



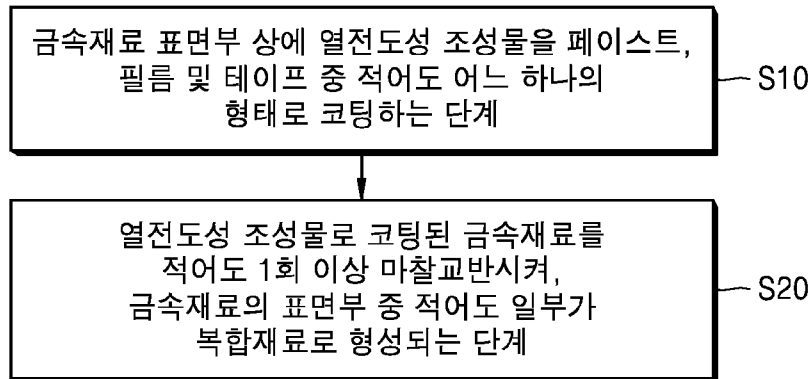
- (51) 국제특허분류:
B23K 20/12 (2006.01)
- (21) 국제출원번호: PCT/KR2014/008117
- (22) 국제출원일: 2014년 9월 1일 (01.09.2014)
- (25) 출원언어: 한국어
- (26) 공개언어: 한국어
- (30) 우선권정보:
10-2014-0049626 2014년 4월 24일 (24.04.2014) KR
- (71) 출원인: 한국생산기술연구원 (KOREA INSTITUTE OF INDUSTRIAL TECHNOLOGY) [KR/KR]; 331-822 충청남도 천안시 서북구 입장면 양대기로길 89, Chungcheongnam-do (KR).
- (72) 발명자: 이광진 (LEE, Kwangjin); 561-822 전라북도 전주시 덕진구 발단길 5, 술내동아파트 104-104, Jeollabuk-do (KR). 송람 (SONG, Ram); 561-783 전라북도 전주시 덕진구 태진로 101, 우성아파트 102-1303, Jeollabuk-do (KR).

- (74) 대리인: 이인행 (LEE, InHaeng) 등; 137-876 서울시 서초구 사임당로 28 나이스빌딩 2층 올민국제특허법률사무소, Seoul (KR).
- (81) 지정국 (별도의 표시가 없는 한, 가능한 모든 종류의 국내 권리의 보호를 위하여): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (84) 지정국 (별도의 표시가 없는 한, 가능한 모든 종류의 역내 권리의 보호를 위하여): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), 유라시아 (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), 유럽 (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR),

[다음 쪽 계속]

(54) Title: METHOD OF MANUFACTURING COMPOSITE MATERIAL

(54) 발명의 명칭: 복합재료의 제조방법



S10 ... Step of coating thermally conductive composition on surface portion of metal material in at least one configuration from among paste, film, and tape

S20 ... Step of friction stirring metal material, coated with thermally conductive composition, at least once, and forming at least part of surface portion of metal material as composite material

(57) Abstract: The present invention provides a method of manufacturing composite material, comprising the steps of: coating a thermally conductive composition on a surface portion of a metal material in at least one configuration from among a paste, film, and tape; and friction stirring the metal material, coated with the thermally conductive composition, at least once, and reacting at least a part of the surface portion of the metal material with the thermally conductive composition to form a composite material.

(57) 요약서: 본 발명은 금속재료의 표면부 상에 열전도성 조성물을 페이스트(paste), 필름(film) 및 테이프(tape) 중 적어도 어느 하나의 형태로 코팅하는 단계; 및 상기 열전도성 조성물로 코팅된 상기 금속재료를 적어도 1회 이상 마찰교반하여 상기 금속재료의 표면부 중 적어도 일부가 상기 열전도성 조성물과 반응함으로써 복합재료가 형성되는 단계;를 포함하는, 복합재료의 제조방법을 제공한다.





OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, **공개:**
ML, MR, NE, SN, TD, TG).

— 국제조사보고서와 함께 (조약 제 21 조(3))

규칙 4.17 에 의한 선언서:

- 신규성을 해치지 아니하는 개시 또는 신규성 상실의
예외에 관한 선언 (규칙 4.17(v))

명세서

발명의 명칭: 복합재료의 제조방법

기술분야

- [1] 본 발명은 복합재료의 제조방법에 관한 것으로, 더욱 상세하게는 알루미늄 합금 기재에 그라파이트계 페이스트를 이용하여 열전도성이 우수한 금속기지 복합재료를 제조하는 복합재료의 제조방법에 관한 것이다.

배경기술

- [2] 마찰교반용접(FSW)은 고속으로 회전하는 비소모성 툴(tool)을 피접합재에 삽입하여 툴과 피접합재와의 마찰에 의해 발생한 열과 마찰열에 의해 연화된 피접합재의 소성유동을 이용하는 용접공정으로, 1991년 영국의 TWI(The Welding Institute)에 의해서 개발된 이래 불과 이십여 년 밖에 되지 않은 새로운 용접 방법임에도 불구하고, 공정 중에 용융 및 응고 과정을 수반하지 않는 고상(solid state) 용접공정이어서 용접부의 기계적 특성이 우수하여 알루미늄 합금, 마그네슘 합금과 같은 경량금속의 용접공정으로 각광을 받고 있으며, 탄소강, 고강도강, 스테인레스 스틸 및 타이타늄 합금 등 고용점 금속재료에의 적용 가능성이 폭넓게 검토되고 있다.
- [3] 최근에는 마찰교반용접의 원리를 응용한 마찰교반처리(FSP) 공법을 이용하여 모재의 개질 및 탄소소재 등의 분산을 통한 금속기복합재료(Metal Matrix Composites)의 제조 등 실로 다양한 각도에서 활용 가능성이 적극적으로 검토되고 있다.
- [4] 그러나, 이러한 마찰교반에 의한 재료의 표면개질은 동일한 화학조성의 재료에 단지 결정립 조직이나 분상상의 재분포 등 금속학적 특징만을 부분적으로 변화시킬 수 있다. 이에 비해 재료 표면에 내마모성이나 내식성 등 특수한 성능이 필요한 경우 마찰교반만에 의한 표면개질로는 요구성능을 만족하는 것이 힘들어진다.
- [5] 한편, 이러한 특수기능을 필요로 하는 표면개질은 다양한 코팅기술이 적용될 수 있지만 이러한 코팅층은 부재와 코팅층 계면간의 기계적 강도 확보가 어렵고 코팅 후 부재의 성형이나 기계가공이 어려운 한계가 있다.

발명의 상세한 설명

기술적 과제

- [6] 본 발명은 상기와 같은 문제점을 포함하여 여러 문제점들을 해결하기 위한 것으로서, 결함이 적고, 열전도성이 우수한 금속기지 복합재료의 제조방법을 제공하는 것을 목적으로 한다. 그러나, 이러한 과제는 예시적인 것으로, 이에 의해 본 발명의 범위가 한정되는 것은 아니다.

과제 해결 수단

- [7] 본 발명의 일 관점에 따르면, 복합재료의 제조방법은 금속재료의 표면부 상에

열전도성 조성물을 페이스트(paste), 필름(film) 및 테이프(tape) 중 적어도 어느 하나의 형태로 코팅하는 단계; 및 상기 열전도성 조성물로 코팅된 상기 금속재료를 적어도 1회 이상 마찰교반하여 상기 금속재료의 표면부 중 적어도 일부가 상기 열전도성 조성물과 반응함으로써 복합재료가 형성되는 단계;를 포함할 수 있다.

- [8] 상기 열전도성 조성물로 사용되는 열전도성 재료는 그래파이트(Graphite), 탄소나노튜브(CNT) 및 그래핀(Graphene) 중 적어도 하나를 포함할 수 있다.
- [9] 상기 열전도성 조성물은 상기 열전도성 재료를 0.1wt% 내지 30.0wt%를 함유할 수 있다.
- [10] 상기 열전도성 조성물은 유기화합물, 실리콘계 화합물 및 경량 고분자 중 적어도 1종 이상 포함할 수 있다.
- [11] 상기 열전도성 조성물은 탄화수소를 더 포함할 수 있다.
- [12] 상기 마찰교반을 수행하는 단계는 상기 열전도성 조성물이 코팅된 상기 금속재료의 표면부 상에 회전하는 톨을 장착한 후, 장착된 톨이 회전하면서 이동됨으로써, 상기 열전도성 조성물이 코팅된 상기 금속재료의 표면부를 열전도성 조성물의 비점 이상으로 가열하여 상기 열전도성 조성물이 상기 금속재료 내에 균일하게 분산되는 단계를 포함할 수 있다.
- [13] 상기 금속재료는 알루미늄(Al), 마그네슘(Mg), 구리(Cu) 또는 타이타늄(Ti)을 포함할 수 있다.
- [14] 본 발명의 다른 관점에 따르면, 상기 조성물은, 상기 유기화합물, 실리콘계 화합물 및 경량 고분자 중 적어도 1종 이상의 재료와 상기 탄화수소를 용기에 담아 가열하는 단계; 및 상기 재료가 용융된 후, 상기 열전도성 재료를 혼합하여 교반하는 단계;를 포함하여 수행함으로써 형성될 수 있다.

발명의 효과

- [15] 상기한 바와 같이 이루어진 본 발명의 일 실시예에 따르면, 마찰교반공정에 의해 유해가스의 발생이 없고, 환경친화적이며 고상접합이기에 알루미늄 합금에 변형이 없이 가공이 가능하고, 결함의 발생이 작으며, 생산성이 향상된 열전도성 조성물 및 복합재료의 제조방법을 제공할 수 있다. 물론 이러한 효과에 의해 본 발명의 범위가 한정되는 것은 아니다.

도면의 간단한 설명

- [16] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 복합재료의 제조방법을 개략적으로 도시한 공정순서도이다.
- [17] 도 2는 본 발명의 일 실시예에 따른 마찰교반공정을 개략적으로 도시한 도면이다.
- [18] 도 3은 본 발명의 일 실시예에 따른 열전도성 조성물의 제조방법을 개략적으로 도시한 공정순서도이다.
- [19] 도 4는 본 발명의 일 실험예에 따라 시편을 광학현미경으로 분석한 도면이다.

- [20] 도 5a 내지 도 5h는 본 발명의 일 실험예에 따라 마찰교반공정변수별 시편을 광학현미경으로 비교분석한 도면이다.
- [21] 도 6a 내지 도 6e는 마찰교반공정별 시편의 응력변형 곡선을 나타낸 도면이다.
- [22] 도 7은 도 5에 도시된 시편을 XPS 분석한 결과를 나타낸 도면이다.
- [23] 도 8은 마찰교반공정조건에 따른 시편의 위치별 경도를 측정한 결과이다.

발명의 실시를 위한 최선의 형태

- [24] 이하, 첨부된 도면들을 참조하여 본 발명의 실시예를 상세히 설명하면 다음과 같다. 그러나 본 발명은 이하에서 개시되는 실시예에 한정되는 것이 아니라 서로 다른 다양한 형태로 구현될 수 있는 것으로, 이하의 실시예는 본 발명의 개시가 완전하도록 하며, 통상의 지식을 가진 자에게 발명의 범주를 완전하게 알려주기 위해 제공되는 것이다. 또한 설명의 편의를 위하여 도면에서는 구성 요소들이 그 크기가 과장 또는 축소될 수 있다.
- [25] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 복합재료의 제조방법을 개략적으로 도시한 공정순서도이다.
- [26] 도 1을 참조하면, 본 발명의 일 실시예에 의한 복합재료의 제조방법은 다음과 같다. 금속재료 표면부 상에 열전도성 조성물을 페이스트, 필름 및 테이프 중 적어도 어느 하나의 형태로 코팅하는 단계(S10) 및 열전도성 조성물로 코팅된 금속재료를 적어도 1회 이상 마찰교반시켜, 금속재료 표면부 중 적어도 일부가 복합재료로 형성되는 단계(S20)를 포함할 수 있다.
- [27] 상기 금속재료는 예를 들어, 알루미늄(Al), 마그네슘(Mg), 구리(Cu) 또는 타이타늄(Ti)을 포함할 수 있다. 금속재료의 표면부 상에 열전도성 조성물을 코팅할 수 있다. 상기 금속재료의 표면부는 금속재료의 표면뿐만 아니라 표면의 내부를 포함할 수 있다. 열전도성 조성물은 예를 들어, 페이스트(paste), 필름(film) 및 테이프(tape) 중 하나의 형태를 이용할 수 있다.
- [28] 상기 열전도성 조성물은 열전도성을 향상시키기 위하여 열전도성 재료로 예를 들어, 그래파이트(Graphite), 탄소나노튜브(CNT) 및 그래핀(Graphene) 중 적어도 하나를 포함할 수 있다. 상기 열전도성 재료로 제조된 예를 들어, 열전도성 조성물 페이스트를 금속재료의 표면부 상에 코팅한 다음, 그 위에 회전하는 톨을 장착하고 회전시켜, 열전도성 조성물의 비점 이상으로 가열하면서 금속재료의 표면부 상에서 이동시켜 복합재료를 형성할 수 있다.
- [29] 마찰교반공정의 구체적인 설명은 도 2를 참조하여 후술한다.
- [30] 도 2는 본 발명의 일 실시예에 따른 마찰교반공정을 개략적으로 도시한 도면이다.
- [31] 도 2를 참조하면, 본 발명의 일 실시예에 의한 마찰교반공정을 개략적으로 도시한 도면을 볼 수 있다. 먼저, 도 2의 (a)를 보면, 예를 들어, 알루미늄, 마그네슘, 구리 및 타이타늄과 같은 금속재료(10)를 준비한다. 도 2의 (b)를 보면, 마찰교반공정 이후에 제거가 가능한 부재를 형성할 수 있다. 상기 부재는 예를

들어, 테이프(tape)(12)를 이용할 수 있으며, 부재를 금속재료(10)의 표면부 상에 부착하여 마찰교반공정이 이루어질 영역과 비영역으로 구분할 수 있다. 도 2의 (c)를 보면, 마찰교반 공정이 이루어질 영역 내의 금속재료(10) 표면부 상에 열전도성 조성물(14)을 코팅할 수 있다. 상기 열전도성 조성물(14)은 예를 들어, 페이스트 형태 이외에 테이프 또는 필름 형태의 강화제를 사용할 수도 있다. 상기 열전도성 조성물(14)의 코팅 방법은 사용되는 금속재료(10)의 종류 및 열전도성 재료의 종류, 공정환경 및 요구되는 특성에 따라 선택적으로 사용될 수 있다.

- [32] 또한, 도 2의 (d)를 보면, 회전하는 툴(tool)(16)을 열전도성 조성물(14)이 코팅된 금속재료(10)의 표면부 상에 장착한다. 이후에 툴(16)을 고속으로 회전시켜 마찰열을 발생시킬 수 있다. 상기 마찰열은 금속재료(10)의 표면부를 열전도성 조성물의 비점 이상으로 가열시켜 금속재료(10)를 용융시킬 수 있다. 금속재료(10)의 표면부에 코팅된 열전도성 조성물(14)이 용융된 금속재료(10) 내에 균일하게 분산되면서, 금속재료(10)의 표면부 중 적어도 일부가 베이스 모재와 비교시 화학적 또는 물리적으로 성질이 다른 복합재료로 형성된다.
- [33] 도 3은 본 발명의 일 실시예에 따른 열전도성 조성물의 제조방법을 개략적으로 도시한 공정순서도이다.
- [34] 도 3을 참조하면, 열전도성 조성물의 제조방법은 유기화합물, 실리콘계 화합물 및 경량 고분자 중 적어도 1종 이상의 재료와 탄화수소를 용기에 담아 가열하는 단계(S100), 상기 재료가 용융된 후, 열전도성 재료를 혼합하여 교반하는 단계(S200) 및 교반된 열전도성 조성물을 냉각하는 단계(S300)를 포함할 수 있다.
- [35] 좀 더 상세하게 살펴보면, 열전도성 조성물은 예를 들어, 유기화합물, 실리콘 오일 및 경량 고분자로 구성되는 군에서 적어도 1종 이상을 함유할 수 있다. 상기 유기화합물은 예를 들어, 에테르, 알코올, 아민, 알킬 할라이드, 카복실기, 알데하이드기, 케톤기 및 에스터기 등의 작용기를 갖는 유기화합물 중 선택될 수 있다.
- [36] 또한, 상기 열전도성 조성물에 포함되는 화합물 이외에 화학적으로 안정한 탄화수소를 더 포함할 수 있다. 상기 탄화수소는 예를 들어, 올레핀계 탄화수소, 나프탄계 탄화수소 및 벤젠핵을 가지고 있는 아로마티계 탄화수소 중 적어도 1종 이상을 사용할 수 있다.
- [37] 상기 제시된 유기화합물, 실리콘계 화합물 및 경량 고분자 중 적어도 1종 이상의 재료와 탄화수소를 용기에 담아 핫플레이트(Hot Plate)로 가열할 수 있다. 상기 재료들이 용융된 후, 용융된 상기 재료에 그래파이트(Graphite), 탄소나노튜브(CNT) 및 그래핀(Graphene) 중 선택된 적어도 하나를 추가하여 교반할 수 있다. 상기 용융된 재료에 첨가되는 양은 약 0.1wt% 내지 30.0wt% 추가하여 교반할 수 있다. 이는 마찰교반공정 중 열전도성 재료의 함유량에 따라 점도가 변화되어 균일한 조성비로 분산 또는 합금화가 수행되지 않을 수도 있기 때문에, 열전도성 재료의 함유량을 제한할 수 있다.

- [38] 최종적으로 교반이 완료된 상기 조성물의 가열을 종료하고, 냉각시키면, 열전도성 조성물의 제조가 완료된다. 이 열전도성 조성물을 가공하여 페이스트(paste), 필름(film) 및 테이프(tape) 중 하나로 제조할 수 있다. 제조된 열전도성 조성물은 마찰교반공정 중 이용되는 금속재료의 종류 및 열전도성 재료의 종류, 공정환경 및 요구되는 특성에 따라 선택적으로 사용될 수 있다.
- [39] 또한, 마찰교반공정 중 열전도성 조성물의 증발이 용이하도록, 끓는점이 약 773K 이하이며, 녹는점은 약 323K 내지 473K 범위, 상온점도가 약 100 내지 10,000CPS인 비극성 물질(유전상수 약 15 이하, 쌍극자모멘트 약 2.0 이하를 포함하는 물질)을 적어도 1종 이상 포함할 수 있다.
- [40] 이하, 본 발명의 이해를 돕기 위해서 상술한 기술적 사상을 적용한 실험예를 설명한다. 다만, 하기의 실험예는 본 발명의 이해를 돕기 위한 것일 뿐, 본 발명이 아래의 실험예에 의해서 한정되는 것은 아니다.
- [41] [실험예]
- [42] 두께 2.0mm인 알루미늄 합금 AA1050-O 판재를 사용하고, 상기 알루미늄 합금의 표면부 상에 그래파이트 페이스트를 코팅하였다. 그래파이트 페이스트가 코팅된 알루미늄 합금 판재 상에 회전하는 톨을 장착한 후 고속으로 회전시켜 그래파이트와 알루미늄 합금이 반응하여 열전도성이 우수한 복합재료 시편을 제조했다. 본 발명의 일 실험예에 사용된 알루미늄 합금 재료 및 마찰교반공정 조건은 표 1 내지 표 4에 도시하였다.
- [43] 하기 표 1은 알루미늄 합금의 조성을 나타내며, 표 2는 그래파이트 페이스트의 정보를 도시하였다.

[44] 표 1

[Table 1]

합금(Alloy)	합금 원소(Alloying element)(wt%)								
	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Al
AA1050-O	0.16	0.27	0.03	-	-	-	-	0.02	Bar.

[45] 표 2

[Table 2]

제품코드(Product code)	무심탄소분(Solid carbon)(%)	애쉬(Ash)(%)	휘발물(Volatile matter)(%)	평균입자크기(Average particle size)(μm)	겉보기밀도(Apparent density)(g/cm^3)
CSP-E	>98.0	<1.0	<1.0	8	0.13

- [46] 표 3은 마찰교반공정을 진행할 때 사용되는 톨의 정보를 도시하였으며, 표 4는 마찰교반공정 조건을 도시하였다.

[47] 표 3

[Table 3]

툴 형상(Tool geometry)			
숄더 지름(Shoulder diameter)(mm)	프로브 지름(Probe diameter)(mm)	프로브 길이(Probe length)(mm)	재료(Material)
10	5	1.8	SKD61

[48] 표 4

[Table 4]

회전속도(Rotation speed)(RPM)	이송속도(Traveling speed)(mm/min)	툴 플런지 깊이(Tool plunge depth)(mm)	강화제(Reinforcement)
1800	150	1.8	Graphite Paste(10%, 20%)

[49] 상기 표 4에 도시된 공정조건으로 제조된 시편을 광학현미경, 비커스 경도계, 인장시험, XPS(X-ray photoelectron spectrometer) 및 열전도도 분석 장비들을 이용하여 분석하였다. 그 결과값은 도 4 내지 도 8 및 각 표를 참조하여 후술한다.

[50] 도 4는 본 발명의 일 실험예에 따라 시편을 광학현미경으로 분석한 도면이며, 도 5a 내지 도 5h는 본 발명의 일 실험예에 따라 마찰교반공정변수별 시편을 광학현미경으로 비교분석한 도면이다.

[51] 먼저, 도 4를 참조하면, 도 4의 (a)는 10% 그라파이트 페이스트를 적용하여 마찰교반공정으로 제조된 시편의 상부를 광학현미경으로 분석한 사진이고, 도 4의 (b)는 도 4의 (a)에 도시된 시편의 CC'을 따라 절단한 단면을 측정한 사진이다.

[52] 도 5a와 도 5b는 알루미늄 합금의 표면을 배율에 따라 관찰한 도면이며, 도 5c, 도 5d 및 도 5e는 알루미늄 합금의 TMAZ(A.S.)영역을 관찰한 도면이고, 도 5f, 도 5g 및 도 5h는 알루미늄 합금의 교반부 영역(Stir Zone)을 관찰한 도면이다.

[53] 도 4 및 도 5a 내지 도 5h를 참조하면, 시편의 표면 및 단면에서 그라파이트 입자는 확연하게 구분되어 관찰되지 않았으며, 마찰교반공정이 수행됨에 따른 흔적만 관찰될뿐, 어떠한 결함도 발견되지 않았다. 또 마찰교반공정에 의해 알루미늄 합금의 입자도 매우 미세하게 형성되어 있는 것을 관찰할 수 있다.

[54] 도 6a 내지 도 6e는 마찰교반공정별 시편의 응력변형 곡선을 나타낸 도면이다.

[55] 도 6a 내지 도 6e를 참조하면, 도 6a 내지 도 6d에 도시된 마찰교반공정별 시편들의 교반부 영역(Stir Zone)의 최고 인장강도 및 전체 연신율은 도 6e에 도시된 베이스 모재와 대비하여 그 값이 개선되었음을 확인할 수 있다.

[56] 도 7은 도 5에 도시된 시편을 XPS 분석한 결과를 나타낸 도면이다.

[57] 표 5는 도 7에 도시된 시편의 XPS 데이터 값을 나타낸 것이다.

[58] 표 5

[Table 5]

샘플(Sample)	피크 위치(Peak position)(eV)	화학적 이동(Chemical Shift)(eV)	원자% 농도(Atomic% concentration)
Reference(BM)	284.5	-	-
X1	283.48	-1.02	6.96
X2	283.27	-1.23	6.33
X3	283.25	-1.25	4.66

[59] 도 7에 점선으로 도시된 E영역을 참조하면, 마찰교반공정 이후에 알루미늄 합금의 내부에 탄소성분이 존재함을 확인할 수 있다. 따라서, 마찰교반공정을 수행하면서, 알루미늄 합금에 그라파이트가 분산되어 반응한 것으로 알 수 있다.

[60] 또한, 도 4 및 표 5를 참조하면, 알루미늄 합금 모재를 기준으로 도 4의 (b)에 도시된 X1, X2 및 X3 영역을 차례대로 성분 분석하였을 경우, 마찰교반공정이 진행되는 알루미늄 시편의 상층부(X1)에 탄소의 원자질량비가 알루미늄 시편의 하층부(X3)의 탄소의 원자질량비보다 더 높음을 확인할 수 있다. 이는 마찰교반공정이 알루미늄 합금의 표면부 상에서 이루어짐으로써, 알루미늄 합금의 상층부에서부터 하층부로 반응 범위가 점차 넓게 확산됨을 알 수 있다.

[61] 도 8은 마찰교반공정조건에 따른 시편의 위치별 경도를 측정한 결과이다.

[62] 도 8의 (a)는 마찰교반공정을 1회 수행후 경도값을 측정한 그래프이다. 마찰교반공정이 수행되면서, 마찰교반공정별 경도값의 크기는 크게 차이 나지 않지만, 에어(air)분위기에서 마찰교반공정을 진행한 결과값이 다소 낮음을 확인할 수 있다.

[63] 도 8의 (b)는 도 8의 (a)와 유사한 결과를 얻었으며, 에어분위기에서 마찰교반공정을 진행한 결과값이 마찰교반공정이 수행된 중앙부분 즉, 교반부 영역에서 다소 낮음을 확인할 수 있다.

[64] 앞서 살펴본 광학현미경 결과를 토대로 살펴보면, 알루미늄 합금의 표면부와 그라파이트 입자 사이에서 다이내믹한 재결정화가 이루어지고, 이에 따라 알루미늄의 조직이 개선됨으로써, 마찰교반공정이 수행되는 알루미늄 합금의 중앙부분 즉, 교반부에서의 경도가 다른 영역에 비해 더 증가함을 확인할 수 있다.

[65] 마지막으로 본 발명의 일 실험예에 의해 제조된 시편의 열전도도 데이터는 표 6에 도시하였다.

[66] 표 6

[Table 6]

시험조건		열전도도(Conductivity)(W/(m*K))
BM	AA1050-O	20.226
1 pass	마찰교반	210.52
	마찰교반 + 워터	212.536
	마찰교반 + 그라파이트10%	213.963
	마찰교반 + 그라파이트20%	215.563
2 pass	마찰교반	222.142
	마찰교반 + 워터	233.920
	마찰교반 + 그라파이트10%	211.324
	마찰교반 + 그라파이트20%	236.513

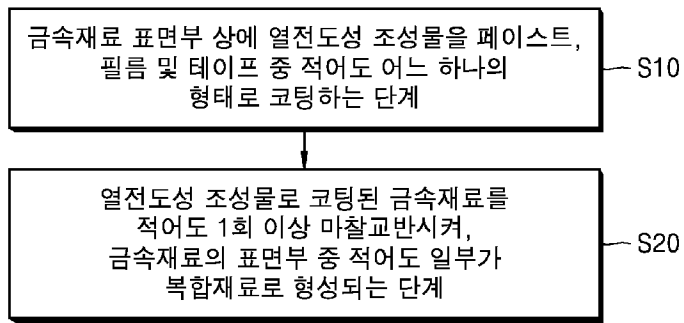
- [67] 표 6을 참조하면, 20% 그라파이트를 적용하여 마찰교반공정을 2번 연속 수행한 시편의 열전도도가 베이스 금속재료의 열전도도와 비교하여 약 16% 개선됨을 확인할 수 있다.
- [68] 상술한 바와 같이 본 발명에서는 복합소재 제조기술인 마찰교반공정을 이용하고, 알루미늄 합금 기지에 탄소(Graphite) 성분을 강화제로 첨가하여 열전도성을 향상시킨 금속기 복합소재를 제조하였다. 최적의 공정조건을 찾기 위해 공구의 회전속도와 진행속도를 조절하였으며, 그에 따른 미세조직과 기계적 성질 및 열전도도가 개선된 효과를 얻을 수 있었다.
- [69] 본 발명은 도면에 도시된 일 실시예를 참고로 설명되었으나 이는 예시적인 것에 불과하며, 당해 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자라면 이로부터 다양한 변형 및 균등한 다른 실시예가 가능하다는 점을 이해할 것이다. 따라서 본 발명의 진정한 기술적 보호 범위는 첨부된 특허청구범위의 기술적 사상에 의하여 정해져야 할 것이다.

청구범위

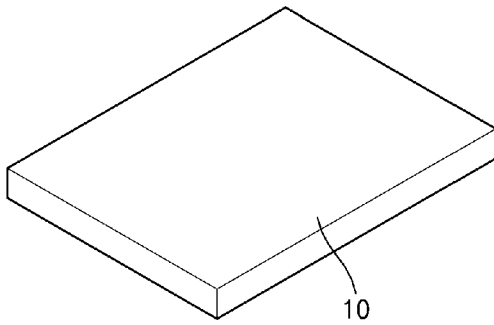
- [청구항 1] 금속재료의 표면부 상에 열전도성 조성물을 페이스트(paste), 필름(film) 및 테이프(tape) 중 적어도 어느 하나의 형태로 코팅하는 단계; 및
상기 열전도성 조성물로 코팅된 상기 금속재료를 적어도 1회 이상 마찰교반하여 상기 금속재료의 표면부 중 적어도 일부가 상기 열전도성 조성물과 반응함으로써 복합재료가 형성되는 단계;를 포함하는, 복합재료의 제조방법.
- [청구항 2] 제 1 항에 있어서,
상기 열전도성 조성물로 사용되는 열전도성 재료는 그라파이트(Graphite), 탄소나노튜브(CNT) 및 그래핀(Graphene) 중 적어도 하나를 포함하는, 복합재료의 제조방법.
- [청구항 3] 제 2 항에 있어서,
상기 열전도성 조성물은 상기 열전도성 재료를 0.1wt% 내지 30.0wt%를 함유하는, 복합재료의 제조방법.
- [청구항 4] 제 1 항에 있어서,
상기 열전도성 조성물은 유기화합물, 실리콘계 화합물 및 경량 고분자 중 적어도 1종 이상 포함하는, 복합재료의 제조방법.
- [청구항 5] 제 1 항에 있어서,
상기 열전도성 조성물은 탄화수소를 더 포함하는, 복합재료의 제조방법.
- [청구항 6] 제 1 항에 있어서,
상기 마찰교반을 수행하는 단계는 상기 열전도성 조성물이 코팅된 상기 금속재료의 표면부 상에 회전하는 툴을 장착한 후, 장착된 툴이 회전하면서 이동됨으로써, 상기 열전도성 조성물이 코팅된 상기 금속재료의 표면부를 열전도성 조성물의 비점 이상으로 가열하여 상기 열전도성 조성물이 상기 금속재료 내에 균일하게 분산되는 단계를 포함하는, 복합재료의 제조방법.
- [청구항 7] 제 1 항에 있어서,
상기 금속재료는 알루미늄(Al), 마그네슘(Mg), 구리(Cu) 또는 타이타늄(Ti)을 포함하는, 복합재료의 제조방법.
- [청구항 8] 제 1 항 내지 제 5 항 중 어느 한 항에 따른 상기 조성물은,
상기 유기화합물, 실리콘계 화합물 및 경량 고분자 중 적어도 1종 이상의 재료와 상기 탄화수소를 용기에 담아 가열하는 단계; 및
상기 재료가 용융된 후, 상기 열전도성 재료를 혼합하여 교반하는 단계;를 포함하여 수행함으로써 형성되는,

복합재료의 제조방법.

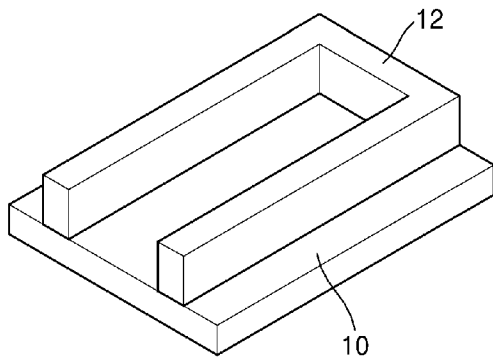
[Fig. 1]



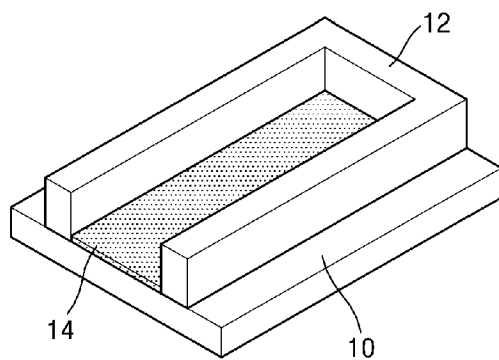
[Fig. 2a]



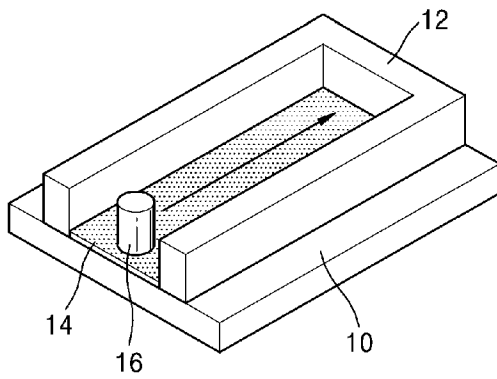
[Fig. 2b]



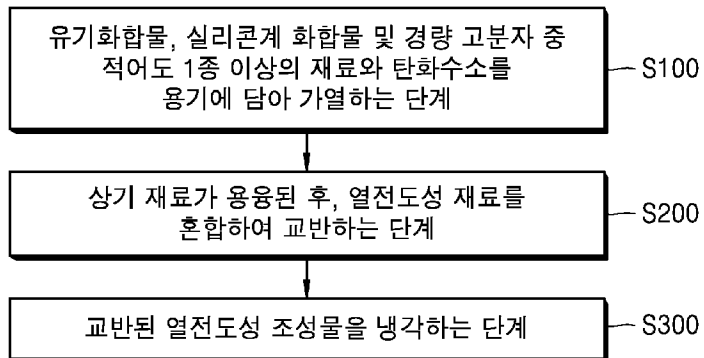
[Fig. 2c]



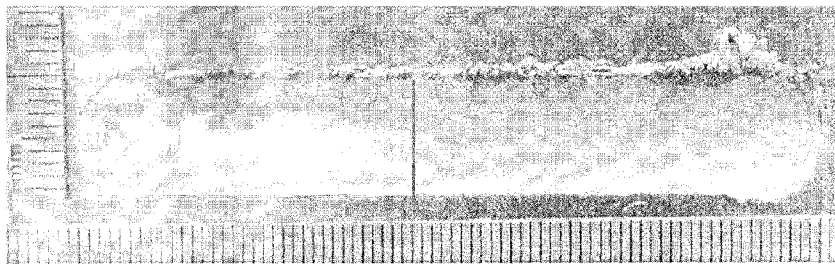
[Fig. 2d]



[Fig. 3]

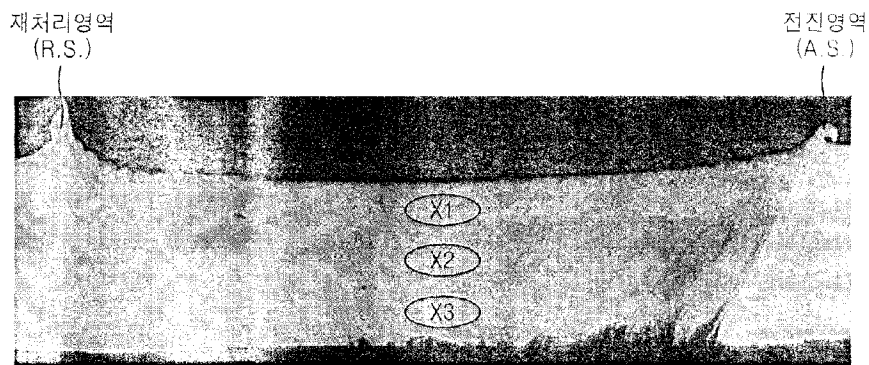


[Fig. 4]



1회 마찰교반 + 그래파이드 10%

(a)

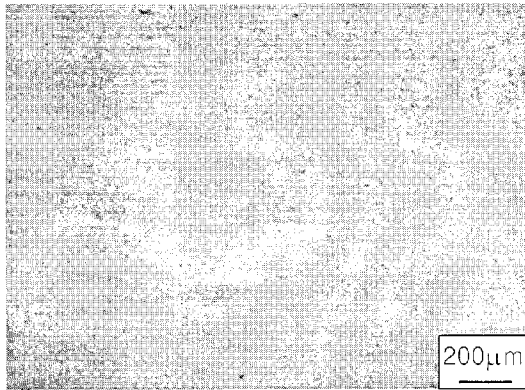


1회 마찰교반 + 그래파이드 10%

(b)

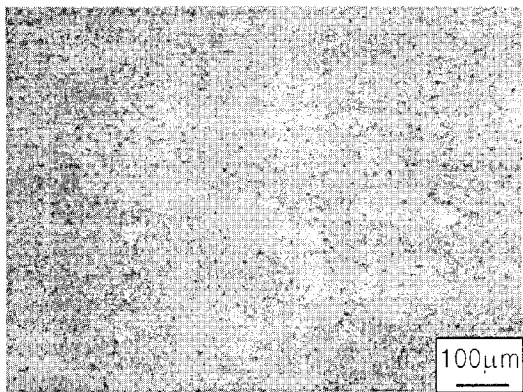
[Fig. 5a]

베이스 금속모재



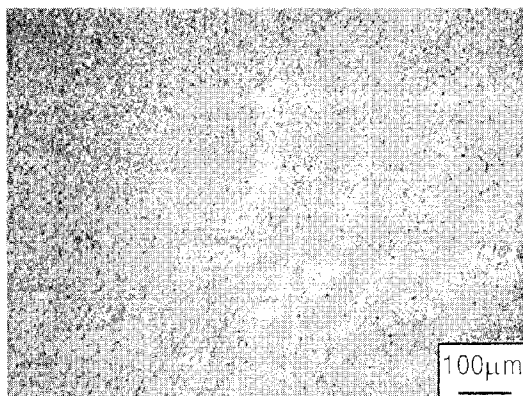
[Fig. 5b]

베이스 금속모재



[Fig. 5c]

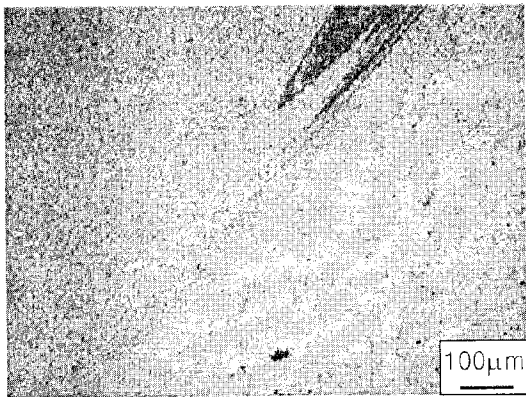
열기계영향부(TMAZ)



1회 마찰교반

[Fig. 5d]

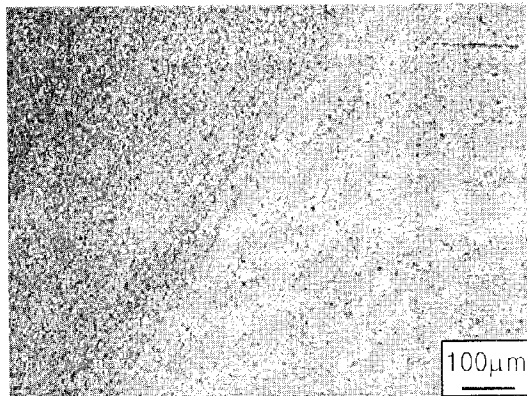
열기계영향부(TMAZ)



1회 마찰교반 + 워터

[Fig. 5e]

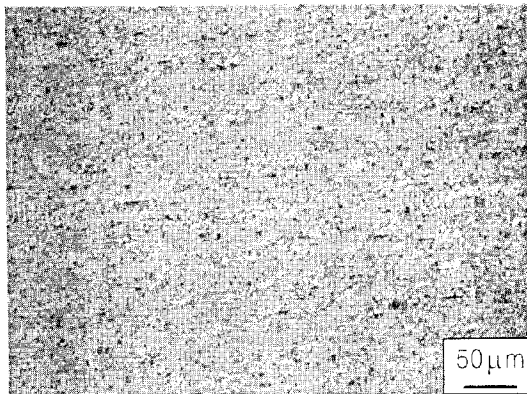
열기계영향부(TMAZ)



1회 마찰교반 + 그래파이트 20%

[Fig. 5f]

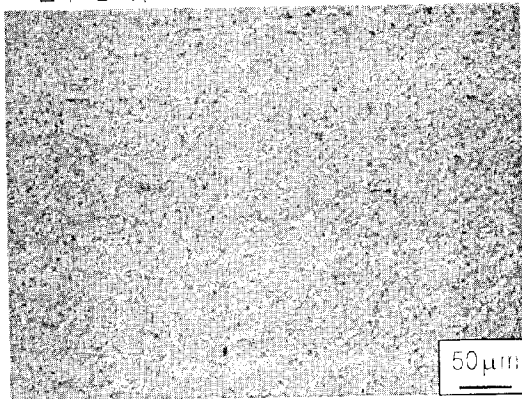
교반부 영역(Stir Zone)



1회 마찰교반

[Fig. 5g]

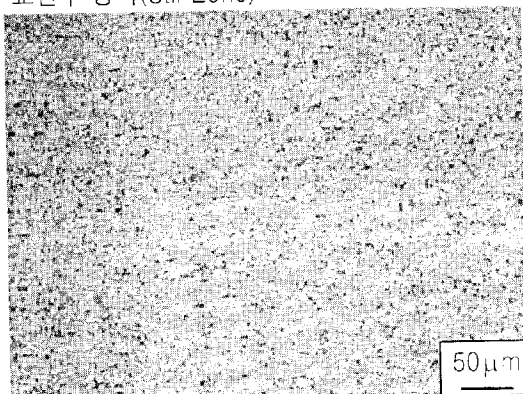
교반부 영역(Stir Zone)



1회 마찰교반 + 워터

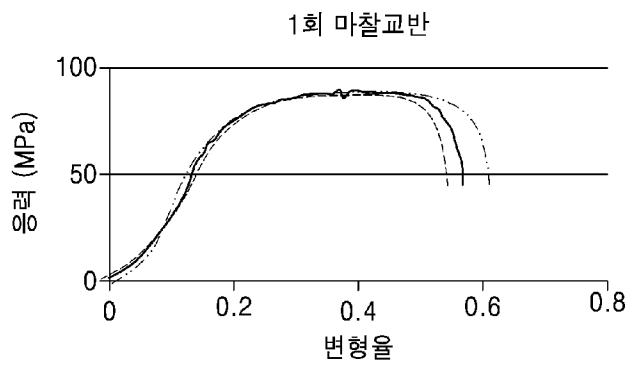
[Fig. 5h]

교반부 영역(Stir Zone)

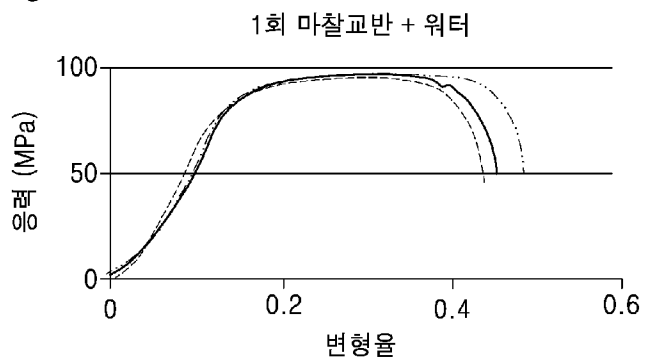


1회 마찰교반 + 그래파이트 20%

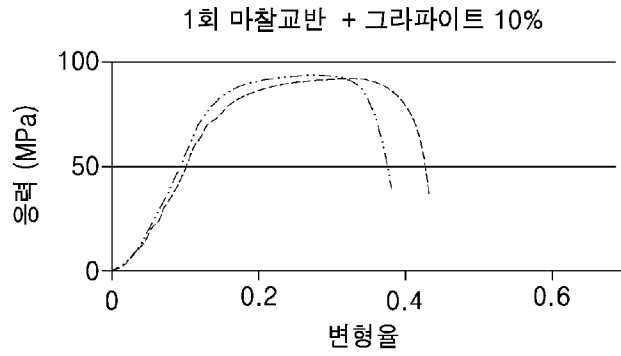
[Fig. 6a]



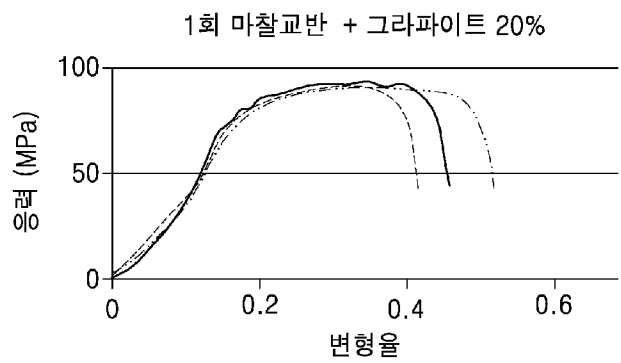
[Fig. 6b]



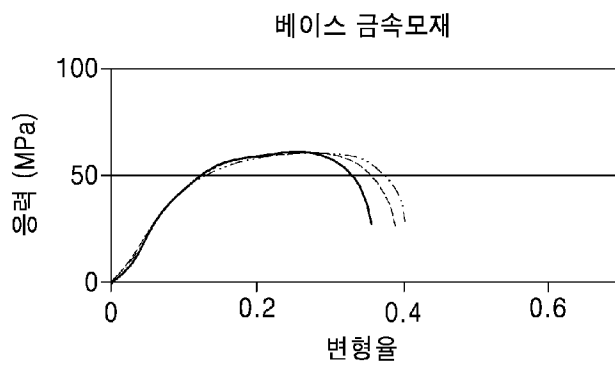
[Fig. 6c]



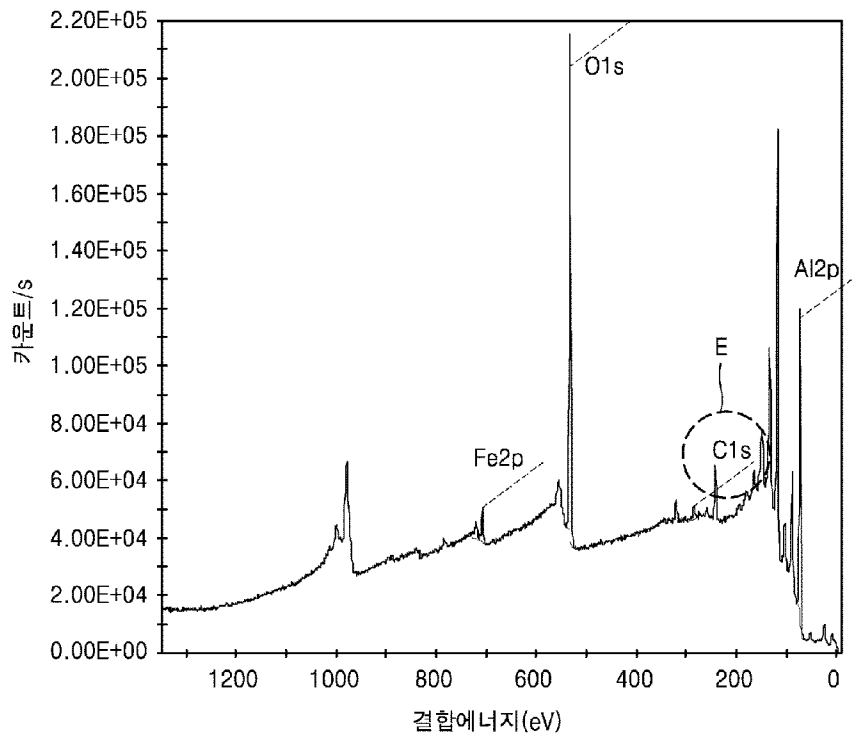
[Fig. 6d]



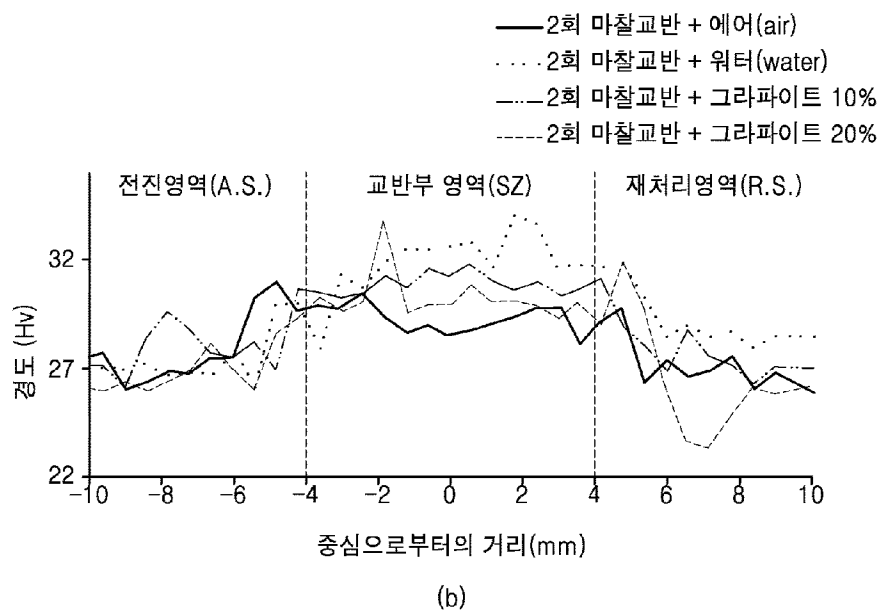
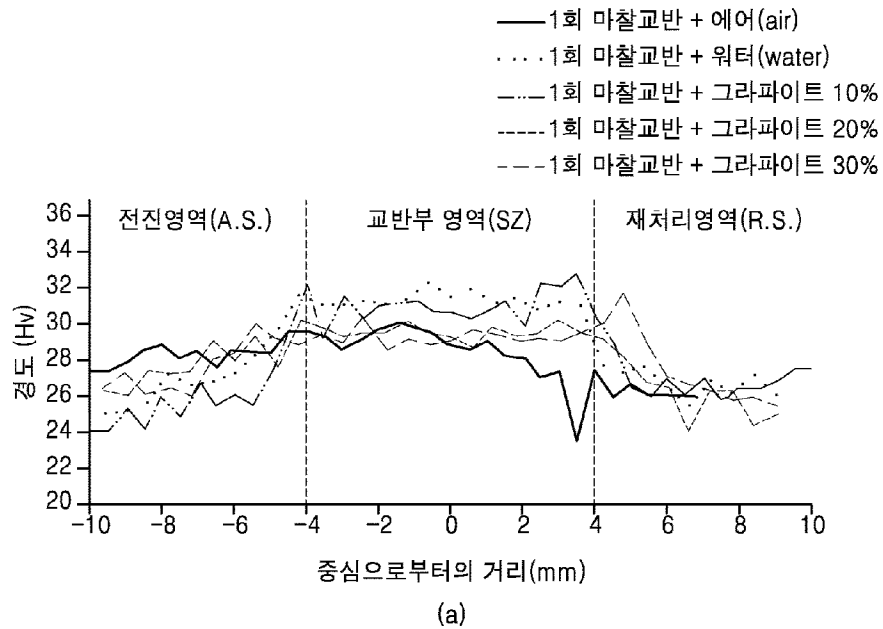
[Fig. 6e]



[Fig. 7]



[Fig. 8]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/KR2014/008117**A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER*****B23K 20/12(2006.01)i***

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

B23K 20/12; F28F 3/12; C22C 1/10; B23K 37/00; H05K 1/00; C09D 183/04

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Korean Utility models and applications for Utility models: IPC as above

Japanese Utility models and applications for Utility models: IPC as above

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

eKOMPASS (KIPO internal) & Keywords: metal material, thermoconductive composition, friction stir, composite material

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 2011-074425 A (SUMITOMO ELECTRIC IND. LTD.) 14 April 2011 See paragraphs [0001]-[0003], [0040], [0052]-[0061] and figures 2-6.	1-2,6-7
Y		3-5,8
Y	KR 10-2010-0124872 A (KIM, Johng Ha) 30 November 2010 See paragraphs [0035], [0053], [0073] and figures 1-2.	3-5,8
A	US 7905383 B1 (TORNG et al.) 15 March 2011 See column 3, lines 4-16, lines 33-52 and figure 1.	1-8
A	KR 10-2011-0003572 A (NIPPON LIGHT METAL COMPANY, LIMITED) 12 January 2011 See paragraphs [0007], [0053], [0063]-[0069] and figures 1-4.	1-8
A	US 2006-0032891 A1 (FLAK et al.) 16 February 2006 See paragraphs [0009]-[0011], [0059]-[0062] and figures 1-4.	1-8



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"I" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

16 JANUARY 2015 (16.01.2015)

Date of mailing of the international search report

16 JANUARY 2015 (16.01.2015)

Name and mailing address of the ISA/KR

Korean Intellectual Property Office
Government Complex-Daejeon, 189 Seonsa-ro, Daejeon 302-701,
Republic of Korea

Facsimile No. 82-42-472-7140

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/KR2014/008117

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member	Publication date
JP 2011-074425 A	14/04/2011	NONE	
KR 10-2010-0124872 A	30/11/2010	KR 10-1136397 B1	18/04/2012
US 7905383 B1	15/03/2011	NONE	
KR 10-2011-0003572 A	12/01/2011	CN 102036779 A	27/04/2011
		CN 102036779 B	09/04/2014
		JP 05071249 B2	14/11/2012
		JP 05125760 B2	23/01/2013
		JP 2009-279594 A	03/12/2009
		JP 2009-291800 A	17/12/2009
		KR 10-1179353 B1	03/09/2012
		TW 200949186 A	01/12/2009
		TW 201403018 A	16/01/2014
		TW I417500 B	01/12/2013
		WO 2009-142070 A1	26/11/2009
US 2006-0032891 A1	16/02/2006	CA 2560053 A1	13/10/2005
		CN 1968783 A	23/05/2007
		EP 1735125 A2	27/12/2006
		EP 1735125 A4	28/10/2009
		JP 2007-530791 A	01/11/2007
		JP 2007-532151 A	15/11/2007
		MX PA06010846 A	02/10/2007
		NO 20064807 A	23/10/2006
		US 2005-0252341 A1	17/11/2005
		US 2006-0032333 A1	16/02/2006
		US 2006-0049234 A1	09/03/2006
		US 2010-0071961 A1	25/03/2010
		US 2010-0078224 A1	01/04/2010
		US 8186561 B2	29/05/2012
		WO 2005-094274 A2	13/10/2005
		WO 2005-094274 A3	29/03/2007
		WO 2005-094541 A2	13/10/2005
		WO 2005-094541 A3	28/09/2006
		WO 2005-094542 A2	13/10/2005
		WO 2005-094542 A3	16/11/2006
		WO 2005-113173 A2	01/12/2005
		WO 2005-113173 A3	28/09/2006
		WO 2006-066237 A2	22/06/2006
		WO 2006-066237 A3	12/10/2006

A. 발명이 속하는 기술분류(국제특허분류(IPC))

B23K 20/12(2006.01)i

B. 조사된 분야

조사된 최소문헌(국제특허분류를 기재)

B23K 20/12; F28F 3/12; C22C 1/10; B23K 37/00; H05K 1/00; C09D 183/04

조사된 기술분야에 속하는 최소문헌 이외의 문헌

한국등록실용신안공보 및 한국공개실용신안공보: 조사된 최소문헌란에 기재된 IPC

일본등록실용신안공보 및 일본공개실용신안공보: 조사된 최소문헌란에 기재된 IPC

국제조사에 이용된 전산 데이터베이스(데이터베이스의 명칭 및 검색어(해당하는 경우))

eKOMPASS(특허청 내부 검색시스템) & 키워드: 금속재료, 열전도성 조성물, 마찰교반, 복합재료

C. 관련 문헌

카테고리*	인용문헌명 및 관련 구절(해당하는 경우)의 기재	관련 청구항
X	JP 2011-074425 A (SUMITOMO ELECTRIC IND. LTD.) 2011.04.14 단락 [0001]-[0003], [0040], [0052]-[0061] 및 도면 2-6 참조.	1-2, 6-7
Y		3-5, 8
Y	KR 10-2010-0124872 A (김정하) 2010.11.30 단락 [0035], [0053], [0073] 및 도면 1-2 참조.	3-5, 8
A	US 7905383 B1 (TORNG 외 5명) 2011.03.15 칼럼 3, 라인 4-16, 라인 33-52 및 도면 1 참조.	1-8
A	KR 10-2011-0003572 A (니폰케이킨조쿠가부시키키가이샤) 2011.01.12 단락 [0007], [0053], [0063]-[0069] 및 도면 1-4 참조.	1-8
A	US 2006-0032891 A1 (FLAK 외 4명) 2006.02.16 단락 [0009]-[0011], [0059]-[0062] 및 도면 1-4 참조.	1-8

☐ 추가 문헌이 C(계속)에 기재되어 있습니다.

☒ 대응특허에 관한 별지를 참조하십시오.

* 인용된 문헌의 특별 카테고리:

“A” 특별히 관련이 없는 것으로 보이는 일반적인 기술수준을 정의한 문헌

“T” 국제출원일 또는 우선일 후에 공개된 문헌으로, 출원과 상충하지 않으며 발명의 기초가 되는 원리나 이론을 이해하기 위해 인용된 문헌

“E” 국제출원일보다 빠른 출원일 또는 우선일을 가지나 국제출원일 이후에 공개된 선출원 또는 특허 문헌

“X” 특별한 관련이 있는 문헌. 해당 문헌 하나만으로 청구된 발명의 신규성 또는 진보성이 없는 것으로 본다.

“L” 우선권 주장에 의문을 제기하는 문헌 또는 다른 인용문헌의 공개일 또는 다른 특별한 이유(이유를 명시)를 밝히기 위하여 인용된 문헌

“Y” 특별한 관련이 있는 문헌. 해당 문헌이 하나 이상의 다른 문헌과 조합하는 경우로 그 조합이 당업자에게 자명한 경우 청구된 발명은 진보성이 없는 것으로 본다.

“O” 구두 개시, 사용, 전시 또는 기타 수단을 언급하고 있는 문헌

“&” 동일한 대응특허문헌에 속하는 문헌

“P” 우선일 이후에 공개되었으나 국제출원일 이전에 공개된 문헌

국제조사의 실제 완료일

2015년 01월 16일 (16.01.2015)

국제조사보고서 발송일

2015년 01월 16일 (16.01.2015)

ISA/KR의 명칭 및 우편주소

 대한민국 특허청
(302-701) 대전광역시 서구 청사로 189,
4동 (둔산동, 정부대전청사)

팩스 번호 ++82 42 472 3473

심사관

이헌길

전화번호 ++82-42-481-8525



국제조사보고서에서 인용된 특허문헌	공개일	대응특허문헌	공개일
JP 2011-074425 A	2011/04/14	없음	
KR 10-2010-0124872 A	2010/11/30	KR 10-1136397 B1	2012/04/18
US 7905383 B1	2011/03/15	없음	
KR 10-2011-0003572 A	2011/01/12	CN 102036779 A	2011/04/27
		CN 102036779 B	2014/04/09
		JP 05071249 B2	2012/11/14
		JP 05125760 B2	2013/01/23
		JP 2009-279594 A	2009/12/03
		JP 2009-291800 A	2009/12/17
		KR 10-1179353 B1	2012/09/03
		TW 200949186 A	2009/12/01
		TW 201403018 A	2014/01/16
		TW I417500 B	2013/12/01
		WO 2009-142070 A1	2009/11/26
US 2006-0032891 A1	2006/02/16	CA 2560053 A1	2005/10/13
		CN 1968783 A	2007/05/23
		EP 1735125 A2	2006/12/27
		EP 1735125 A4	2009/10/28
		JP 2007-530791 A	2007/11/01
		JP 2007-532151 A	2007/11/15
		MX PA06010846 A	2007/10/02
		NO 20064807 A	2006/10/23
		US 2005-0252341 A1	2005/11/17
		US 2006-0032333 A1	2006/02/16
		US 2006-0049234 A1	2006/03/09
		US 2010-0071961 A1	2010/03/25
		US 2010-0078224 A1	2010/04/01
		US 8186561 B2	2012/05/29
		WO 2005-094274 A2	2005/10/13
		WO 2005-094274 A3	2007/03/29
		WO 2005-094541 A2	2005/10/13
		WO 2005-094541 A3	2006/09/28
		WO 2005-094542 A2	2005/10/13
		WO 2005-094542 A3	2006/11/16
		WO 2005-113173 A2	2005/12/01
		WO 2005-113173 A3	2006/09/28
		WO 2006-066237 A2	2006/06/22
		WO 2006-066237 A3	2006/10/12