(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2016-0011792
(43) 공개일자 2016년02월02일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C08L 63/00 (2006.01) *C08J 3/20* (2006.01)
C08J 3/24 (2006.01) *C08K 3/08* (2006.01)
(21) 출원번호 10-2014-0092797
(22) 출원일자 2014년07월22일
심사청구일자 2014년07월22일

(71) 출원인
인하대학교 산학협력단
인천광역시 남구 인하로 100, 인하대학교 (용현동)
(72) 발명자
박수진
서울특별시 강남구 역삼2동 716-1 개나리SK뷰아파트 503동 2103호
최정란
전북 전주시 덕진구 팔복2길 11-19
(74) 대리인
이은철

전체 청구항 수 : 총 4 항

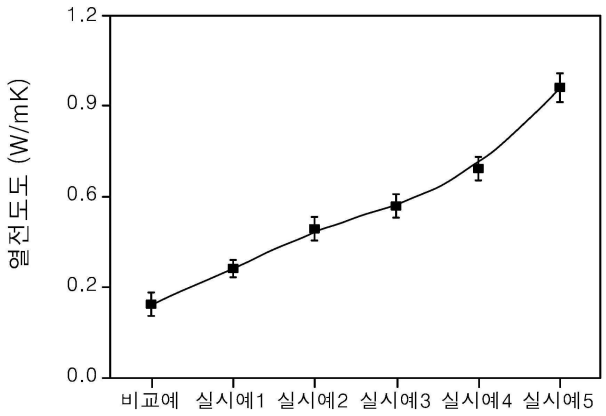
(54) 발명의 명칭 **기중 전기폭발법에 의한 금속 나노 분말을 포함하는 에폭시 복합재의 제조방법**

(57) 요 약

본 발명은 에폭시 복합재 관한 것이다.

상기와 같은 본 발명에 따르면, 기중 전기폭발법을 이용하여 제조된 알루미늄 나노 분말을 충진재로 활용하고, 에폭시 수지와 경화제를 혼합한 후 가열한 후에 상기 알루미늄 나노 분말을 혼합하여 에폭시 복합재를 제조하는 방법 및 상기와 같은 제조방법에 의해 제조된 금속 나노 분말을 포함하는 에폭시 복합재를 제공함으로써, 기계적인 혼합법에 의해 경제적인 방법으로 열전도도가 향상된 에폭시 복합재를 제공할 수 있을 뿐만 아니라, 열전도도의 향상으로 방열패드, 방열기판 등의 방열소재에 유용하게 사용할 수 있는 효과가 있다.

대 표 도 - 도1



명 세 서

청구범위

청구항 1

(1) 기중 전기폭발법을 이용하여 알루미늄 나노 분말을 제조하는 단계;

(2) 에폭시 수지 및 경화제의 혼합물을 60 내지 80℃로 가열한 후, 상기 (1)단계에 의해 제조된 알루미늄 나노 분말을 혼합하는 단계;

(3) 상기 (2)단계에 의해 제조된 혼합물을 열처리한 후 기포를 제고하는 단계; 및

(4) 상기 (3)단계에 의해 제조된 혼합물을 경화시키는 단계;를 포함하는 전기폭발법에 의한 금속 나노 분말을 포함하는 에폭시 복합재 제조방법.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

상기 (2)단계에서 경화제는 에폭시 수지와 1:1의 당량비로 첨가되는 것을 특징으로 하는 전기폭발법에 의한 금속 나노 분말을 포함하는 에폭시 복합재 제조방법.

청구항 3

제 1 항에 있어서,

상기 (4)단계에서 10 내지 20MPa의 압력으로 130 내지 170℃의 온도조건에서 경화시키는 것을 특징으로 하는 전기폭발법에 의한 금속 나노 분말을 포함하는 에폭시 복합재 제조방법.

청구항 4

제1항의 제조방법으로 제조된 전기폭발법에 의한 금속 나노 분말을 포함하는 에폭시 복합재.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 에폭시 복합재 관한 것으로서, 더욱 상세하게는 기중 전기폭발법을 이용하여 제조한 알루미늄 나노 분말을 충전재로 활용하고, 에폭시 수지와 경화제를 혼합한 후 가열한 후에 상기 알루미늄 나노 분말을 혼합함으로써 열전도도가 향상된 에폭시 복합재의 제조방법 및 상기 제조방법에 의해 제조된 금속 나노 분말을 포함하는 에폭시 복합재에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 알루미늄은 상온에서 이론강도와 탄성률이 크고 화학적으로 안정하며, 고온에서도 이러한 성질들이 대부분 유지되는 등 물성적으로 많은 유용한 특성을 가지고 있어 여러 산업분야에 널리 이용되고 있다. 알루미늄의 낮은 특이적 열전도도 때문에 다량의 알루미늄이 사용되어야 한다는 단점이 있지만, 그럼에도 불구하고 알루미늄의 비용 및 저장안정성의 이점은 열전도성 강화재로서 많은 관심을 받기에 충분하다.

[0003] 한편 증발-응축법의 일종인 기중 전기폭발법 (pulsed wire evaporation method)은 펄스파워를 이용하여 커패시터 (capacitor)에 충전된 고전압, 대전류를 금속도선에 순간적으로 방전함으로써 증발, 응축시켜 분말을 제조하

는 방법이다. 이러한 기중 전기폭발법은 미국의 Algonide(社)에서 나노 알루미늄 분말을 제조하는데 많이 이용되어졌다. 또한 러시아의 High temperature institute (HTI)에서도 이 방법을 이용하여 나노 분말을 제조하고 있다. Argonide(社)에서 제조하는 알루미늄 나노분말은 폭발력이 매우 커서 우주선의 추진 발사 연료로 사용되고 있다. 러시아의 기중 전기폭발법은 금속을 와이어 (wire)로 만들고 이 와이어에 10-6초의 짧은 순간에 대전류를 흘려주어 폭발시킴으로 나노 분말을 제조하는 것이다. 이 방법을 통해 Al, Cu, Au, In, Fe, Mo, Ni, Pd, Pt, Ag, Sn, Ti, W, Zn, Zr 등 와이어 제조가 가능한 모든 금속을 나노 분말화할 수 있으며, 폭발 챔버안을 산소 혹은 질소 분위기로 하여 쉽게 산화물 또는 질화물 등을 제조할 수 있다. 또한 합금 도선을 이용하여 조성의 변화 없는 합금 나노분말을 제조할 수도 있다.

[0004] 이에 본 발명자들은 기중 전기폭발법에 의해 제조된 금속 및 금속 산화물 나노분말를 이용한 열전도도가 향상된 에폭시 나노복합재료를 제공하기 위하여 예의 노력한 결과, 폭발 챔버 안을 산소 및 질소 분위기로 하여 쉽게 산화물 및 질화물로 제조가 가능함과 동시에 이와 같은 방법으로 제조한 열전도도가 우수한 금속 및 금속산화물을 제조한 후 이를 강화제로 사용하여 에폭시 나노복합재료를 제조하고 본 발명을 완성하였다.

[0005] 한편, 에폭시 복합재과 관련된 선행기술로는 한국등록특허 제10-1346765호(분무건조 방법과 템플레이트 탄화에 의한 고다공성 리튬 망간 산화물계 에폭시 구상복합재 제조방법) 등이 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0006] 본 발명자는 기중 전기폭발법을 이용하여 제조된 알루미늄 나노 분말을 충전재로 사용하고, 에폭시 수지와 경화제를 혼합한 후 가열한 후에 상기 알루미늄 나노 분말을 혼합하여 에폭시 복합재를 제조할 경우 종래 기술의 문제점인 에폭시 수지의 열전도도가 저하되는 문제점을 해결하고 열전도도가 향상된 금속 나노 분말을 포함하는 에폭시 복합재를 제조할 수 있다는 것을 실험적으로 확인함으로써 본 발명을 완성하게 되었다.

[0007] 결국, 본 발명의 목적은 기중 전기폭발법을 이용하여 제조된 알루미늄 나노 분말을 충진재로 활용하여 에폭시 복합재를 제조하는 방법을 제공하는데 있다.

[0008] 또한, 본 발명의 다른 목적은 상기와 같은 제조방법에 의해 제조된 전기폭발법에 의한 금속 나노 분말을 포함하는 에폭시 복합재를 제공하는데 있다.

과제의 해결 수단

[0009] 상기 목적을 달성하기 위하여, 본 발명은 (1) 기중 전기폭발법을 이용하여 알루미늄 나노 분말을 제조하는 단계;와 (2) 에폭시 수지 및 경화제의 혼합물을 60 내지 80℃로 가열한 후, 상기 (1)단계에 의해 제조된 알루미늄 나노 분말을 혼합하는 단계;와 (3) 상기 (2)단계에 의해 제조된 혼합물을 열처리한 후 기포를 제고하는 단계; 및 (4) 상기 (3)단계에 의해 제조된 혼합물을 경화시키는 단계;를 포함하는 전기폭발법에 의한 금속 나노 분말을 포함하는 에폭시 복합재 제조방법을 제공한다.

[0010] 상기 (2)단계에서 경화제는 에폭시 수지와 1:1의 당량비로 첨가되는 것을 특징으로 한다.

[0011] 상기 (4)단계에서 10 내지 20MPa의 압력으로 130 내지 170℃의 온도조건에서 경화시키는 것을 특징으로 한다.

[0012] 또한, 본 발명은 상기 제조방법에 의해 제조된 금속 나노 분말을 포함하는 에폭시 복합재를 제공한다.

발명의 효과

[0013] 상기와 같은 본 발명에 따르면, 기중 전기폭발법을 이용하여 제조된 알루미늄 나노 분말을 충전재로 활용하고, 에폭시 수지와 경화제를 혼합한 후 가열한 후에 상기 알루미늄 나노 분말을 혼합하여 에폭시 복합재를 제조하는 방법 및 상기와 같은 제조방법에 의해 제조된 금속 나노 분말을 포함하는 에폭시 복합재를 제공함으로써, 기계적인 혼합법에 의해 경제적인 방법으로 열전도도가 향상된 에폭시 복합재를 제공할 수 있을 뿐만 아니라, 열전도도의 향상으로 방열패드, 방열기판 등의 방열소재에 유용하게 사용할 수 있는 효과가 있다.

도면의 간단한 설명

[0014] 도 1 은 기중 전기폭발법에 의해 제조된 금속 나노 분말로 강화된 에폭시 복합재의 열전도도를 나타낸 그래프.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0015] 이하, 본 발명을 상세히 설명한다.

[0016] 본 발명은 (1) 기중 전기폭발법을 이용하여 알루미늄 나노 분말을 제조하는 단계;와 (2) 에폭시 수지 및 경화제의 혼합물을 60 내지 80℃로 가열한 후, 상기 (1)단계에 의해 제조된 알루미늄 나노 분말을 혼합하는 단계;와 (3) 상기 (2)단계에 의해 제조된 혼합물을 열처리한 후 기포를 제고하는 단계; 및 (4) 상기 (3)단계에 의해 제조된 혼합물을 경화시키는 단계;를 포함하는 전기폭발법에 의한 금속 나노 분말을 포함하는 에폭시 복합재 제조방법을 제공한다.

[0017] 상기 (1)단계에서 알루미늄을 사용하여 금속 나노 분말을 제조하였으나 본원발명에서 금속 분말을 제조하기 위한 금속은 Al, Cu, Au, In, Fe, Mo, Ni, Pd, Pt, Ag, Sn, Ti, W, Zn, Zr 등 와이어 제조가 가능한 모든 금속을 선택할 수 있다. 한편 기중 전기폭발법(pilsed wire evaporation method)은 증발-응축법의 하나로서 펄스파워를 이용하여 커패시터 (capacitor)에 충전된 고전압, 대전류를 금속도선에 순간적으로 방전함으로써 증발, 응축시켜 금속 나노 분말을 제조하는 방법이다. 또한, 질소 화합물을 형성하지 않는 금속 나노 분말을 제조하려는 경우 폭발 챔버 안의 분위기 가스는 아르곤(Ar)을 사용하는 것보다 질소(N_2)를 사용하는 것이 바람직하다. 이것은 아크 방전을 잘 일으키지 않는 정도인 전기 강도에 있어서 질소가 아르곤보다 4배 높고, 또한 밀도가 1.4배 정도 높기 때문으로 전기 폭발시 폭발을 위해 금속 도선에 주입되는 에너지가 주위의 가스로 방전되는 양이 훨씬 적고 효과적으로 도선에 공급될 수 있기 때문이다.

[0018] 상기 (2)단계에서 경화제는 에폭시 수지와 1:1의 당량비로 첨가되는 것이 바람직하고 상기 에폭시 수지와 경화제가 혼합된 후 60 내지 80℃로 가열한 후에 상기 (1)단계에서 제조한 알루미늄 나노 분말을 첨가하는 것이 바람직하다. 이는 에폭시 수지에서 강화제(충전재) 즉, 알루미늄 금속 나노 분말의 고른 분산을 위한 것이다. 에폭시 수지의 점도가 높게 되면, 에폭시 매트릭스 수지에 강화제의 고른 분산이 어려워 기계적 물성에 커다란 영향을 미치게 되나, 오히려 80℃를 초과하게 되면 경화제의 빠른 경화가 일어나기 때문에 부적합하다.

[0019] 더불어, 강화제(충전재)로 사용되는 기중 전기폭발법에 의해 제조된 알루미늄 나노 분말은 에폭시 수지 100중량부에 대하여 0.1 내지 1.0중량부를 첨가하는 것이 바람직하다. 그리고, 에폭시 수지는 비스페놀 A형 에폭시(Bisphenol-A type epoxy), 비스페놀 F형 에폭시(Bisphenol-F type epoxy), 노볼락 에폭시(Novolac epoxy), 난연성 에폭시(Flame-retardant epoxy), 환형지방족 에폭시(Cycloaliphatic epoxy) 및 고무 변성 에폭시(Rubber modified epoxy)를 포함하는 군에서 선택될 수 있고, 경화제는 에폭시 변성 이미다졸(Epoxy modified imidazole) 화합물 및 클로로페닐 디메틸우레아 (Dichlorophenyl dimethylurea) 화합물을 포함하는 군에서 선택될 수 있다.

[0020] 상기 (3)단계에서 40 내지 100℃에서 열처리하는 것이 바람직하고, 상기 (4)단계에서 10 내지 20MPa의 압력으로 130 내지 170℃의 온도조건에서 경화시키는 것이 바람직하다.

[0021] 이하, 실시예를 통하여 본 발명을 더욱 상세히 설명하고자 한다. 이들 실시예는 오로지 본 발명을 예시하기 위한 것으로서, 본 발명의 범위가 이들 실시예에 의해 제한되는 것으로 해석되지는 않는 것은 당업계에서 통상의 지식을 가진 자에게 있어서 자명할 것이다.

[0022] **실시예 1.**

[0023] 1-1. 기중 전기폭발법에 의한 알루미늄 나노 분말의 제조

[0024] 기중 전기폭발법은 전기 폭발에 의해 형성된 금속 증기가 연속적으로 공급되는 저압 가스에 의해 응축되면서 분말을 형성하는 일종의 가스 증방 응축법이라 할 수 있다. 따라서 연속적으로 장치 내에 가스를 공급해야 하며 이를 위한 제조 장비는 pulse power generator, 폭발 챔버, wire feeding system, 전기 필터, gas supply system, blower 등으로 구성된다. 금속 도선은 알루미늄 선 (>99.9%)를 사용하였으며, 직경은 0.45 mm이다. 알루미늄 선의 폭발 챔버 내에 삽입하는 길이는 88 mm, 전압은 26 kV로 하였다. 알루미늄의 산화물의 제조를 위해 폭발 챔버 내에 산소를 5 mL/min의 속도로 흘려주었다.

[0025] 1-2. 나노복합재료의 제조

[0026] 이관능성 에폭시 수지(diglycidylether of bisphenol A, DGEBA; 국도화학 YD-128, E.E.W=185~190 g/mol, 밀도 1.16 g/cm)에 대하여 상기 실시예 1-1.에서 얻은 알루미늄 나노분말을 20 phr로 물리적으로 혼합하고, 상기 혼합물에 대하여 경화제인 디아미노디이페닐 메탄(DDM)을 1 : 1의 당량비로 첨가한 후 3롤밀을 이용하여 1시간 이상 밀링하여 혼합한 다음 10 내지 20 MPa의 압력으로 130 내지 170°C에서 10내지 60분 동안 핫프레스에서 경화시켜 알루미늄 나노분말이 함유된 에폭시 나노복합재료를 제조하였다.

[0027] **실시예 2.**

[0028] 상기 실시예 1과 동일한 과정을 실시하되 40 phr의 기중 전기폭발법에 의해 제조된 알루미늄 분말을 첨가하여 나노복합재료를 제조하였다.

[0029] **실시예 3.**

[0030] 상기 실시예 1과 동일한 과정을 실시하되 60 phr의 기중 전기폭발법에 의해 제조된 알루미늄 분말을 첨가하여 나노복합재료를 제조하였다.

[0031] **실시예 4.**

[0032] 상기 실시예 1과 동일한 과정을 실시하되 80 phr의 기중 전기폭발법에 의해 제조된 알루미늄 분말을 첨가하여 나노복합재료를 제조하였다.

[0033] **실시예 5.**

[0034] 상기 실시예 1과 동일한 과정을 실시하되 100 phr의 기중 전기폭발법에 의해 제조된 알루미늄 분말을 첨가하여 나노복합재료를 제조하였다.

[0035] **비교예.**

[0036] 알루미늄 나노분말을 첨가하지 않고, 이관능성 에폭시 수지 (diglycidylether of bisphenol A, DGEBA; 국도화학 YD-128, E.E.W=185~190 g/mol, 밀도 1.16 g/cm에 경화제인 디아미노디이페닐메탄 (DDM)을 1 : 1의 당량비로 첨가한 후 경화시켜 순수 에폭시 조성물을 제조하였다.

[0037] **실험예 1. 열전도도 측정**

[0038] 상기 실시예 1~5에서 제조된 알루미늄 나노분말이 함유된 에폭시 나노복합재료의 열전도도는 연전도도 분석기(LFA 447, NETZSCH Instruments, Germany)를 이용하여 측정하였다. 이때, 시편의 두께는 1ㅁ0.5 mm의 두께를 가지며, 지름은 10 mm의 원형이며, 비교적 열전달 특성이 낮은 고분자 샘플의 열방사도를 향상시키기 위해 디스크 샘플 양면에 graphite 코팅을 한 후 열전도도를 측정하였다.

[0039] 도 1.은 열전도도 측정 결과로, 알루미늄 나노분말이 함유되지 않은 순수 에폭시 조성물(비교예)과 비교할 때, 알루미늄 나노분말의 함유량이 증가할수록 열전도도가 증가하였으며, 본 발명의 실시예 1~5에서 제조한 알루미늄 나노분말이 함유된 에폭시 나노복합재료의 평균 열전도도는 0.1 내지 1.2 W/mK인 것으로 확인되었다.

[0040] 이상, 본 발명내용의 특정한 부분을 상세히 기술하였는바, 당업계의 통상의 지식을 가진 자에게 있어서, 이러한 구체적인 기술은 단지 바람직한 실시양태일 뿐이며, 이에 의해 본 발명의 범위가 제한되는 것이 아닌 점은 명백할 것이다. 따라서 본 발명의 실질적인 범위는 첨부된 청구항들과 그것들의 등가물에 의해 정의된다고 할 것이다.

도면

도면1

