

	(19) 대한민국특허청(KR) (12) 공개특허공보(A)	(11) 공개번호 10-2019-0100799 (43) 공개일자 2019년08월29일
(51) 국제특허분류(Int. Cl.) C08K 9/04 (2006.01) C08J 3/075 (2006.01) C08K 3/30 (2006.01) C08L 33/26 (2006.01)		(71) 출원인 고려대학교 산학협력단 서울특별시 성북구 안암로 145, 고려대학교 (안암동5가)
(52) CPC특허분류 C08K 9/04 (2013.01) C08J 3/075 (2013.01)		(72) 발명자 이병양 서울특별시 강남구 압구정로 401, 51동 903호 (한양아파트)
(21) 출원번호	10-2018-0020791	김현수 서울특별시 광진구 능동로38길 15-4
(22) 출원일자	2018년02월21일	(74) 대리인 백두진, 김정연, 강일신
심사청구일자	없음	

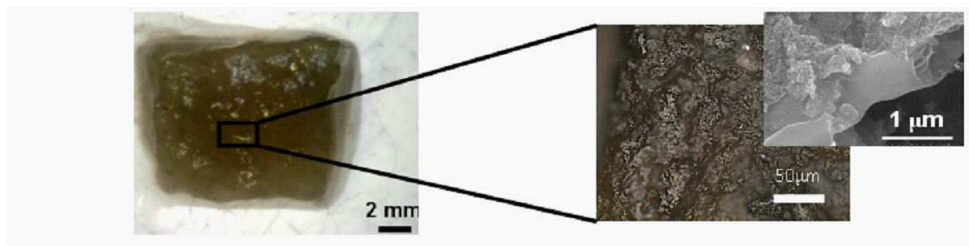
전체 청구항 수 : 총 1 항

(54) 발명의 명칭 다중 층 이황화 몰리브덴 나노시트 기반의 열반응성 하이드로 겔 제작 방법

(57) 요약

본 발명은 다중 층 이황화 몰리브덴 나노시트 기반의 열반응성 하이드로 겔 제작 방법에 관한 것이다. 본 발명의 일 실시 예에 따른 다중 층 이황화 몰리브덴 나노시트 기반의 열반응성 하이드로 겔 제작 방법은 카르복시 기능화된 이황화 몰리브덴 나노시트 용액과 폴리아크릴아마이드의 복합체를 이용한 열 반응성을 가진다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

C08K 3/30 (2013.01)

C08L 33/26 (2013.01)

C08K 2003/3009 (2013.01)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 1711048876

부처명 과학기술정보통신부

연구관리전문기관 한국연구재단

연구사업명 나노·소재기술개발

연구과제명 나노환경센서를 이용한 현장적용 기술 개발

기 여 율 1/1

주관기관 고려대학교

연구기간 2017.03.01 ~ 2018.02.28

명세서

청구범위

청구항 1

카르복시 기능화된 이황화 몰리브덴 나노시트 용액과 폴리아크릴아마이드의 복합체를 이용한 열 반응성 가진 다중 층 이황화 몰리브덴 나노시트 기반의 열반응성 하이드로 겔 제작 방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 다중 층 이황화 몰리브덴 나노시트 기반의 열반응성 하이드로 겔 제작 방법 및 이를 이용한 열반응성 액츄에이터에 관한 것으로, 더욱 상세하게는 이황화 몰리브덴 나노 시트와 폴리아크릴아마이드를 이용한 하이드로 겔 구조 형성 및 열 반응성 액츄에이팅 기능을 가지는 하이드로겔의 제작 방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 가장 널리 연구된 하이드로 겔 물질 중 하나인 폴리아크릴아마이드는 액츄에이팅 등의 기능을 강화하기 위해 나노 시트 또는 나노 와이어와 같은 표면적이 큰 나노 물질을 포함하는 복합체 제작이 활발하게 연구 중에 있다.

[0003] 최근, 폴리아크릴아마이드와 그래핀간 복합체의 수소 결합을 이용한 화학적 저장 용량의 향상과 폴리아크릴아마이드와 실리콘간 복합체의 저온에서의 친수성을 이용한 극성 물질에 대한 반응성 향상이 보고된 바에 있다.

[0004] 이황화 몰리브덴 나노시트 또한 폴리아크릴아마이드와의 복합체 형성에 대한 훌륭한 후보물질이다. 이황화 몰리브덴은 기계적 및 전기적 특성이 우수하다. 이러한 뛰어난 특성을 최대한 활용하기 위해 이황화 몰리브덴 기반 복합 재료와 하이브리드 재료가 신소재로 사용되고 있다.

[0005] 이러한 신소재와의 복합 구조의 활용은 하이드로 겔 물질이 민감한 반응성을 보이는 열 반응성 활용방안을 시작으로 많은 기술이 만들어지고 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0006] 종래 기술로 만들어진 폴리아크릴아마이드를 비롯한 하이드로겔 재료는 열 반응성을 비롯한 외부 자극에 의한 액츄에이팅 기술이 많이 개발되어 왔다. 그러나 그 성능을 향상시키기 위한 다른 재료와의 복합 구조 개발 기술은 아직 충분하지 않은 실정이다. 그러나 이러한 복합 구조 개발 시 가장 효과적일 것인 신형 물질인 이황화 몰리브덴은 하이드로겔 구성 물질과의 결합이 이루어지지 않아 복합체가 형성되지 않아 개발이 되지 않고 있는 실정이다.

[0007] 따라서 본 발명에서는 다중 층 이황화 몰리브덴이 폴리아크릴아마이드 하이드로겔과 결합할 수 있도록 카르복실 기능화를 하여 열 반응성이 뛰어난 다중 층 이황화 몰리브덴 나노시트 기반의 하이드로 겔을 제공한다.

과제의 해결 수단

[0008] 본 발명의 일 측면에 따르면, 다중 층 이황화 몰리브덴 나노시트 기반의 열반응성 하이드로 겔 제작 방법은 카르복시 기능화된 이황화 몰리브덴 나노시트 용액과 폴리아크릴아마이드의 복합체를 이용한 열 반응성 가질 수 있다.

발명의 효과

[0009] 본 발명은 다중층 이황화 몰리브덴을 카르복실 기능화를 하여 폴리아크릴아마이드와 복합체를 형성하게 하여 하이드로겔을 형성하는 방법을 제공한다. 이를 통해 폴리아크릴아마이드 하이드로겔의 열 반응성을 다중층 이황화

몰리브덴의 뛰어난 표면적과 열전도성을 이용하여 향상시킬 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0010] 도 1은 본 발명의 일 실시 예에 따른 카르복시 기능화된 이황화 몰리브덴 나노시트 용액과 폴리아크릴아마이드의 복합체를 이용한 열 반응성 가진 다중층 이황화 몰리브덴 하이드로겔 및 이를 현미경으로 확대하여 결정구조를 보여주는 도면이다.

도 2는 본 발명의 일 실시 예에 따른 하이드로겔의 온도 변화에 따른 반응성과 이를 그래프로 나타낸 도면이다.

도 3은 본 발명의 일 실시 예에 따른 다중층 몰리브덴 이황화물 하이드로겔에서 가열과 냉각을 반복 실험하였을 때의 반응성을 그래프로 나타낸 도면이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0011] 이하, 본 발명의 실시 예를 첨부된 도면들을 참조하여 더욱 상세하게 설명한다. 본 발명의 실시 예는 여러 가지 형태로 변형할 수 있으며, 본 발명의 범위가 아래의 실시 예들로 한정되는 것으로 해석되어서는 안 된다. 본 실시 예는 당업계에서 평균적인 지식을 가진 자에게 본 발명을 더욱 완전하게 설명하기 위해 제공되는 것이다. 따라서 도면에서의 요소의 형상은 보다 명확한 설명을 강조하기 위해 과장되었다.

[0012] 이하, 첨부한 그림을 참조하여 본 발명의 실시예들에 대해 상세히 설명한다.

[0013] 1) 카르복시 기능화된 이황화 몰리브덴 용액의 제조

[0014] 벌크 이황화 몰리브덴 결정 0.5 g 및 헥산 중 n-BuLi 0.5 mL를 혼합한다. 반응은 상온에서 질소로 24 시간 동안 수행된다. 반응이 종결된 후, 용액을 이소프로필알콜 20 mL에 첨가하고, 혼합물을 5 시간 동안 초음파 처리한다.

[0015] 그리고 나서, 5 mg mercaptobenzoic acid를 추가 3 시간 동안 초음파로 용액에 첨가한다. 이후 원심분리기로 13000 rpm, 20분 동안 원심분리를 하여 카르복시 기능화된 이황화 몰리브덴을 가라앉히고, 이소프로필 알콜을 제거하고 5 ml의 탈 이온화된 물을 첨가한다. 탈 이온화된 물을 첨가한 카르복시 기능화된 이황화 몰리브덴 용액을 다시 심분리기로 13000 rpm, 20분 동안 원심분리를 하여 카르복시 기능화된 이황화 몰리브덴을 가라앉히고, 다시 5 ml의 탈 이온화된 물을 첨가하여 미량의 이소프로필알콜 찌꺼기를 제거한다.

[0016] 2) 다중 층 이황화 몰리브덴 하이드로겔 제작

[0017] 폴리아크릴아마이드 하이드로겔을 N-isopropylacrylamide 단량체(Tokyo Chemical Industry, Japan)와 N, N'-메틸렌 비스 아크릴 아미드 (BA) 가교 결합제 (Sigma Aldrich)를 20 °C 수성 매질에서 자유 라디칼 중합 반응을 하여 생성되며 반응은 황산 암모늄(APS, Sigma Aldrich) 및 N, N, N', N'-테트라 메틸 에틸렌 디아민(TEMED, Fluka)에 의해 개시된다.

[0018] 가교 결합 비율 [NIPA] / [BA] = 150을 갖는 순수한 PNIPA 겔의 합성을 위해, NIPA의 1 M 수용액 18.75 ml 및 0.1 M BA의 1.225 ml를 4.9 ml의 탈 이온화된 물에 용해된 카르복시 기능화된 이황화 몰리브덴 용액과 혼합한다.

[0019] 최종적으로, APS의 10 w/w % 용액 1.25 ml과 25 μ l의 TEMED를 혼합물에 첨가하고 20 °C에서 중합 반응을 수행한다. 두께 10 mm, 가로 10 mm, 세로 20 mm의 홈이 파여진 테블론 틀에 혼합 용액을 붓고 24시간 동안 중합 반응을 진행한다.

[0020] 3) 실험 장비

[0021] 자가 조립된 이황화 몰리브덴과 폴리아크릴아마이드 복합체 하이드로 겔의 결정구조는 전자현미경(S-4300, Hitach, 일본)을 이용하여 확인한다. 하이드로겔의 가열은 Hot plate(HP-15, 미성과학, 대한민국)를 이용한다.

[0022] [실시예]

[0023] 도 1은 본 발명의 일 실시 예에 따른 카르복시 기능화된 이황화 몰리브덴 나노시트 용액과 폴리아크릴아마이드의 복합체를 이용한 열 반응성 가진 다중층 이황화 몰리브덴 하이드로겔 및 이를 현미경으로 확대하여 결정구조를 보여주는 도면이다.

[0024] 먼저, 도 1을 참조하면, 하이드로겔을 광학 현미경과 전자 현미경으로 확대하여 복합체 하이드로겔이 잘 형성되

었는지 보았다. 전자 현미경으로 마이크로 미터 수준까지 확대하였을 시 다중층 이황화 몰리브덴의 구조가 확인되어, 다중층 이황화 몰리브덴을 카복실 기능화를 함으로써, 폴리아크릴아마이드와의 복합체가 잘 형성됨을 보았다.

[0025] 도 2는 본 발명의 일 실시 예에 따른 하이드로겔의 온도 변화에 따른 반응성과 이를 그래프로 나타낸 도면이다.

[0026] 도 2를 참조하면, 30도 이상에서 하이드로겔의 열 반응성 수축이 일어나 최종적으로는 처음 크기의 20% 정도가 된다.

[0027] 만들어진 하이드로 겔을 오븐으로 가열시켜 온도에 따른 반응성을 확인하면, 결과는 아래와 같다. 폴리아크릴아마이드 하이드로겔이 일반적으로 중합반응으로 인하여 반응하게 되는 섭씨 30도에서 40도 사이부터 하이드로겔의 부피 수축이 일어났다. 섭씨 80도 까지 가열을 하였는데, 최종적으로는 처음 부피의 20 % 수준까지 수축되고 열반응에 우수하다.

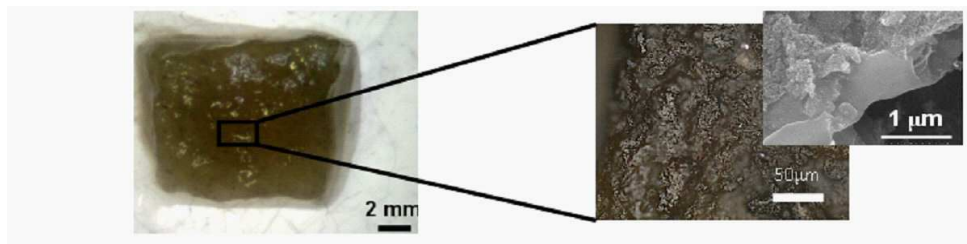
[0028] 도 3은 본 발명의 일 실시 예에 따른 다중층 몰리브덴 이황화물 하이드로겔에서 가열과 냉각을 반복 실험하였을 때의 반응성을 그래프로 나타낸 도면이다.

[0029] 도 3을 참조하면, 이황화 몰리브덴의 조성 10 m/ml의 복합체 하이드로겔을 상온에서 섭씨 40도로 가열하고 냉각시키는 것을 반복하였을 때의 반응성 저하 여부를 확인한다. 총 5회 가열과 냉각을 반복하였으나 열 반응에 의한 수축률의 저하는 5% 미만으로 거의 없다.

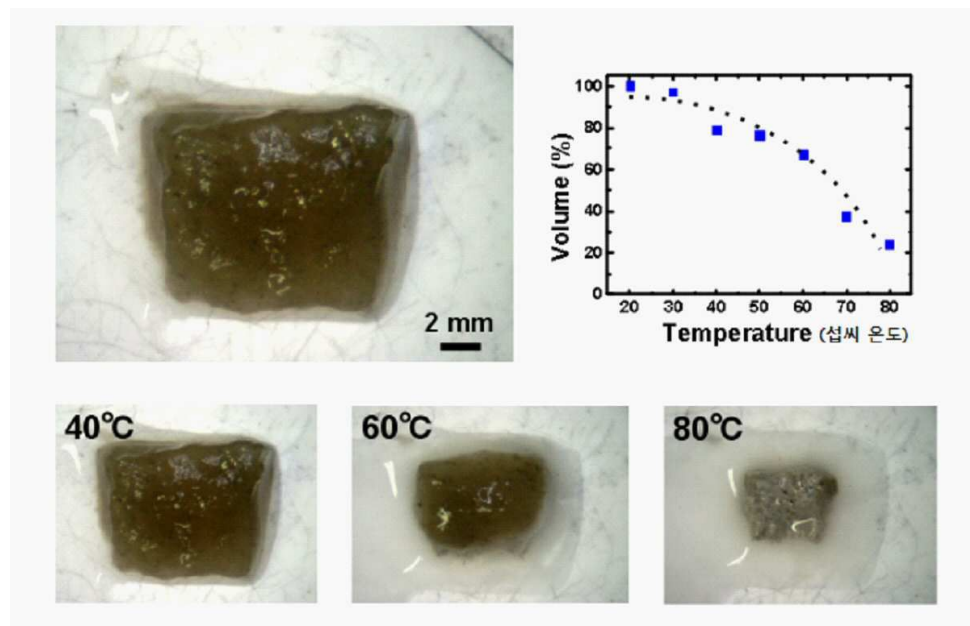
[0030] 이상의 상세한 설명은 본 발명을 예시하는 것이다. 또한 기술한 내용은 본 발명의 바람직한 실시 형태를 나타내어 설명하는 것이며, 본 발명은 다양한 다른 조합, 변경 및 환경에서 사용할 수 있다. 즉 본 명세서에 개시된 발명의 개념의 범위, 저술한 개시 내용과 균등한 범위 및/또는 당업계의 기술 또는 지식의 범위내에서 변경 또는 수정이 가능하다. 저술한 실시예는 본 발명의 기술적 사상을 구현하기 위한 최선의 상태를 설명하는 것이며, 본 발명의 구체적인 적용 분야 및 용도에서 요구되는 다양한 변경도 가능하다. 따라서 이상의 발명의 상세한 설명은 개시된 실시 상태로 본 발명을 제한하려는 의도가 아니다. 또한 첨부된 청구범위는 다른 실시 상태도 포함하는 것으로 해석되어야 한다.

도면

도면1



도면2



도면3

