



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2022-0008533
(43) 공개일자 2022년01월21일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C08J 5/10 (2006.01) C08G 59/50 (2006.01)
C08J 3/24 (2006.01) C08J 3/28 (2006.01)
C08J 5/04 (2006.01) C08K 5/18 (2006.01)
C08L 63/00 (2006.01)
(52) CPC특허분류
C08J 5/10 (2013.01)
C08G 59/5033 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2020-0086731
(22) 출원일자 2020년07월14일
심사청구일자 2020년07월14일

(71) 출원인
인하대학교 산학협력단
인천광역시 미추홀구 인하로 100(용현동, 인하대 학교)
(72) 발명자
박수진
서울특별시 강남구 역삼로 315-1 개나리SK뷰, 501동 2101호
김성황
서울특별시 은평구 증산서길 106-14, 현대빌라 502호
(74) 대리인
이은철, 이수찬

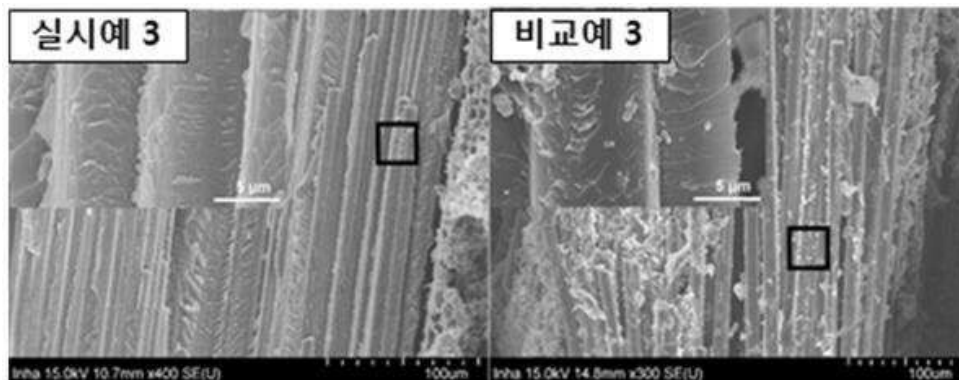
전체 청구항 수 : 총 15 항

(54) 발명의 명칭 그래핀 산화물이 도입된 현무암 섬유 강화 에폭시 복합소재 및 이의 제조방법

(57) 요약

본 명세서에는 그래핀 산화물이 도입된 현무암 섬유 강화 에폭시 복합소재 및 이의 제조방법이 개시된다. 본 명세서에 개시된 기술은 현무암 섬유 강화 에폭시 복합소재에 그래핀 산화물을 도입하여 계면 및 기계적 강도가 향상된 현무암 섬유 강화 에폭시 복합소재를 제공하는 효과가 있다.

대표도 - 도4



(52) CPC특허분류

C08J 3/24 (2021.05)

C08J 3/28 (2013.01)

C08J 5/0405 (2021.05)

C08K 3/042 (2017.05)

C08K 5/18 (2013.01)

C08K 7/04 (2013.01)

C08L 63/00 (2013.01)

명세서

청구범위

청구항 1

에폭시 수지;
산소 관능기를 갖고 탄소를 함유하는 산화물; 및
현무암 섬유를 포함하는 에폭시 복합소재.

청구항 2

제 1항에 있어서,
상기 산화물은 그래핀 산화물을 포함하는 것인, 에폭시 복합소재.

청구항 3

제 1항에 있어서,
상기 복합소재는 에폭시 수지 100 중량부를 기준으로 1 내지 5 중량부의 산화물을 포함하는 것인, 에폭시 복합소재.

청구항 4

제 1항에 있어서,
상기 복합소재는 에폭시 수지 100 중량부를 기준으로 40 내지 60 중량부의 현무암 섬유를 포함하는 것인, 에폭시 복합소재.

청구항 5

제 1항에 있어서,
상기 복합소재는 ASTM D-2344에 따라 측정 시 30 MPa 이상의 층간전단강도를 갖는 것인, 에폭시 복합소재.

청구항 6

제 1항에 있어서,
상기 복합소재는 ASTM E399에 따라 측정 시 $40 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 이상의 파괴인성을 갖는 것인, 에폭시 복합소재.

청구항 7

제 1항 내지 제 6항 중 어느 한 항에 따른 에폭시 복합소재의 제조방법으로,

- 1) 에폭시 수지 및 산소 관능기를 갖고 탄소를 함유하는 산화물을 유기용매와 혼합하여 1차 혼합물을 제조하는 단계;
- 2) 상기 1차 혼합물에 경화제를 첨가하여 2차 혼합물을 제조하는 단계; 및
- 3) 상기 2차 혼합물에 현무암 섬유를 함침시킨 후 경화하는 단계를 포함하는 에폭시 복합소재의 제조방법.

청구항 8

제 7항에 있어서,
상기 1)단계에서 유기용매는 아세톤을 포함하는 것인, 에폭시 복합소재의 제조방법.

청구항 9

제 7항에 있어서,

상기 1)단계는 유기용매에 산소 관능기를 갖고 탄소를 함유하는 산화물을 첨가하고 초음파 처리한 다음, 에폭시 수지를 첨가하고 열처리하는 것인, 에폭시 복합소재의 제조방법.

청구항 10

제 9항에 있어서,

상기 초음파 처리는 10 내지 50 ℃에서 실시하고, 열처리는 30 내지 70 ℃에서 실시하는 것인, 에폭시 복합소재의 제조방법.

청구항 11

제 7항에 있어서,

상기 1)단계는 1차 혼합물을 제조한 후 유기용매를 제거하여 1차 혼합물을 안정화하는 단계를 더 포함하는 것인, 에폭시 복합소재의 제조방법.

청구항 12

제 7항에 있어서,

상기 2)단계에서 경화제는 4,4'-디아미노디페닐메탄 (4,4'-diaminodiphenylmethane)을 포함하는 것인, 에폭시 복합소재의 제조방법.

청구항 13

제 7항에 있어서,

상기 2)단계는 2차 혼합물을 제조한 후 기포를 제거하여 2차 혼합물을 안정화하는 단계를 더 포함하는 것인, 에폭시 복합소재의 제조방법.

청구항 14

제 7항에 있어서,

상기 3)단계에서 경화는 60 내지 170℃에서 단계별로 온도를 증가시켜 점진적으로 경화하는 것인, 에폭시 복합소재의 제조방법.

청구항 15

제 14항에 있어서,

상기 3)단계에서 경화는 순차적으로 60 내지 90℃에서 1차 경화, 90℃ 초과 내지 125℃에서 2차 경화, 및 140 내지 170℃에서 3차 경화하는 것인, 에폭시 복합소재의 제조방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 명세서에는 그래핀 산화물이 도입된 현무암 섬유 강화 에폭시 복합소재 및 이의 제조방법이 개시된다.

배경 기술

[0002] 분자 내에 epoxy group(C-O-C)을 두 개 이상 가지고 있는 에폭시는 현무암 섬유와 경화시켜 단단하고 용해되지 않는 FRP(fiber-reinforced polymer composites) 소재로 제조할 수 있다. 에폭시의 높은 인장 탄성률, 접착 특성, 내화학성, 구조적 안정성 등의 특성과 현무암 섬유의 고강도, 저비중, 부식에 대한 강한 내화학성 등의 특성 때문에 현무암 섬유로 강화된 고분자 복합체는 좋은 대안으로 대두되고 있으며, 우주항공, 선박, 자동차 부품, 해양장비, 전기전자 산업 등에 다양하게 적용되고 있다. 그러나, 현무암 섬유는 그 구조적 결합과 화학적으로 불활성인 표면 때문에 에폭시 매트릭스 내부에서 낮은 계면 접착력을 나타낸다. 이러한 문제는 계면 및 기계

적 강도를 저하시키고 실제 산업 분야에 적용하는데 있어서 많은 제약이 되고 있다.

선행기술문헌

특허문헌

[0003] (특허문헌 0001) KR 10-2011-0051575 A

발명의 내용

해결하려는 과제

[0004] 일 측면에서, 본 명세서는 계면 및 기계적 강도가 향상된 현무암 섬유 강화 에폭시 복합소재를 제공하는 것을 목적으로 한다.

[0005] 다른 측면에서, 본 명세서는 상기 현무암 섬유 강화 에폭시 복합소재의 제조방법을 제공하는 것을 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

[0006] 일 측면에서, 본 명세서는 에폭시 수지; 산소 관능기를 갖고 탄소를 함유하는 산화물; 및 현무암 섬유를 포함하는 에폭시 복합소재를 제공한다.

[0007] 예시적인 일 구현 예에서, 상기 산화물은 그래핀 산화물을 포함하는 것일 수 있다.

[0008] 예시적인 일 구현 예에서, 상기 복합소재는 에폭시 수지 100 중량부를 기준으로 1 내지 5 중량부의 산화물을 포함하는 것일 수 있다.

[0009] 예시적인 일 구현 예에서, 상기 복합소재는 에폭시 수지 100 중량부를 기준으로 40 내지 60 중량부의 현무암 섬유를 포함하는 것일 수 있다.

[0010] 예시적인 일 구현 예에서, 상기 복합소재는 ASTM D-2344에 따라 측정 시 30 MPa 이상의 층간전단강도를 갖는 것일 수 있다.

[0011] 예시적인 일 구현 예에서, 상기 복합소재는 ASTM E399에 따라 측정 시 $40 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 이상의 파괴인성을 갖는 것일 수 있다.

[0012] 다른 측면에서, 본 명세서는 상기 에폭시 복합소재의 제조방법으로, 1) 에폭시 수지 및 산소 관능기를 갖고 탄소를 함유하는 산화물을 유기용매와 혼합하여 1차 혼합물을 제조하는 단계; 2) 상기 1차 혼합물에 경화제를 첨가하여 2차 혼합물을 제조하는 단계; 및 3) 상기 2차 혼합물에 현무암 섬유를 함침시킨 후 경화하는 단계를 포함하는 에폭시 복합소재의 제조방법을 제공한다.

[0013] 예시적인 일 구현 예에서, 상기 1)단계에서 유기용매는 아세톤을 포함하는 것일 수 있다.

[0014] 예시적인 일 구현 예에서, 상기 1)단계는 유기용매에 산소 관능기를 갖고 탄소를 함유하는 산화물을 첨가하고 초음파 처리한 다음, 에폭시 수지를 첨가하고 열처리하는 것일 수 있다.

[0015] 예시적인 일 구현 예에서, 상기 초음파 처리는 10 내지 50 °C에서 실시하고, 열처리는 30 내지 70 °C에서 실시하는 것일 수 있다.

[0016] 예시적인 일 구현 예에서, 상기 1)단계는 1차 혼합물을 제조한 후 유기용매를 제거하여 1차 혼합물을 안정화하는 단계를 더 포함하는 것일 수 있다.

[0017] 예시적인 일 구현 예에서, 상기 2)단계에서 경화제는 4,4'-디아미노디페닐메탄 (4,4'-diaminodiphenylmethane)을 포함하는 것일 수 있다.

[0018] 예시적인 일 구현 예에서, 상기 2)단계는 2차 혼합물을 제조한 후 기포를 제거하여 2차 혼합물을 안정화하는 단계를 더 포함하는 것일 수 있다.

[0019] 예시적인 일 구현 예에서, 상기 3)단계에서 경화는 60 내지 170°C에서 단계별로 온도를 증가시켜 점진적으로 경

화하는 것일 수 있다.

[0020] 예시적인 일 구현예에서, 상기 3)단계에서 경화는 순차적으로 60 내지 90℃에서 1차 경화, 90℃ 초과 내지 125℃에서 2차 경화, 및 140 내지 170℃에서 3차 경화하는 것일 수 있다.

발명의 효과

[0021] 일 측면에서, 본 명세서에 개시된 기술은 계면 및 기계적 강도가 향상된 현무암 섬유 강화 에폭시 복합소재를 제공하는 효과가 있다.

[0022] 다른 측면에서, 본 명세서에 개시된 기술은 상기 현무암 섬유 강화 에폭시 복합소재의 제조방법을 제공하는 효과가 있다.

[0023] 또 다른 측면에서, 본 명세서에 개시된 기술은 그래핀 산화물을 필러로 사용하여 에폭시 수지에 첨가함으로써, 그래핀 산화물의 산소 관능기가 열경화성 수지로 가공이 용이한 에폭시 수지와 강한 계면 접착력을 이끌어내어, 열적 특성 및 기계적 강도가 크게 향상된 현무암 섬유 강화 에폭시 복합소재를 제공하는 효과가 있다.

도면의 간단한 설명

[0024] 도 1은 일 실시예에 따른 그래핀 산화물이 첨가된 현무암 섬유 강화 에폭시 복합소재와 일 비교예에 따른 현무암 섬유 강화 에폭시 복합소재의 표면 에너지를 비교한 그래프이다.

도 2는 일 실시예에 따른 그래핀 산화물이 첨가된 현무암 섬유 강화 에폭시 복합소재와 일 비교예에 따른 현무암 섬유 강화 에폭시 복합소재의 층간전단강도(interlaminar shear strength, ILSS)를 비교한 그래프이다.

도 3은 일 실시예에 따른 그래핀 산화물이 첨가된 현무암 섬유 강화 에폭시 복합소재와 일 비교예에 따른 현무암 섬유 강화 에폭시 복합소재의 파괴인성(fracture toughness, KIC)을 비교한 그래프이다.

도 4는 일 실시예에 따른 그래핀 산화물이 첨가된 현무암 섬유 강화 에폭시 복합소재와 일 비교예에 따른 현무암 섬유 강화 에폭시 복합소재의 파괴인성 측정 후 파단면의 SEM 사진이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0025] 이하, 본 명세서를 상세히 설명한다.

[0026] 일 측면에서, 본 명세서는 에폭시 수지; 산소 관능기를 갖고 탄소를 함유하는 산화물; 및 현무암 섬유를 포함하는 에폭시 복합소재를 제공한다.

[0027] 예시적인 일 구현예에서, 상기 산화물은 그래핀 산화물을 포함하는 것일 수 있다. 그래핀 산화물의 작용기 -OH, -C=O, -COOH와 같은 산소 함유 관능기는 에폭시 매트릭스 내에서의 계면 접착력을 향상시켜 줄 수 있다. 특히, 그래핀 산화물은 나노 스케일의 우수한 특성을 마이크로 스케일로 전달할 수 있는 기능성을 제공한다. 본 명세서에 따른 현무암 섬유 강화 에폭시 복합소재는 2D 재료로 이루어진 그래핀 산화물을 도입하여 현무암 섬유의 에폭시 수지와 계면 상호작용과 분산력을 크게 향상시키고 종래 현무암 섬유 강화 에폭시 복합소재 대비 강한 계면 강도와 기계적 특성을 나타내는 효과가 있다.

[0028] 예시적인 일 구현예에서, 상기 그래핀 산화물은 허머스(Hummers) 방법으로 제조된 것일 수 있다.

[0029] 예시적인 일 구현예에서, 상기 그래핀 산화물은 다음과 같은 방법으로 제조된 것일 수 있다: 흑연 3g을 황산(H_2SO_4) 원액 360 mL과 인산(H_3PO_4) 원액 40 mL을 혼합한 산성 용액에 넣은 뒤, 얼음물 중탕 하에서 과망간산칼륨($KMnO_4$) 18g을 천천히 첨가한다. $KMnO_4$ 를 완전히 용해시킨 뒤, 용액의 온도를 40 내지 50℃의 온도 범위에서 가열하여 유지시킨다. 12 내지 24시간 동안 반응시키는 것이 바람직할 수 있다. 반응이 끝난 용액을 상온까지 천천히 냉각시킨 후 얼음이 담긴 유리조차에 교반시키며 천천히 부어준다. 얼음이 모두 용해되고 용액의 온도를 낮은 온도로 유지시키며 과산화수소(H_2O_2)를 거품이 생성되지 않을 때까지 천천히 첨가한다. 이후, 증류수, 10% 염산 용액, 에탄올을 이용하여 세척한 후, 증류수를 이용하여 용액의 pH가 6 내지 7에 도달할 때까지 중성화 및 세척을 진행한다. 이후, 중성화된 그래핀 산화물 용액을 동결건조 (온도 -50 내지 -80℃, 압력 0.065bar)하여 그래핀 산화물을 수득한다.

[0030] 예시적인 일 구현예에서, 상기 복합소재는 에폭시 수지 100 중량부를 기준으로 1 내지 5 중량부의 산화물을 포함하는 것일 수 있다. 다른 예시적인 일 구현예에서, 상기 복합소재는 에폭시 수지 100 중량부를 기준으로 2 내

지 4 중량부의 산화물을 포함하는 것이 계면 및 기계적 강도 향상에 있어서 바람직할 수 있다.

- [0031] 예시적인 일 구현예에서, 상기 복합소재는 에폭시 수지 100 중량부를 기준으로 40 내지 60 중량부의 현무암 섬유를 포함하는 것일 수 있다.
- [0032] 예시적인 일 구현예에서, 상기 복합소재는 ASTM D-2344에 따라 측정 시 30 MPa 이상, 또는 35 MPa 이상, 또는 35 내지 45 MPa의 층간전단강도를 갖는 것일 수 있다.
- [0033] 예시적인 일 구현예에서, 상기 복합소재는 ASTM E399에 따라 측정 시 $40 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 이상, 또는 $55 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 이상, 또는 55 내지 $70 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 의 파괴인성을 갖는 것일 수 있다.
- [0034] 다른 측면에서, 본 명세서는 상기 에폭시 복합소재의 제조방법으로, 1) 에폭시 수지 및 산소 관능기를 갖고 탄소를 함유하는 산화물을 유기용매와 혼합하여 1차 혼합물을 제조하는 단계; 2) 상기 1차 혼합물에 경화제를 첨가하여 2차 혼합물을 제조하는 단계; 및 3) 상기 2차 혼합물에 현무암 섬유를 함침시킨 후 경화하는 단계를 포함하는 에폭시 복합소재의 제조방법을 제공한다.
- [0035] 예시적인 일 구현예에서, 상기 1)단계에서 산화물은 에폭시 수지 100 중량부를 기준으로 1 내지 5 중량부로 혼합하는 것일 수 있다. 다른 예시적인 일 구현예에서, 상기 1)단계에서 산화물은 에폭시 수지 100 중량부를 기준으로 2 내지 4 중량부로 혼합하는 것이 계면 및 기계적 강도 향상에 있어서 바람직할 수 있다.
- [0036] 예시적인 일 구현예에서, 상기 1)단계에서 유기용매는 아세톤을 포함하는 것일 수 있다.
- [0037] 예시적인 일 구현예에서, 상기 1)단계는 유기용매에 산소 관능기를 갖고 탄소를 함유하는 산화물을 첨가하고 초음파 처리한 다음, 에폭시 수지를 첨가하고 열처리하는 것일 수 있다. 이에 따라 안정된 분산액을 수득할 수 있다.
- [0038] 예시적인 일 구현예에서, 상기 초음파 처리는 10 내지 50 °C에서 실시하는 것이 바람직할 수 있다.
- [0039] 예시적인 일 구현예에서, 상기 초음파 처리는 1 내지 2시간 동안 실시하는 것이 바람직할 수 있다.
- [0040] 예시적인 일 구현예에서, 상기 열처리는 30 내지 70 °C에서 실시하는 것이 바람직할 수 있다.
- [0041] 예시적인 일 구현예에서, 상기 열처리는 혼합물을 1 내지 4시간 동안 교반하는 것을 포함하는 것이 바람직할 수 있다.
- [0042] 예시적인 일 구현예에서, 상기 1)단계는 1차 혼합물을 제조한 후 유기용매를 제거하여 1차 혼합물을 안정화하는 단계를 더 포함하는 것일 수 있다.
- [0043] 예시적인 일 구현예에서, 상기 1차 혼합물의 안정화 단계는 100 내지 150 °C에서 열처리하여 유기용매를 제거하는 것일 수 있다.
- [0044] 예시적인 일 구현예에서, 상기 1차 혼합물의 안정화 단계는 4 내지 10시간 동안 유기용매를 제거하는 것일 수 있다.
- [0045] 예시적인 일 구현예에서, 상기 2)단계에서 경화제는 1차 혼합물의 유기용매를 제거한 후 첨가하는 것이 바람직할 수 있다.
- [0046] 예시적인 일 구현예에서, 상기 2)단계에서 경화제는 4,4'-디아미노디페닐메탄 (4,4'-diaminodiphenylmethane)을 포함하는 것일 수 있다.
- [0047] 예시적인 일 구현예에서, 상기 2)단계에서 경화제는 에폭시 수지 100 중량부를 기준으로 34 내지 36 중량부로 첨가되는 것일 수 있다.
- [0048] 예시적인 일 구현예에서, 상기 2)단계는 경화제를 첨가한 후 20 내지 70 °C에서 반응시켜 2차 혼합물을 제조하는 것일 수 있다.
- [0049] 예시적인 일 구현예에서, 상기 2)단계는 경화제를 첨가한 후 1 내지 5시간 동안 반응시켜 2차 혼합물을 제조하는 것일 수 있다.
- [0050] 예시적인 일 구현예에서, 상기 2)단계는 2차 혼합물을 제조한 후 기포를 제거하여 2차 혼합물을 안정화하는 단계를 더 포함하는 것일 수 있다. 기포를 제거함으로써 에폭시 복합재료의 계면 및 기계적 강도가 저하되는 것을

방지할 수 있다.

- [0051] 예시적인 일 구현예에서, 상기 2차 혼합물의 안정화 단계는 진공 오븐에서 안정화하는 것일 수 있다.
- [0052] 예시적인 일 구현예에서, 상기 2차 혼합물의 안정화 단계는 감압 하에서 10 내지 60 ℃에서 기포를 제거하는 것일 수 있다.
- [0053] 예시적인 일 구현예에서, 상기 2차 혼합물의 안정화 단계는 감압 하에서 1 내지 3시간 동안 기포를 제거하는 것일 수 있다.
- [0054] 예시적인 일 구현예에서, 상기 3)단계에서 현무암 섬유는 2차 혼합물의 기포를 제거한 후 첨가하는 것이 바람직할 수 있다.
- [0055] 예시적인 일 구현예에서, 상기 3)단계에서 현무암 섬유는 에폭시 수지 100 중량부를 기준으로 40 내지 60 중량부로 첨가하는 것일 수 있다.
- [0056] 예시적인 일 구현예에서, 상기 3)단계에서 경화는 60 내지 170℃, 또는 110 내지 170℃에서 실시하는 것일 수 있다. 이에 따라, 경화 온도가 너무 낮아 완전히 경화되지 않을 수 있는 문제를 예방하고 경화 온도가 너무 높아 물성 저하를 초래할 수 있는 문제를 예방할 수 있다.
- [0057] 예시적인 일 구현예에서, 상기 3)단계에서 경화는 3 내지 6시간 동안 실시하는 것일 수 있다.
- [0058] 예시적인 일 구현예에서, 상기 3)단계에서 경화는 단계별로 온도를 증가시켜 점진적으로 경화하는 것일 수 있다. 온도를 증가시키며 점진적으로 경화함으로써 기공이 발생하거나 함침성이 저하되는 것을 방지하고, 에폭시 복합재료의 계면 및 기계적 강도를 향상시켜 주는 효과가 있다.
- [0059] 예시적인 일 구현예에서, 상기 3)단계에서 경화는 60 내지 170℃에서 단계별로 온도를 증가시켜 점진적으로 경화하는 것일 수 있다.
- [0060] 예시적인 일 구현예에서, 상기 3)단계에서 경화는 순차적으로 60 내지 90℃에서 1차 경화 (안정화 단계), 90℃ 초과 내지 125℃에서 2차 경화(가경화 단계), 및 140 내지 170℃에서 3차 경화(경화 단계)하는 것일 수 있다.
- [0061] 예시적인 일 구현예에서, 상기 1차 경화, 2차 경화 및 3차 경화는 각각 1 내지 2시간 동안 실시하는 것일 수 있다.
- [0062] 본 명세서에 따른 에폭시 복합소재의 제조방법은 현무암 섬유 강화 에폭시 복합소재에 산소 관능기를 갖고 탄소를 함유하는 산화물, 예컨대 그래핀 산화물을 도입하여 계면 및 기계적 강도가 크게 향상된 현무암 섬유 강화 에폭시 복합소재를 제조하는 효과가 있다.
- [0064] 이하, 실시예를 통하여 본 명세서를 더욱 상세히 설명하고자 한다. 이들 실시예는 오로지 본 명세서를 예시하기 위한 것으로서, 본 명세서의 범위가 이들 실시예에 의해 제한되는 것으로 해석되지 않는 것은 당업계에서 통상의 지식을 가진 자에게 있어서 자명할 것이다.
- [0066] 실시예 1.
- [0067] 아세톤(C_3H_6O) 200 mL에 에폭시 수지 100 중량부 대비 1 중량부의 그래핀 산화물을 넣은 다음, 40 내지 45℃의 온도 범위에서 1시간 동안 초음파 처리하여 분산시켰다. 이 혼합물에 에폭시 수지를 넣은 다음, 50 내지 55℃의 온도 범위에서 가열하여 유지시키고 2시간 동안 교반하였다. 이후, 유기용매를 130 내지 140℃의 온도 범위에서 5 내지 6시간 동안 제거하였다. 잔류하는 그래핀 산화물과 에폭시 수지에 4,4'-디아미노디페닐메탄을 경화제로 에폭시 수지 100 중량부 대비 34 내지 36 중량부로 첨가하고 30 내지 35℃의 온도 범위에서 5시간 동안 반응시켰다. 이후, 진공 오븐에서 감압 하에 20 내지 25℃의 온도 범위에서 1시간 동안 기포를 제거하였다. 그 다음, 에폭시 수지 100 중량부 대비 50 중량부의 현무암 섬유를 금형에 수작업으로 함침시킨 후, 핫 프레스에서 1단계는 60 내지 90℃의 온도 범위에서 1 내지 2시간, 2단계는 90℃ 초과 내지 125℃의 온도 범위에서 1 내지 2시간, 3단계는 140 내지 170℃의 온도 범위에서 1 내지 2시간 동안 총 3단계로 경화시켜 그래핀 산화물이 첨가된 현무암 섬유 강화 에폭시 복합소재를 제조하였다.

- [0069] 실시예 2.
- [0070] 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 에폭시 복합소재를 제조하되, 에폭시 수지 100 중량부 대비 2 중량부의 그래핀 산화물을 넣어 그래핀 산화물이 첨가된 현무암 섬유 강화 에폭시 복합소재를 제조하였다.
- [0072] 실시예 3.
- [0073] 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 에폭시 복합소재를 제조하되, 에폭시 수지 100 중량부 대비 3 중량부의 그래핀 산화물을 넣어 그래핀 산화물이 첨가된 현무암 섬유 강화 에폭시 복합소재를 제조하였다.
- [0075] 실시예 4.
- [0076] 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 에폭시 복합소재를 제조하되, 에폭시 수지 100 중량부 대비 4 중량부의 그래핀 산화물을 넣어 그래핀 산화물이 첨가된 현무암 섬유 강화 에폭시 복합소재를 제조하였다.
- [0078] 실시예 5.
- [0079] 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 에폭시 복합소재를 제조하되, 에폭시 수지 100 중량부 대비 5 중량부의 그래핀 산화물을 넣어 그래핀 산화물이 첨가된 현무암 섬유 강화 에폭시 복합소재를 제조하였다.
- [0081] 비교예 1.
- [0082] 100g의 에폭시 수지를 50 내지 55℃의 온도 범위에서 가열하여 유지시키고 2시간 동안 교반하였다. 이후, 에폭시 수지에 4,4'-디아미노디페닐메탄을 경화제로 에폭시 수지 100 중량부 대비 34 내지 36 중량부로 첨가하고 30 내지 35℃의 온도 범위에서 5시간 동안 반응시켰다. 이후, 진공 오븐에서 감압 하에 20 내지 25℃의 온도 범위에서 1시간 동안 기포를 제거하였다. 그 다음, 에폭시 수지 100 중량부 대비 50 중량부의 현무암 섬유를 금형에 수작업으로 함침시킨 후, 핫 프레스에서 1단계는 60 내지 90℃의 온도 범위에서 1 내지 2시간, 2단계는 90℃ 초과 내지 125℃의 온도 범위에서 1 내지 2시간, 3단계는 140 내지 170℃의 온도 범위에서 1 내지 2시간 동안 총 3단계로 경화시켜 현무암 섬유 강화 에폭시 복합소재를 제조하였다.
- [0084] 비교예 2.
- [0085] 상기 비교예 1과 동일한 방법으로 에폭시 복합소재를 제조하되, 에폭시 수지 중량을 80g으로 하여 현무암 섬유 강화 에폭시 복합소재를 제조하였다.
- [0087] 비교예 3.
- [0088] 상기 비교예 1과 동일한 방법으로 에폭시 복합소재를 제조하되, 에폭시 수지 중량을 60g으로 하여 현무암 섬유 강화 에폭시 복합소재를 제조하였다.

표 1

샘플명	필러 종류	필러 함량 (중량g)	수지 함량 (중량 g)	분산 시간 (min)	교반 시간 (min)	기포제거 시간 (min)	경화 온도 (℃)
실시예 1	그래핀 산화물	1	100	60	120	60	170
실시예 2	그래핀 산화물	2	100	60	120	60	170
실시예 3	그래핀 산화물	3	100	60	120	60	170

실시예 4	그래핀 산화물	4	100	60	120	60	170
실시예 5	그래핀 산화물	5	100	60	120	60	170
비교예 1	-	-	100	60	120	60	170
비교예 2	-	-	80	60	120	60	170
비교예 3	-	-	60	60	120	60	170

[0091] 측정예 1. 에폭시 복합소재의 표면 에너지 시험

[0092] 표면 에너지는 Rame-Hart 고니 오 미터(Phoenix 300 Plus, SEO Co.)를 사용하여 3가지 표준 습윤액(증류수, 디요오도 메탄, 에틸렌 글리콜)에 대한 에폭시 복합소재의 접촉각을 측정하였다.

[0094] 측정예 2. 에폭시 복합소재의 ILSS 시험

[0095] ILSS 시험은 만능재료시험기(Lloyd LR5k)를 사용하여 에폭시 복합소재를 ASTM D-2344에 따라 시편을 제조한 후 short-beam 3포인트 굽힘 시험 방법으로 측정하였다.

[0097] 측정예 3. 에폭시 복합소재의 파괴인성 시험

[0098] 파괴인성 시험은 만능재료시험기(Lloyd LR5k)를 사용하여 에폭시 복합소재를 ASTM E399에 따라 시편을 제조한 후 3포인트 굽힘 시험 방법으로 측정하였다.

[0100] 측정예 4. 에폭시 복합소재의 파괴인성 시험 후 파단면 관찰

[0101] 주사전자현미경(scanning electron microscopy, SEM, SU 8010, Hitachi, Ltd., Japan)을 사용하여 파괴인성 시험 후 에폭시 복합소재의 구조를 변화시켰는지 여부를 관찰하였다.

표 2

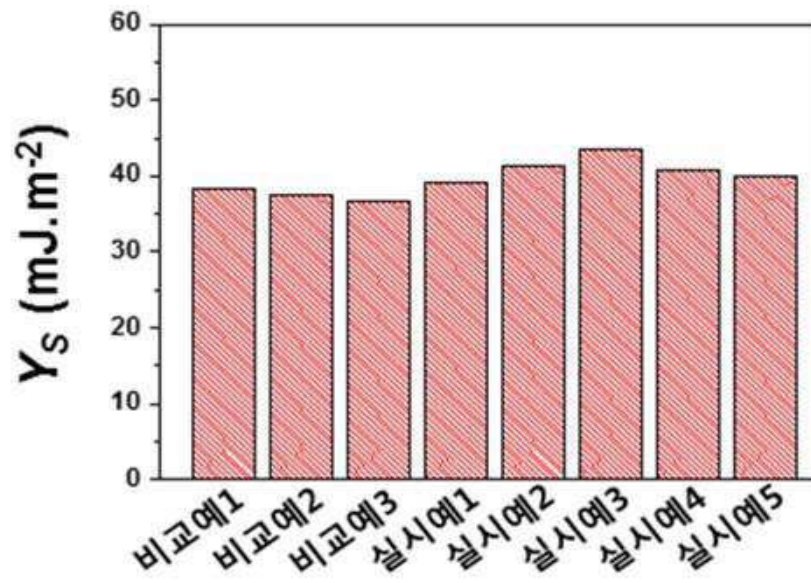
[0103]

	표면에너지 ($\text{mJ} \cdot \text{m}^{-2}$)	ILSS (MPa)	파괴인성 ($\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$)
실시예 1	39.2	32.7 ± 5.2	44.5 ± 4.1
실시예 2	41.2	39.1 ± 2.1	58.8 ± 0.9
실시예 3	43.6	43.8 ± 1.7	67.1 ± 1.1
실시예 4	40.8	36.5 ± 1.8	56.2 ± 2.1
실시예 5	39.9	34.1 ± 2.4	46.3 ± 1.5
비교예 1	38.4	28.3 ± 3.4	37.1 ± 5.1
비교예 2	37.6	25.6 ± 2.4	32.3 ± 4.8
비교예 3	36.8	23.6 ± 1.6	28.4 ± 2.2

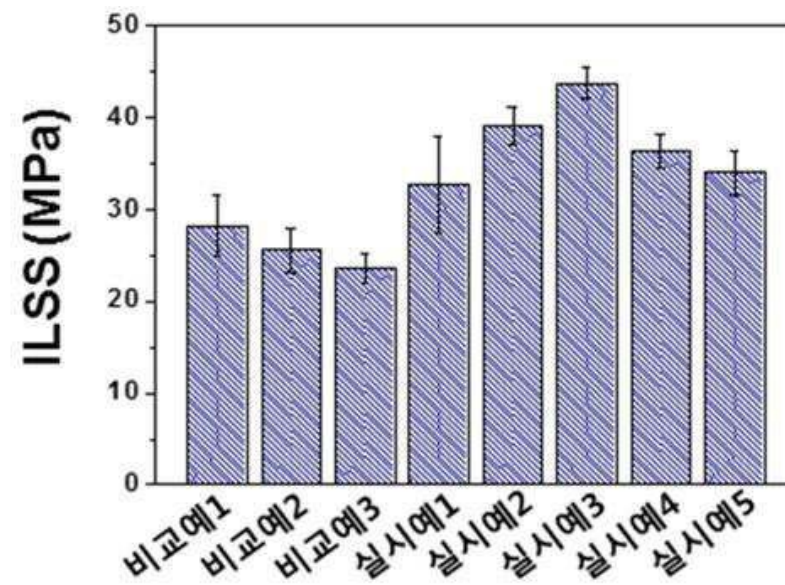
[0104] 이상, 본 명세서의 특정한 부분을 상세히 기술하였는바, 당업계의 통상의 지식을 가진 자에게 있어서, 이러한 구체적인 기술은 단지 바람직한 실시 태양일 뿐이며, 이에 의해 본 명세서의 범위가 제한되는 것이 아닌 점은 명백할 것이다. 따라서 본 명세서의 실질적인 범위는 첨부된 청구항들과 그것들의 등가물에 의해 정의된다고 할 것이다.

도면

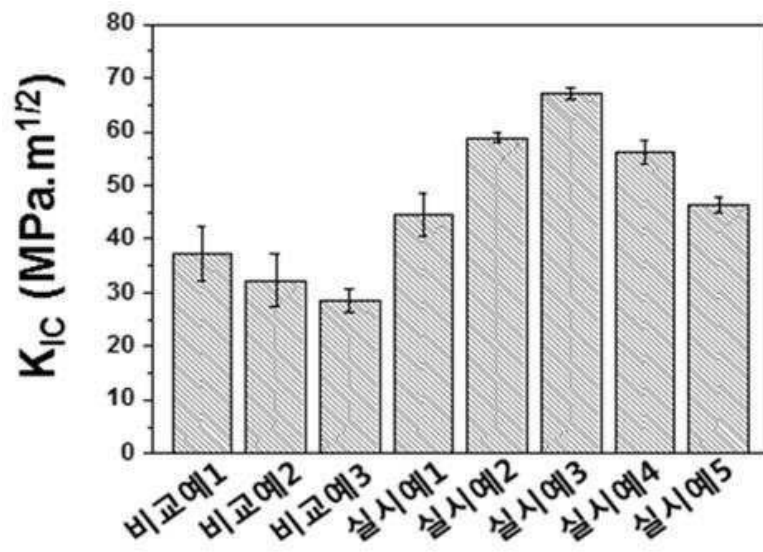
도면1



도면2



도면3



도면4

