



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2021-0110973
(43) 공개일자 2021년09월10일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
H05K 9/00 (2018.01) C01B 32/21 (2017.01)
H01F 1/153 (2006.01)
(52) CPC특허분류
H05K 9/0081 (2013.01)
C01B 32/21 (2021.01)
(21) 출원번호 10-2020-0025904
(22) 출원일자 2020년03월02일
심사청구일자 2020년03월02일

(71) 출원인
인하대학교 산학협력단
인천광역시 미추홀구 인하로 100(용현동, 인하대학교)
(72) 발명자
심상은
인천광역시 연수구 송도문화로28번길 81, 105동 903호
황소산
인천광역시 미추홀구 한나루로463번길 56, 1층
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
특허법인 공간

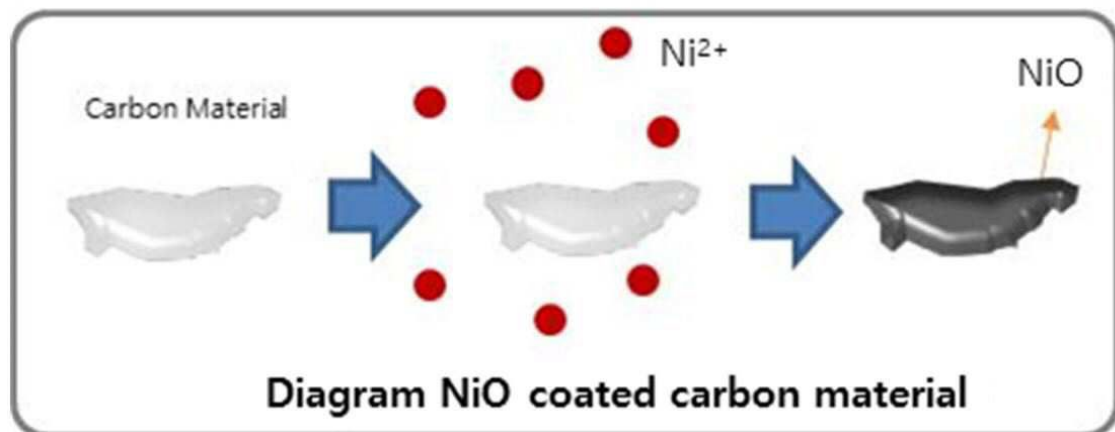
전체 청구항 수 : 총 6 항

(54) 발명의 명칭 전자파 차폐 복합체의 제조방법 및 이에 따라 제조된 전자파 차폐 복합체

(57) 요약

본 발명은 전자파 차폐 복합체의 제조방법에 관한 것으로서, 탄소 소재, 알루미늄 및 자성체의 전구체를 분말 형태로 0 내지 25 ℃에서 혼합하여, 혼합분말을 제조하는 제 1 단계; 상기 혼합분말에 반응물로서 수분을 첨가하여 35 내지 95 ℃에서 가열함으로써, 탄소코어에 자성체가 코팅된 전자파 차폐 복합체를 제조하는 제 2 단계; 및 상기 2 단계 후, 세척 및 건조하는 제 3 단계;를 포함하는 것을 특징으로 하는, 전자파 차폐 복합체의 제조방법에 관한 것이다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

H01F 1/15316 (2013.01)

(72) 발명자

김진철

전라남도 고흥군 금산면 거금일주로 1514, 606

소재일

인천광역시 미추홀구 소성로 72 장미아파트 12동
408호

이재원

인천광역시 서구 탁옥로74번길 3 한국아파트 202동
313호

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 1415162439

부처명 산업통상자원부

과제관리(전문)기관명 한국산업기술평가관리원

연구사업명 산업소재핵심기술개발사업(화학공정소재)

연구과제명 차량 주변인식 전장 시스템 및 ICT용 전자파 차폐/흡수/방열 융합 소재 및 제품화
기술 개발 (5차년도)

기 여 율 1/1

과제수행기관명 (주)비츠로밀텍

연구기간 2019.02.01 ~ 2019.12.31

명세서

청구범위

청구항 1

탄소 소재, 알루미늄 및 자성체의 전구체를 분말 형태로 0 내지 25 ℃에서 혼합하여, 혼합분말을 제조하는 제 1 단계;

상기 혼합분말에 반응물로서 수분을 첨가하여 35 내지 95 ℃에서 가열함으로써, 탄소코어에 자성체가 코팅된 전자파 차폐 복합체를 제조하는 제 2 단계; 및

상기 2 단계 후, 세척 및 건조하는 제 3 단계;를 포함하는 것을 특징으로 하는, 전자파 차폐 복합체의 제조방법.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

상기 탄소 소재 100 중량부에 대해 알루미늄은 10 내지 50 중량부로 포함되고, 자성체의 전구체는 100 내지 500 중량부로 포함되는 것을 특징으로 하는, 전자파 차폐 복합체의 제조방법.

청구항 3

제 1 항에 있어서,

상기 제 2 단계에서 수분은 물 또는 수증기이고, 혼합분말에 수분은 중량부 기준으로 1 : 0.05 내지 0.5 의 비율로 첨가되는 것을 특징으로 하는, 전자파 차폐 복합체의 제조방법.

청구항 4

제 1 항에 있어서,

상기 자성체의 전구체는 염화철(II), 염화철(III), 염화니켈, 염화코발트, 질산철(II), 질산철(III), 질산니켈 및 질산코발트로 이루어진 군 중에서 선택되는 어느 하나 이상인 것을 특징으로 하는, 전자파 차폐 복합체의 제조방법.

청구항 5

제 1 항에 있어서,

상기 탄소 소재는 구형 또는 판상으로,

그래파이트(Graphite), 그래핀(Graphene), 확장된 그래파이트(Expanded graphite) 및 카본 나노튜브(Carbon nano tube)로 이루어진 군 중에서 선택되는 어느 하나 이상인 것을 특징으로 하는, 전자파 차폐 복합체의 제조방법.

청구항 6

제 1 항 내지 제 5 항 중 어느 한 항에 따른 제조방법으로 제조된 것을 특징으로 하는, 전자파 차폐 복합체.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 전자파 차폐 복합체의 제조방법에 관한 것으로서, 상세하게는 탄소 소재, 알루미늄 및 자성체의 전구체를 건식 반응시킴으로써, 고온의 어닐링 공정 없이도 탄소 코어에 자성체가 용이하게 코팅되어 높은 자성 및 전자파 차폐 효율을 나타내도록 하는, 전자파 차폐 복합체의 제조방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 근래의 스마트폰(smart phone), 초고화질 디스플레이(UHD display), 사물인터넷(IOT), 자동차 부품 등의 human interface 및 home appliance 분야 전자기기의 발전과 맞물려, 사용 전파의 주파수(Hz) 영역대 확장, 전자기기 회로의 초-고집적화, 전자결제시스템(NFC)과 무선충전기(WPC)의 대중화 및 인식거리의 증가, 전자식별(RFID) 시스템의 적용분야 확장, 자동차의 전자-통신기기화의 양상을 보여왔다. 이에 해당 첨단기기들로부터 방출되는 전자파로 인한 주변 전자 기기의 장애, 오작동 및 성능저하, 인체유해성을 가지는 전자파 증후군(video display terminal syndrome, VDTs)에 대한 우려 및 그들이 가지는 잠재적인 문제점들이 현격히 대두되고 있다. 국내외의 정부기관에서는 이를 인지하고 전자파 상해를 예방하는 차원에서 해당 기기들의 전자파 규제 및 관리를 강화하여 오고 있으며, 기업 및 연구소에서는 이를 기술적으로 대응하여 오고 있는 실정이다.

[0003] 전자파 간섭(Electromagnetic interference, EMI)을 차폐하는 방법은 크게 두 가지 개념으로, 반사와 흡수가 있다. 반사는 보호하고자 하는 대상의 표면에 전자파 반사능을 가진 코팅제 또는 복합체로 봉지하여서 입사하는 전자파의 진행 방향을 바꾸어서 전자파 장애를 방지하는 것을 의미하며, 흡수는 전자파 차폐 재료에 투과된 전자파를 열에너지로 바뀌어서 소산시키는 방법이다. 반사는 단순히 전자파의 진행 방향을 바꾼 것이기 때문에 기기 내의 다른 전자 부품이나 근처의 생명체에 2차 피해를 가할 가능성이 크다. 반면 흡수는 입사된 전자파를 소산시켜서, 2차적으로 발생하는 전자파를 원천적으로 방지할 수 있기에 전자파 장애의 근본적인 해결책으로 각광받고 있다.

[0004] 전자파 차폐의 흡수 메커니즘에 의하면, 유전체나 자성체 물질은 외부에서 전자기장이 가해지면 물질 내부에 무질서하게 분포되어 있던 전기 분극(electric dipole)들이나 자기 분극(magnetic dipole)들이 전자기장의 방향에 따라 정렬되는데, 이 과정에서 물질 내부에 미세 분극들은 전자기장 변화를 따라잡지 못하고 정렬이 되지 않는다. 이와 같이 분극 사이에 시간 지연이 발생하면 전자파 에너지 일부가 열에너지로 전환된다. 상기 원리를 활용하여 전자파 흡수/차폐제가 개발되고 있다.

[0005] 흡수/차폐제로 쓰이는 물질은 투자율이 높은 부류, 그리고 공기와 임피던스 차이가 작고 유전율이 높은 부류로 이루어진다. 투자율이 높은 단일 금속으로 이루어진 자성물질로는 Fe, Fe₃O₄, γ-Fe₂O₃, Co, Co₃O₄, Ni, NiO, CrO₂, Gd, Dy, EuO가, 상이한 금속 2종 이상을 혼합한 자성물질로는 CoFe₂O₄, NiFe₂O₄, CuFe₂O₄, MnFe₂O₄, MgFe₂O₄, BaFe₁₂O₁₉, MnBi, MnSb, Y₃Fe₅O₁₂, MnAs가 있다. 단일 금속의 경우 금속에 따라 고유의 포화 자기(saturation magnetization), 잔류 자기(remnant magnetization), 보자력(coercivity)이 결정된다. 반면 상이한 금속 2종 이상이 혼합된 자성물질은 각각 금속들의 상대적인 비, 금속 상, 그리고 가공 방법에 따라서 포화 자기, 잔류 자기, 보자력을 조절할 수 있으며, 경우에 따라 그들의 조합에 따른 시너지 효과로부터 단일 금속보다 더 향상된 포화 자기 기대할 수 있다. 공기와 임피던스 차이가 작고 유전율이 높은 물질로는 탄소 소재(carbon fiber, graphite, graphene nanoplatelet, carbon nanotube, graphene 등)가 주로 제시되고 있다.

[0006] 이에, 상기와 같은 흡수/차폐 성능을 갖는 물질들을 포함한 전자파 차폐제 또는 이의 제조방법에 관하여 연구되고 있으며, 이와 관련하여 한국 등록특허공보 제 10-1467993호(2014.11.26)는 전자파 흡수를 위한 그래핀-자성 금속 복합체 및 이의 제조방법에 관한 것으로서, 그래핀 옥사이드(GO) 분산액과, 1 종 이상의 자성금속을 포함하는 금속염을 혼합한 후, 이를 환원하여 열처리함으로써, 환원된 그래핀 옥사이드(Reduced Graphene Oxide, RGO) 표면에 판상의 결정형 자성금속입자가 결합된 전자파 흡수를 위한 그래핀-자성금속 복합체로 제조되는 것을 특징으로 한다.

[0007] 그러나 상기 선행문헌에서는 그래핀-자성금속 복합체 제조를 위하여 작용기 (-COOH, OH, -O-)를 갖는 그래핀 옥사이드를 제조하기 위하여 흑연을 가혹한 조건에서 산화시켜야 함은 물론이고, 복합체 제조 시 열처리하는 300 내지 600 °C에서 진행됨에 따라 공정이 단순하지 않다.

[0008] 또한, 한국 등록특허공보 제10-1727256호(2017.04.10)는 전자파 차폐 및 방열 기능 일체형 복합시트 및 이의 제

조방법에 관한 것으로서, 제1전자과 차폐층, 방열접착제층, 다수개의 관통홀이 구비된 그라파이트층 및 제2전자과 차폐층이 차례대로 적층되어 있으며, 상기 제1전자과 차폐층은 알루미늄박으로 구성될 수 있고, 상기 제2전자과 차폐층은 연자성 분말로 Fe 또는 Ni을 포함한 합금을 포함할 수 있는 것을 특징으로 한다.

[0009] 그러나 상기 선행문헌의 경우, 알루미늄, 그라파이트 및 연자성 분말이 각각의 층을 이루어 순서대로 적층됨에 따라 방열 및 차폐 효과를 나타낼 수 있어, 상기 복합 시트를 제조하기 위한 공정이 복잡하다.

[0010] 또한, 미국 등록특허공보 제8,257,867호(2012.09.04.)는 공기 하소된 나노복합재료에 관한 것으로서, 그래핀을 계면활성제로 분산시킨 후, 금속산화물을 첨가하여 열처리함으로써 금속산화물을 포함한 그래핀 나노복합재료를 제조하는 것을 특징으로 한다.

[0011] 이와 같이, 선행 기술들은 탄소체에 금속을 코팅한 차폐제를 수열법(hydrothermal method), 용액법(solution method), 공동침전(co-precipitation method) 등의 방법을 통하여 합성하고 있고, 이들 공정은 금속 코팅을 위한 전처리로 탄소 소재가 가혹하게 산처리되는 과정을 필요로 한다. 그러나 이는 그래핀의 구조를 깨는 문제점을 야기함은 물론이고, 작용기가 주로 엣지(edge) 부분에 형성되어 금속 코팅 시 코팅이 엣지에 집약되는 경향을 보이는 문제가 있다.

[0012] 또한, 합성 과정에서 용매를 사용함에 따라, 합성 후에 pH 중성화, 필터링 및 건조 등 많은 공정 및 시간이 요구되며, 남은 폐기물에 의한 환경적인 문제 및 처리 비용을 고려하여야 하는 단점을 가지고 있다.

[0013] 이 외에도 고온 열처리에 따른 자성물질의 산화로 자력 상실 및 고분자 배합 시 믹서 내부 고분자의 용융 점성도(melt viscosity) 및 스크류에 의한 전단력에 따른 탄소체 표면의 금속 기능층 손상 또는 벗겨짐 등의 복합체 제조방법에 따른 한계점이 있다.

선행기술문헌

특허문헌

- [0014] (특허문헌 0001) 한국 등록특허공보 제 10-1467993호(2014.11.26)
(특허문헌 0002) 한국 등록특허공보 제10-1727256호(2017.04.10.)
(특허문헌 0003) 미국 등록특허공보 제 8,257,867 호(2012.09.04)

발명의 내용

해결하려는 과제

[0015] 이에 본 발명은 상기의 문제점을 해결하기 위하여, 전자과 차폐 복합체의 제조방법을 제공하는 것을 그 해결과제로 한다.

[0016] 또한, 본 발명은 또 다른 문제점을 해결하기 위하여, 상기 제조방법으로 제조된 것을 특징으로 하는, 전자과 차폐 복합체를 제공하는 것을 또 다른 해결과제로 한다.

과제의 해결 수단

[0017] 상기 과제를 해결하기 위해 본 발명은 탄소 소재, 알루미늄 및 자성체의 전구체를 분말 형태로 0 내지 25 ℃에서 혼합하여, 혼합분말을 제조하는 제 1 단계; 상기 혼합분말에 반응물로서 수분을 첨가하여 35 내지 95 ℃에서 가열함으로써, 탄소코어에 자성체가 코팅된 전자과 차폐 복합체를 제조하는 제 2 단계; 및 상기 2 단계 후, 세척 및 건조하는 제 3 단계;를 포함하는 것을 특징으로 하는, 전자과 차폐 복합체의 제조방법이 제공된다.

[0018] 일 실시예로서, 상기 탄소 소재 100중량부에 대해 알루미늄은 10 내지 50 중량부로 포함되고, 자성체의 전구체는 100 내지 500 중량부로 포함될 수 있다.

[0019] 일 실시예로서, 상기 제 2 단계에서 수분은 물 또는 수증기이고, 혼합분말에 수분은 중량부 기준으로 1 : 0.05 내지 0.5 의 비율로 첨가될 수 있다.

[0020] 바람직하게는 상기 자성체의 전구체는 염화철(II), 염화철(III), 염화니켈, 염화코발트, 질산철(II), 질산철

(III), 질산니켈 및 질산코발트로 이루어진 군 중에서 선택되는 어느 하나 이상일 수 있다.

[0021] 바람직하게는 상기 탄소 소재는 구형 또는 판상으로, 그래파이트(Graphite), 그래핀(Graphene), 확장된 그래파이트(Expanded graphite) 및 카본 나노튜브(Carbon nano tube)로 이루어진 군 중에서 선택되는 어느 하나 이상일 수 있다.

[0022] 상기 과제를 해결하기 위한 다른 일 측면으로, 본 발명은 상기 전자과 차폐 복합체의 제조방법으로 제조된 것을 특징으로 하는, 전자과 차폐 복합체를 제공한다.

발명의 효과

[0023] 본 발명 전자과 차폐 복합체의 제조방법은 용매를 사용하지 않음은 물론이고 높은 온도에서의 어닐링 과정이 불필요함에 따라 공정의 단순화 및 제조시간 단축으로 생산성을 높임과 동시에 비용을 절감할 수 있다.

[0024] 또한, 본 발명에 따르면 용이하게 자성체를 탄소코어에 코팅할 수 있음은 물론이고, 상기 코팅된 자성체, 즉 자성금속 산화물은 알루미늄 산화열의 영향으로 결정성이 변하여 고온의 어닐링 공정 없이도 높은 자성 및 이에 따른 높은 전자과 차폐효율을 나타낼 수 있는 것을 특징으로 한다.

[0025] 또한, 본 발명의 방법에 의해 제조되는 복합체는 내화학성 및 부식저항성을 가지며, 다른 물질과의 배합 시 외력에 대한 우수한 내구성을 구현하는 전자과 차폐체 또는 흡수체를 제공할 수 있음은 물론이고, 복합체의 코팅층의 차폐 강도 강화, 차폐 Hz 영역 선택 가능 등 고기능화를 이룰 수 있을 것으로 판단된다.

도면의 간단한 설명

[0026] 도 1은 본 발명의 전자과 차폐 복합체의 모식도를 나타낸 것이다.

도 2는 본 발명의 일 실시예에 따른 전자과 차폐 복합체의 SEM 사진을 나타낸 것이다.

도 3은 본 발명의 일 실시예에 따른 전자과 차폐 복합체의 EDX Mapping 사진을 나타낸 것이다.

도 4는 본 발명의 일 실시예에 따른 자성을 확인하는 사진이다.

도 5는 본 발명의 일 실시예에 따른 EMI SE 그래프를 나타낸 것이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0027] 이하, 본 발명에 따른 전자과 차폐 복합체의 제조방법을 상세하게 설명한다. 이하에서 사용된 용어나 단어는 통상적이거나 사전적인 의미로 한정해서 해석되어서는 안되며 기술적 사상과 실질적으로 동일한 구성을 갖고 동일한 작용효과를 이루는 것은 본 발명의 기술적 범위에 포함된다. 또한, 하기에서 본 발명을 설명함에 있어 관련된 공지 기능 또는 구성에 대한 구체적인 설명이 본 발명의 요지를 불필요하게 흐릴 수 있다고 판단되는 경우에는 그 상세한 설명은 생략한다.

[0028] 본 발명의 일 측면에 따르면, 탄소 소재, 알루미늄 및 자성체의 전구체를 분말 형태로 0 내지 25 ℃에서 혼합하여, 혼합분말을 제조하는 제 1 단계; 상기 혼합분말에 반응물로서 수분을 첨가하여 35 내지 95 ℃에서 가열함으로써, 탄소코어에 자성체가 코팅된 전자과 차폐 복합체를 제조하는 제 2 단계; 및 상기 2 단계 후, 세척 및 건조하는 제 3 단계;를 포함하는 것을 특징으로 하는, 전자과 차폐 복합체의 제조방법이 제공된다.

[0029] 본 발명에 있어서, 제 1 단계는 탄소 소재, 알루미늄 및 자성체의 전구체를 분말 형태로 혼합하여, 혼합물을 제조하는 단계로, 혼합 시 온도를 0 내지 25 ℃로 한다.

[0030] 이는, 혼합 온도를 0 ℃ 미만으로 할 경우 응결현상으로 인해 물이 맺힐 수 있고, 25 ℃를 초과할 경우에는 혼합 중에 일부 반응이 일어나 분말 형태의 탄소 소재, 알루미늄 및 자성체의 전구체가 충분히 혼합될 수 없기 때문이다.

[0031] 바람직하게는 상기 탄소소재, 알루미늄 및 자성체의 전구체는 분말 형태로 0 내지 15 ℃, 보다 바람직하게는 5 내지 15 ℃에서 혼합되며, 혼합 시간은 특별히 한정되지 않으나 적어도 10분 이상 실시되는 것이 바람직하다.

[0032] 상기 탄소 소재는 본래 전도성이 높음에도 표면이 매우 안정하고 반응성이 낮아 분말 표면을 화학적으로 개질하지 않으면 금속 전구체를 코팅 혹은 도핑하기 어려운 물질이다.

[0033] 본 발명에 있어서 상기 탄소 소재는 구형 또는 판상이며, 그래파이트(Graphite), 그래핀(Graphene), 확장된 그

래파이트(Expanded graphite) 및 카본 나노튜브(Carbon nano tube)로 이루어진 군 중에서 선택되는 어느 하나 이상인 것을 특징으로 한다.

[0034] 또한, 상기 탄소 소재의 입자 크기는 제한되지 않으나, 바람직하게는 0.05mm 이상 0.1mm 이하인 것으로 한다. 보다 바람직하게는 상기 탄소 소재는 구형의 그래파이트인 것을 특징으로 한다.

[0035] 상기 알루미늄은 구형으로 공기 중에서 표면이 쉽게 산화되어 매우 안정하고 전도성이 거의 없어 반응성이 매우 낮음에 따라 상기 알루미늄 분말 표면을 화학적으로 개질하거나 금속 전구체를 코팅 또는 도핑하기 어려운 것을 특징으로 한다.

[0036] 본 발명에서 상기 알루미늄은, 탄소 소재 및 자성체의 전구체와 반응하여 산화되고 전자를 제공하며, Al^{3+} 이온 상태로 세척과정에서 제거되는 것을 특징으로 한다. 이에, 상기 알루미늄의 D50 은 10 μm 이하인 것을 특징으로 한다.

[0037] 보다 바람직하게는 6 μm 이하인 것을 특징으로 한다.

[0038] 또한, 상기 자성체의 전구체는, 자성이 있는 물질이면 모두 사용될 수 있어 자성체의 전구체 물질이 한정되지는 않으나, 바람직하게는 염화철(II), 염화철(III), 염화니켈, 염화코발트, 질산철(II), 질산철(III), 질산니켈 및 질산코발트로 이루어진 군 중에서 선택되는 어느 하나 이상일 수 있으며, 보다 바람직하게는 염화철(II), 염화니켈 또는/ 및 염화코발트인 것을 특징으로 한다.

[0039] 또한, 상기 제 1 단계에서 상기 탄소 소재, 알루미늄 및 자성체의 전구체를 분말 형태로 0 내지 25 $^{\circ}C$ 로 혼합할 때, 상기 탄소 소재 분말 100 중량부에 대해 알루미늄은 10 내지 50중량부로 포함되고, 자성체의 전구체는 100 내지 500중량부로 포함되는 것을 특징으로 한다.

[0040] 이는, 상기 탄소 소재 100중량부에 대해 알루미늄이 10 중량부 미만으로 포함될 시, 본 발명의 제 2 단계에서 알루미늄 산화로 인한 열 발생 및 전자의 이동이 불충분하여 자성체의 전구체가 충분히 산화되지 않아 탄소 소재 표면에 용이하게 자성체로 코팅될 수 없으며, 탄소소재 함량이 높아 반응이 일어나지 않기 때문이다.

[0041] 또한, 50중량부를 초과할 시에는 알루미늄 함량이 증가되어 복합체를 형성한 후, 상기 알루미늄을 이온의 형태로 제거하는 것에 어려움이 있기 때문이다.

[0042] 또한, 상기 탄소 소재 100중량부에 대해 자성체의 전구체가 100중량부 미만으로 포함될 경우에는 탄소 소재 표면에 코팅되는 자성체의 함량 저하로 자성 및 이에 따른 전자과 차폐 효율이 저하되고, 500 중량부를 초과할 경우에는 상기 자성체의 전구체에 비해 알루미늄 함량이 저하되어 상기 자성체의 전구체는 산화물(자성금속 산화물)로 더 이상 생성될 수 없기 때문이다.

[0043] 바람직하게는 상기 제 1 단계에서 알루미늄 및 자성체의 전구체 분말을 탄소 소재 100중량부에 대해 각각 15 내지 30중량부 및 150 내지 350 중량부로 포함되는 것을 특징으로 한다.

[0044] 본 발명에 있어서, 제 2 단계는 상기 혼합분말에 반응물로서 수분을 첨가하여 35 내지 95 $^{\circ}C$ 에서 가열함으로써, 탄소코어에 자성체가 코팅된 전자과 차폐 복합체를 제조하는 것을 특징으로 한다.

[0045] 상세하게는 상기 제 2 단계에서 혼합분말에 반응물로서 수분을 첨가하여 35 내지 95 $^{\circ}C$ 로 가열함에 따라, 알루미늄은 산화되어 알루미늄 이온이 되고, 상기 자성체의 전구체는 수분으로부터 산소를 공급받아 산화물이 되며, 이와 동시에 상기 탄소 소재의 표면에 상기 산화된 자성체의 전구체가 결합되어 복합체를 형성하는 것을 특징으로 한다.

[0046] 보다 상세하게는 도 1을 참고하여 설명한다.

[0047] 도 1은 본 발명에 의해 제조되는 전자과 차폐 복합체를 모식화하여 나타낸 것으로서, 이를 참고하면, 상기 탄소 소재 표면에 코팅된 자성체의 전구체 산화물(자성금속 산화물)은 알루미늄의 산화열을 받아 결정성이 변함에 따라 고온의 어닐링 공정 없이도 높은 자성을 나타내며, 상기 알루미늄은 산화되어 전자를 제공한 후, 알루미늄 이온 상태로 제거됨에 따라 복합체 성분에 포함되지 않는 것을 특징으로 한다.

[0048] 상기 제 2 단계에서 제조된 복합체는 탄소 소재의 표면, 즉 탄소코어에 자성체로서 자성체의 전구체 산화물인 자성금속 산화물이 코팅된, 전자과 차폐 복합체로서, 바람직하게는 상기 자성체는 철, 니켈 및 코발트 중 선택되는 어느 하나 이상이 산화된 자성금속 산화물인 것을 특징으로 한다.

- [0049] 또한, 상기 본 발명에 의해 제조된 전자파 차폐 복합체는 EMI SE가 60 내지 75 dB인 것을 특징으로 한다.
- [0050] 이와 같이 복합체를 제조하는 상기 제 2 단계에서 있어서, 상기 수분은 물 또는 수증기이고, 반응물로서 상기 제 2 단계에 포함되어 자성체의 전구체가 산화물로 형성될 수 있도록 산소 원자를 공급한 후, 수소기체를 발생시키는 것을 특징으로 한다.
- [0051] 또한, 상기 수분은 혼합분말에 소량 포함되는 것을 특징으로 한다. 바람직하게는 상기 혼합분말 및 수분의 비율이 중량부를 기준으로 1 : 0.05 내지 0.5 의 비율로 첨가되는 것을 특징으로 한다. 이는, 수분이 0.05 미만으로 첨가될 시, 자성체의 전구체에 산소 원자를 원활히 공급할 수 없고, 0.5를 초과할 경우에는 수분이 반응물로서 작용하는 것이 아니라 자성체의 전구체를 모두 용해하게 되어 용매로서 작용하기 때문이다.
- [0052] 또한, 상기 제 2 단계에서 가열은 35 내지 95 ℃에서 이뤄지는 것을 특징으로 한다.
- [0053] 이는, 상기 제 2 단계에서 자성체의 전구체가 산화되어 자성금속 산화물로 생성될 때, 반응의 활성화 에너지가 높기 때문에 35 ℃ 미만의 경우 반응이 일어나지 않으며, 95 ℃를 초과하는 경우에는 반응물인 수분이 모두 증발되어 상기 반응이 용이하게 진행되지 않기 때문이다.
- [0054] 이에, 바람직하게는 상기 가열은 50 내지 90 ℃, 보다 바람직하게는 60 내지 85 ℃에서 이루어지는 것을 특징으로 한다.
- [0055] 또한, 상기 제 2 단계에서 알루미늄은 산화됨에 따라 급격한 발열 반응을 나타냄에 따라, 상기 60 내지 80 ℃에서 반응이 개시된 이후에는 냉각을 통해 상기 온도 이상으로 온도가 상승되지 않도록 하는 것이 바람직하다.
- [0056] 이때 가열 및 반응 시간은 1 내지 2분으로도 충분하나, 경우에 따라 5분 이상 실시될 수도 있다.
- [0057] 다음으로 제 3 단계는 상기 2 단계 후, 세척 및 건조하는 단계로, 세척은 증류수로 2 내지 3회 실시하며, 진공 펌프와 필터를 사용하여 증류수를 제거하거나 또는 빠른 건조를 위해 증류수 세척 이후 아세톤으로 세척을 실시할 수 있으나, 세척 및 건조방법은 이에 한정되지 않는다.
- [0058] 또한, 상기 제조된 복합체는 분말형태로 자석을 사용하여 제조된 복합체 분말을 회수할 수 있으나, 이에 한정되지 않는다.
- [0059] 본 발명의 다른 일 측면에 따르면, 상기 제조방법으로 제조된 것을 특징으로 하는, 전자파 차폐 복합체가 제공된다.
- [0060] 이하, 본 발명의 보다 구체적인 설명을 위하여 실시예를 들어 설명한다. 그러나 하기 실시예는 본 발명의 바람직한 실시예일 뿐 본 발명이 하기 실시예에 한정되는 것은 아니다.
- [0061] <실시예>
- [0062] 실시예 1
- [0063] 흑연(KS75)분말 2.0g에 알루미늄 분말 0.5g과 자성체의 전구체 분말($\text{NiCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) 5g을 첨가한 후 막대 등의 도구를 이용하여 상온보다 낮은 온도인 15 ℃에서 혼합하였다.
- [0064] 다음으로, 상기 혼합 분말에 증류수 0.5~1.0 g 을 넣은 후 60 ℃ 로 가열하고, 반응이 1 ~ 2분 내에 일어나지 않으면 80 ℃로 가열하여 반응을 유도하였다.
- [0065] 반응이 완료된 후, 증류수와 아세톤으로 세척하고 건조하여 검은색 분말의 자성체가 탄소에 코팅된 전자파 차폐 복합체를 제조하였으며, 이를 실시예 1로 하였다.
- [0066] 비교예 1
- [0067] 자성체의 전구체 분말($\text{NiCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) 5g 및 아세트산 나트륨 2.0g을 증류수 50g에 교반하여 이온염을 모두 용해하였다. 이후, NaOH 10M 수용액 10 ml(또는 암모니아수 10 ml)를 첨가한 다음 100ml 테플론 라이너에 넣고 금속 재질의 오토 클레이브에 밀봉하여 130 내지 180 ℃의 고온에서 2시간 이상 가열하였다.
- [0068] 상기 반응이 완료되면, 진공 필터로 세척하고 건조하여 검은색 분말을 제조하였다.
- [0069] 비교예 2
- [0070] 흑연(KS75) 분말 2g, 자성체의 전구체 분말($\text{NiCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) 5g 및 아세트산 나트륨 2.0g을 증류수 50g에 교반하여

이온염을 모두 용해하였다. 이후, NaOH 10M 수용액 10 ml(또는 암모니아수 10 ml)를 첨가한 다음 100ml 테플론 라이너에 넣고 금속 재질의 오토 클레이브에 밀봉하여 130 내지 180 ℃의 고온에서 2시간 이상 가열하였다.

상기 반응이 완료되면, 진공 필터로 세척하고 건조하여 검은색 분말을 제조하였다.

< 분석 >

1. SEM 및 EDX 분석

상기 실시예 1의 복합체 분말을 주사전자현미경(Scanning electron microscope, SEM)과 EDX(Energy Dispersive X-Ray Analysis, EDX)으로 분석하여, 표면 및 성분 에 대해 도 2 및 표 1에 나타내었다.

표 1

복합체 성분 분석(EDX)	Wt %	At %
C	67.28	85.07
O	9.22	8.76
Al	0.31	0.18
Ni	23.18	6.00

표 1 을 참고하면, 실시예 1은 C(67.28%)를 주요 성분으로 하여, Ni 및 O를 포함하는 복합체로서, 소량의 알루미늄이 검출되었으나 이는 세척 시 미 제거된 것으로 판단된다.

또한, 도 2를 참고하면, 실시예 1은 구형의 복합체 분말로서, 구형 표면에 코팅이 형성된 것을 알 수 있다.

이에, 상기 실시예 1은 탄소코어에 자성체로서 자성금속 산화물(NiO)이 코팅된 형태의 복합체임을 짐작할 수 있다.

2. EDX Mapping 분석

상기 실시예 1 복합체 분말에 대한 주사전자현미경(Scanning electron microscope, SEM) 및 EDX(Energy Dispersive X-Ray Analysis, EDX) 분석에 있어서, EDX Mapping을 실시하여, 도 3에 나타내었다.

도 3을 참고하면, 실시예 1의 복합체에 있어서 NiO는 탄소체 표면에 매우 고르게 코팅되어 있음을 알 수 있다.

3. 자성확인

도 4는 상기 실시예 1에 대한 자성확인 실험을 나타낸 것이다.

이를 참고하면, 상기 실시예 1을 보관한 용기 외벽에 자석을 접촉시키면, 상기 실시예 1 분말은 자석으로 이동 및 부착하는 것을 확인할 수 있다.

이에, 상기 실시예 1은 자성을 가짐을 알 수 있다.

4. EMI SE 확인

상기 실시예 1, 비교예 1 및 2에 대하여 EMI SE(Electromagnetic interference shielding effectiveness)를 확인하여 하기 표 2 및 도 5에 나타내었다.

표 2

	흑연 (KS75)	알루미늄 (g)	NiCl ₂ · 4H ₂ O(g)	EMI SE (dB)
비교예 1	-	-	5.0	13.8
비교예 2	2.0	-	5.0	10.9
실시예 1	2.0	0.5	5.0	66.9

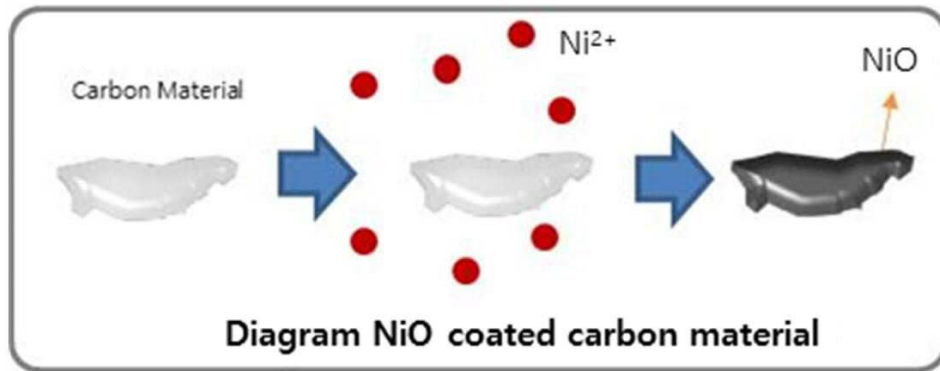
도 5 및 표 2을 참고하면, 실시예 1의 전자파 간섭 차폐효율(EMI SE)은 66.9dB로서, 비교예 1 및 2와 비교하여 약 5 내지 6배 향상된 효과를 나타낸다.

이와 같은 결과는, 상기 실시예 1은 탄소코어에 자성체(NiO)가 코팅된 복합체로서, 흑연, 알루미늄 및 자성체의 전구체(NiCl₂ · 4H₂O)를 포함한 건식반응에 의해 제조되며, 특히 상기 반응 시 탄소코어에 코팅된 자성체는 알루미늄

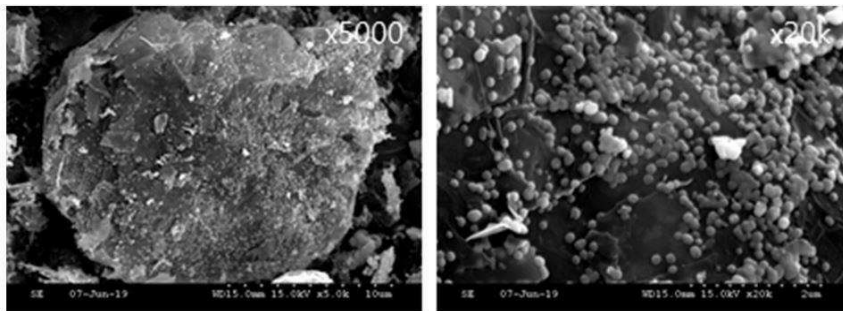
미늄의 산화열을 받아 결정성이 변함에 따라 고온의 어닐링 공정 없이도 높은 자성을 나타낼 수 있기 때문이다.

도면

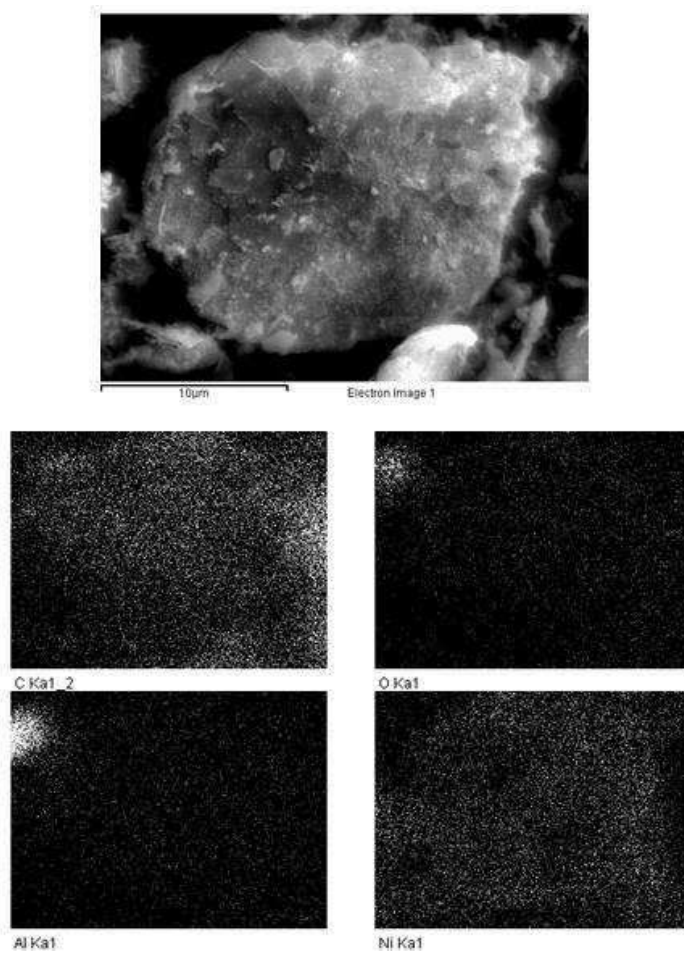
도면1



도면2



도면3



도면4



도면5

