vs. 분산도 vs. 기계적 물성은 상호 긴밀하게 연관되어 있으며, 이러한 측면에서 본 발명에 따른 평가방법은 제품의 물성 개선을 도모하거나 공정을 개발하는 수단으로 유용하게 활용될 수 있음을 알 수 있다.

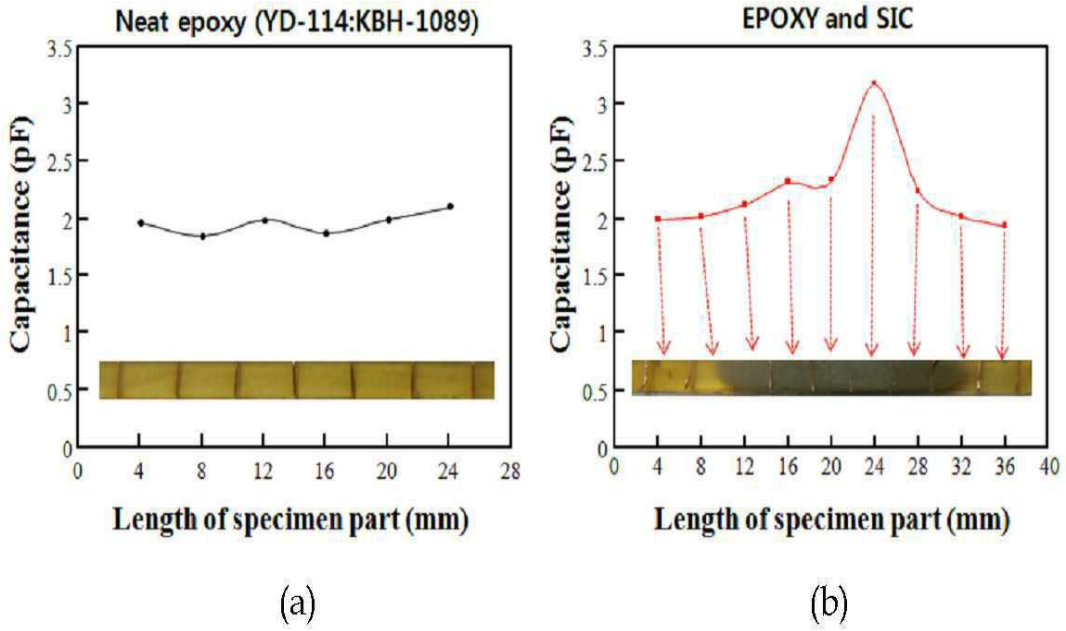
[0059] 이상의 설명은 본 발명의 기술 사상을 예시적으로 설명한 것에 불과한 것으로서, 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자라면 본 발명의 본질적인 특성을 벗어나지 않는 범위에서 다양한 수정 및 변형이 가능할 것이다. 따라서 본 발명에 개시된 실시예들은 본 발명의 기술 사상을 한정하기 위한 것이 아니라 설명하기 위한 것으로서, 본 발명의 보호범위는 아래의 특허청구범위에 의하여 해석되어야 하며 그와 동등한 범위 내에 있는 모든 기술 사상은 본 발명의 권리범위에 포함되는 것으로 해석되어야 할 것이다.

도면

도면1

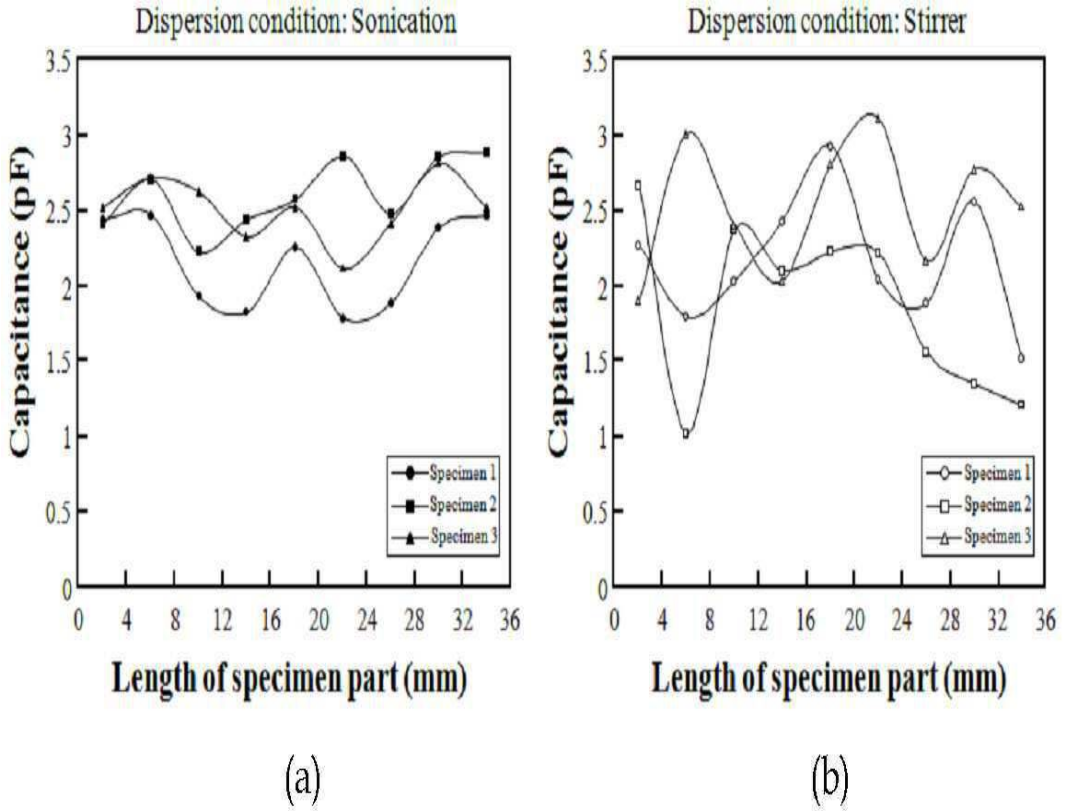


도면2


Neat epoxy (YD-114:KBH-1089)
Capacitance (pF)
Length of specimen part (mm)
EPOXY and SIC
Capacitance (pF)
Length of specimen part (mm)

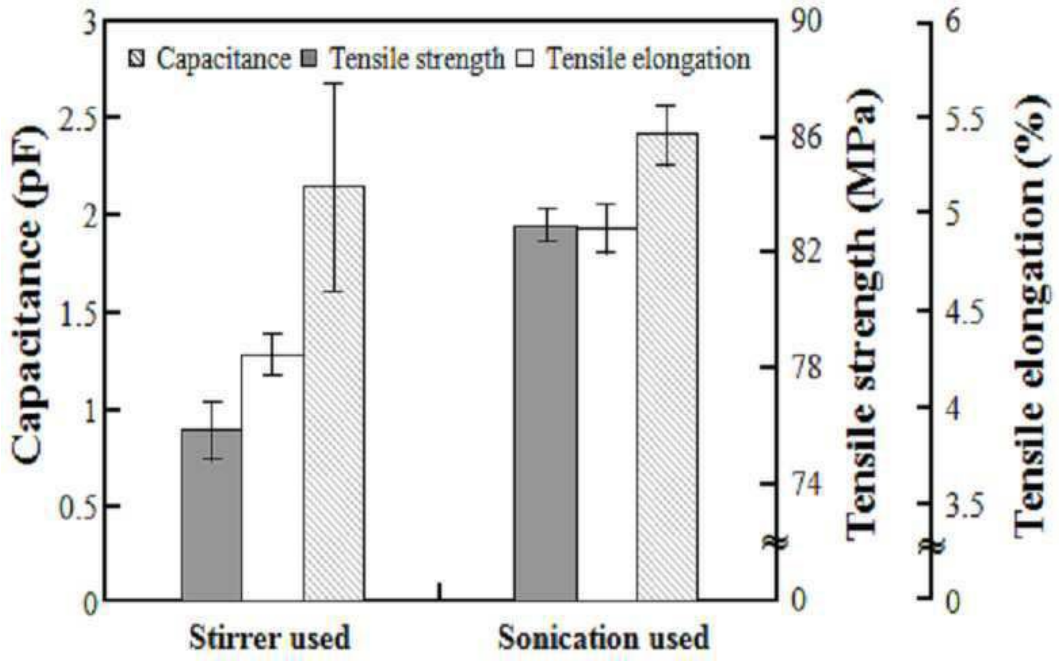
(a) (b)

도면3


Dispersion condition: Sonication
Capacitance (pF)
Length of specimen part (mm)
Specimen 1
Specimen 2
Specimen 3
Dispersion condition: Stirrer
Capacitance (pF)
Length of specimen part (mm)
Specimen 1
Specimen 2
Specimen 3

(a) (b)

도면4


Capacitance
Tensile strength
Tensile elongation
Capacitance (pF)
Tensile strength (MPa)
Tensile elongation (%)
3
2.5
2
1.5
1
0.5
0
90
86
82
78
74
0
6
5.5
5
4.5
4
3.5
0
Stirrer used
Sonication used