



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2016-0011791
(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 10-2014-0092796
(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
최정관
전북 전주시 덕진구 팔복2길 11-19
(74) 대리인
이은철

전체 청구항 수 : 총 5 항

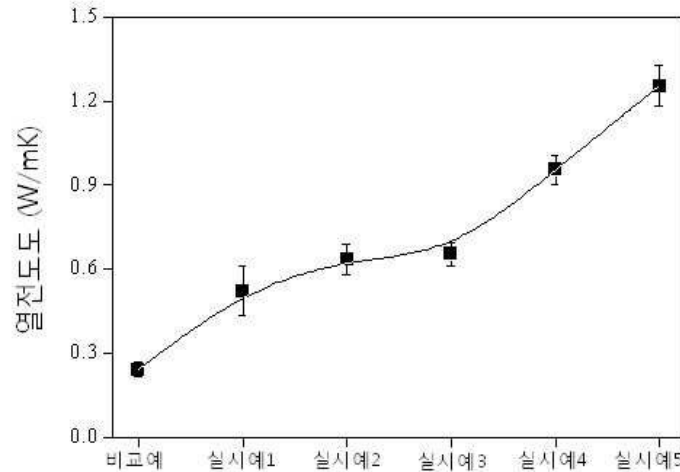
(54) 발명의 명칭 액중 전기폭발법에 의한 금속 나노 분말을 포함하는 에폭시 복합재 제조방법

(57) 요약

본 발명은 에폭시 복합재 관한 것이다.

상기와 같은 본 발명에 따르면, 액중 전기폭발법을 이용하여 제조된 금속 나노 분말을 충전재로 활용하여 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, 방열기관 등의 방열소재에 유용하게 사용할 수 있는 효과가 있다.

대표도 - 도1



명세서

청구범위

청구항 1

- (1) 액중 전기폭발법을 이용하여 금속 나노 분말을 제조하는 단계;
- (2) 상기 (1)단계에 의해 제조된 금속 나노 분말, 에폭시 수지 및 경화제를 혼합하는 단계;
- (3) 상기 (2)단계에 의해 제조된 혼합물을 열처리한 후 기포를 제거하는 단계; 및
- (4) 상기 (3)단계에 의해 열처리한 후 기포가 제거된 혼합물을 경화시키는 단계;를 포함하는 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 금속 나노 분말을 포함하는 에폭시 복합재 제조방법.

청구항 3

제 1 항에 있어서,

상기 (3)단계에서 40 내지 100℃에서 열처리하는 것을 특징으로하는 금속 나노 분말을 포함하는 에폭시 복합재 제조방법.

청구항 4

제 1 항에 있어서,

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

청구항 5

제1항의 제조방법으로 제조된 금속 나노 분말을 포함하는 에폭시 복합재.

발명의 설명

기술 분야

[0001]

본 발명은 에폭시 복합재 관한 것으로서, 더욱 상세하게는 액중 전기폭발법을 이용하여 제조한 금속 나노 분말을 충전제로 활용하여 열전도도가 향상된 에폭시 복합재의 제조방법 및 상기 제조방법에 의해 제조된 금속 나노 분말을 포함하는 에폭시 복합재에 관한 것이다.

배경 기술

[0002]

나노 나노섬유는 기존의 마이크론 입자와 다른 독특한 기계적, 화학적, 전자기적 특성을 나타내기 때문에 광범위한 산업부품 등의 소재 등으로 그 연구 개발이 계속하여 이루어지고 있다. 이러한 나노섬유는 다양한 방법으

로 제조될 수 있는데 그 중 나노섬유로 제조하고자 하는 금속 등의 와이어를 모재로 하여 이러한 와이어에 고전압을 인가하여 와이어를 폭발시켜 나노섬유로 제조하는 전기선 폭발법 (Electric Explosion of Wire, EEW), 즉 전기폭발법이 이용되고 있다. 전기폭발법은 기중 폭발법과 액중 폭발법이 있다.

[0003] 상기 기중 전기폭발법은 공기 혹은 불활성 가스가 채워진 챔버 내부에 금속 와이어를 피딩하여, 상기 금속 와이어를 펄스파워를 이용하여 전기적으로 폭발시킨 후 포집하여 나노섬유를 제조하는 것이다.

[0004] 그리고 상기 액중 전기폭발법은 액체가 어느정도 채워진 챔버 내부에 금속와이어를 피딩하고, 이를 펄스파워를 이용하여 전기적으로 폭발시킨 후 포집하여 나노섬유를 제조하는 것이다

[0005] 상기 액중 전기폭발법의 장점은 기중 전기 폭발법에 비하여 입자의 평균사이즈가 작으며, 나노입자의 분산성이 우수하다는 점이다.

[0006] 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

[0007] 본 발명자는 액중 전기폭발법을 이용하여 제조된 금속 나노 분말을 충전재로 사용하여 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.

[0008] 결국, 본 발명의 목적은 액중 전기폭발법을 이용하여 제조된 금속 나노 분말을 충전재로 활용하여 에폭시 복합재를 제조하는 방법을 제공하는데 있다.

[0009] 또한, 본 발명의 다른 목적은 상기와 같은 제조방법에 의해 제조된 금속 나노 분말을 포함하는 에폭시 복합재를 제공하는데 있다.

과제의 해결 수단

[0010] 상기 목적을 달성하기 위하여, 본 발명은 (1) 액중 전기폭발법을 이용하여 금속 나노 분말을 제조하는 단계;와 (2) 상기 (1)단계에 의해 제조된 금속 나노 분말, 에폭시 수지 및 경화제를 혼합하는 단계;와 (3) 상기 (2)단계에 의해 제조된 혼합물을 열처리한 후 기포를 제거하는 단계; 및 (4) 상기 (3)단계에 의해 열처리한 후 기포가 제거된 혼합물을 경화시키는 단계;를 포함하는 금속 나노 분말을 포함하는 에폭시 복합재 제조방법을 제공한다.

[0011] 상기 (2)단계에서 경화제는 에폭시 수지와 1:1의 당량비로 첨가되는 것을 특징으로 한다.

[0012] 상기 (3)단계에서 40 내지 100℃에서 열처리하는 것을 특징으로 한다.

[0013] 상기 (4)단계에서 10 내지 20MPa의 압력으로 130 내지 170℃의 온도조건에서 경화시키는 것을 특징으로 한다.

[0014] 또한, 본 발명은 상기 제조방법에 의해 제조된 금속 나노 분말을 포함하는 에폭시 복합재를 제공한다.

발명의 효과

[0015] 상기와 같은 본 발명에 따르면, 액중 전기폭발법을 이용하여 제조된 금속 나노 분말을 충전재로 활용하여 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, 방열기관 등의 방열소재에 유용하게 사용할 수 있는 효과가 있다.

도면의 간단한 설명

[0016] 도 1 은 액중 전기폭발법에 의해 제조된 금속 나노 분말로 강화된 에폭시 복합재의 열전도도를 나타낸 그래프.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0017] 이하, 본 발명을 상세히 설명한다.
- [0018] 본 발명은 (1) 액중 전기폭발법을 이용하여 금속 나노 분말을 제조하는 단계;와 (2) 상기 (1)단계에 의해 제조된 금속 나노분말, 에폭시 수지 및 경화제를 혼합하는 단계;와 (3) 상기 (2)단계에 의해 제조된 혼합물을 열처리한 후 기포를 제거하는 단계; 및 (4) 상기 (3)단계에 의해 열처리한 후 기포가 제거된 혼합물을 경화시키는 단계;를 포함하는 금속 나노 분말을 포함하는 에폭시 복합재 제조방법을 제공한다.
- [0019] 상기 (1)단계에서 금속 나노 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 있고 바람직하게는 알루미늄을 사용하는 것이다. 한편, 액중 전기폭발법에 의한 금속 나노 분말의 제조방법은 (1) Al, Cu, Au, In, Fe, Mo, Ni, Pd, Pt, Ag, Sn, Ti, W, Zn, Zr로 이루어진 군에서 선택되는 금속와이어를 준비하고 (2) 액체는 증류수, 수용액, 유기용매 및 유기용액 중에서 선택되는 1종 또는 2종 이상의 혼합액을 사용할 수 있다. (3) 상기 금속와이어의 직경은 0.1 내지 5mm, 길이는 50 내지 100mm인 것이 바람직하다. 그리고, (4) 방전에 사용되는 커패시터의 용량은 50 내지 100 μ F인 것을 사용하며 (5) 커패시터의 정격전압은 10 내지 50 kV인 것을 사용하는 것이 바람직하다.
- [0020] 상기 (2)단계에서 경화제는 에폭시 수지와 1:1의 당량비로 첨가되는 것이 바람직하며, 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. 또한, 상기 (2)단계에서 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.
- [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. 액중 전기폭발법에 의한 알루미늄 나노섬유의 제조
- [0024] 액중 전기폭발이 발생하는 챔버의 체적은 약 20 리터이고, 그 절반정도를 에탄올로 채웠다. 나머지 절반의 공간은 폭발에 의한 부피팽창을 흡수하여 챔버가 파손되는 것을 방지하기 위한 공간이다. 와이어가 설치되는 두 전극은 절연체로 만들어진 챔버커버에 고정하였다. 폭발시키는 와이어는 두 전극의 끝부분에 고정된 니켈 전극위에 놓인다. 알루미늄 와이어는 직경 0.6 mm이고 폭발하는 길이 (전극간격)는 80 mm이다.
- [0025] 전극에 와이어를 설치한 후에는 챔버의 커버를 공압으로 움직여 닫는다. 커버가 닫히면 와이어는 완전히 액체중으로 잠기게 된다. 이와같이 챔버의 커버를 위아래로 움직여서 와이어의 설치와 액중폭발을 반복하여 실시할 수 있다.
- [0026] 방전에 사용하는 커패시터의 용량은 104 μ F이고, 52 μ F 용량의 커패시터 2개를 병렬로 연결하여 사용하였다. 커패시터의 정격전압은 12 kV로 충전하였다.
- [0027] 1-2. 나노복합재료의 제조
- [0028] 상기 제조한 알루미늄 나노섬유를 20 phr, 에폭시 수지(국도화학), 에폭시 수지와 1 : 1의 당량비를 갖는 경화제를 첨가한 후 충분히 섞일 수 있도록 3롤밀을 이용하여 1 시간 이상 밀링하여 혼합하였다.
- [0029] 상기 혼합물을 40 내지 100 ℃의 온도범위로 1 내지 60 분 동안 핫플레이트에서 가열하여 점도를 떨어뜨린 후 진공오븐에서 기포 및 유기용매를 제거하였다. 한편, 성형시 발생하는 기포는 열전도도를 저하시키기 때문에 진공 백 몰딩(vacuum bag molding)을 만들어 공기흡입장치를 이용하여 제거하였다. 기포를 제거한 혼합물을 성형 몰드에 주입한 후 10 내지 20 MPa의 압력으로 130 내지 170℃에서 10 내지 60 분 동안 핫프레스에서 경화시켜 알루미늄 나노섬유로 강화된 에폭시 나노복합재료를 제조하였다.

- [0030] **실시예 2.**
- [0031] 상기 실시예 1.과 동일한 과정으로 에폭시 나노복합재료를 제조하되, 알루미늄 나노섬유를 40 phr 첨가하여 제조하였다.
- [0032] **실시예 3.**
- [0033] 상기 실시예 1.과 동일한 과정으로 에폭시 나노복합재료를 제조하되, 알루미늄 나노섬유를 60 phr 첨가하여 제조하였다.
- [0034] **실시예 4.**
- [0035] 상기 실시예 1.과 동일한 과정으로 에폭시 나노복합재료를 제조하되, 알루미늄 나노섬유를 80 phr 첨가하여 제조하였다.
- [0036] **실시예 5.**
- [0037] 상기 실시예 1.과 동일한 과정으로 에폭시 나노복합재료를 제조하되, 알루미늄 나노섬유를 100 phr 첨가하여 제조하였다.
- [0038] **비교예.**
- [0039] 상기 실시예 1.과 동일한 과정으로 에폭시 나노복합재료를 제조하되, 알루미늄 나노섬유를 첨가하지 않은 나노복합재료를 제조하였다.
- [0040] **실험예 1.**
- [0041] 상기 실시예 1. 내지 5. 및 비교예에서 제조한 나노복합재료의 열전도도를 관찰하기 위하여, 열전도도 분석을 실시하였으며, 비교적 열전달 특성이 낮은 고분자 샘플의 열 방사도를 향상시키기 위해 샘플 양면에 graphite 코팅을 한 후 열전도도를 측정하고, 그 결과는 도 1.에 나타내었다.
- [0042] 본원발명에 의한 에폭시 나노복합재료는 액중 전기폭발법으로 제조된 나노섬유를 60 내지 100 phr 함량으로 함유하는 것이 최적의 효과를 나타내었다. 즉, 본원발명에 의한 에폭시 나노복합재료의 열전도도는 0.1 내지 5.0 W/mK를 갖으며, 액중 전기폭발법으로 제조된 나노섬유는 60 phr 까지는 열전도도가 미미하게 상승하였고, 60 phr 이상부터는 급격한 열전도도 상승을 보였다.
- [0043] 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

