



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2020년04월07일
(11) 등록번호 10-2098090
(24) 등록일자 2020년04월01일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C01B 32/956 (2017.01) C01B 32/184 (2017.01)
C08J 5/00 (2006.01)
- (52) CPC특허분류
C01B 32/956 (2017.08)
C01B 32/184 (2017.08)
- (21) 출원번호 10-2018-0077307
- (22) 출원일자 2018년07월03일
심사청구일자 2018년07월03일
- (65) 공개번호 10-2020-0004192
- (43) 공개일자 2020년01월13일
- (56) 선행기술조사문헌
The Journal of Physical Chemistry C, Vol.119,
No.34, pp.19772-19779 (2015.08.05.)*
Carbon, Vol.48, No.15, pp.4466-4474
(2010.08.10.)*
Scientific Reports, Vol.7, No.1, pp.1-11
(2017.06.01.)*
*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

- (73) 특허권자
한국교통대학교산학협력단
충청북도 충주시 대소원면 대학로 50
- (72) 발명자
김성룡
경기도 성남시 분당구 이매로 16, 703동 402호(이매동, 아름마을효성아파트)
- 부민칸
충청북도 충주시 대소원면 대학로 50
- (74) 대리인
특허법인 남앤남

전체 청구항 수 : 총 8 항

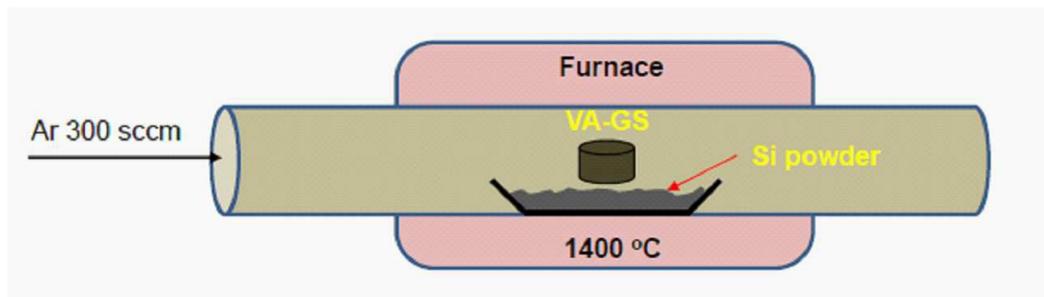
심사관 : 장기완

(54) 발명의 명칭 SiC 시트, 이의 제조 방법 및 이를 포함하는 고방열 고분자 복합재료

(57) 요약

본 발명자들은 그래핀 시트로부터 SiC 시트를 최초로 합성하였다. 특히, 본 발명자들은 수직 배열된 그래핀 시트로부터 수직 배열된 SiC 시트를 최초로 합성하였고, 이를 고분자 복합재료의 충전제로 사용함으로써 두께 방향으로의 열전도도가 획기적으로 증가된 고분자 복합재료를 발명하였다. 본 발명을 통해, 열전도도는 우수하면서도, 탄소계 필러를 포함하는 경우에 비하여 전기 전도도가 낮은 고분자 복합재료를 제공할 수 있다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

C08J 5/00 (2013.01)

C08J 2300/00 (2013.01)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 2016H1D5A1908330

부처명 미래창조과학부

연구관리전문기관 한국연구재단

연구사업명 지역신산업선도인력양성사업

연구과제명 나노구조 제어를 이용한 의료용 투명 점착 패치 개발

기 여 율 1/2

주관기관 한국교통대학교산학협력단

연구기간 2016.06.01 ~ 2019.05.31

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 2017R1A2B4005200

부처명 미래창조과학부

연구관리전문기관 한국연구재단

연구사업명 기초연구사업

연구과제명 3차원 나노구조를 이용한 절연타입 고방열 감압점착 복합재료 개발

기 여 율 1/2

주관기관 한국교통대학교산학협력단

연구기간 2017.03.01 ~ 2022.02.28

명세서

청구범위

청구항 1

그래핀 옥사이드를 환원하여 그래핀 시트를 준비하는 단계; 및
 상기 그래핀 시트로부터 SiC시트를 합성하는 단계를 포함하고,
 상기 SiC시트를 합성하는 단계에서는,
 상기 그래핀 시트를 Ar 가스 분위기에서 Si powder 로 열처리하여,
 상기 Si powder로부터 증발된 Si vapor 및 상기 그래핀 시트의 탄소가 반응하여 10 nm 내지 80 nm의 입경을 가지는SiC 나노 파티클들로 합성되고,
 상기 SiC 나노 파티클들이 연결되어 SiC 시트로 전환되는 것을 특징으로 하는 SiC 시트의 제조 방법.

청구항 2

삭제

청구항 3

제1항에 있어서,
 상기 SiC시트를 합성하는 단계에서는,
 300 sccm의 Ar 가스 분위기에서 100 ℃ 내지 200 ℃까지 승온 및 유지하는 제1 열처리하는 단계; 및
 300 sccm의 Ar 가스 분위기에서 1200 ℃ 내지 1600 ℃까지 승온 및 유지하는 제2 열처리하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 SiC 시트의 제조 방법.

청구항 4

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 따른 제조 방법으로 제조되고, 10 nm 내지 80 nm의 입경을 가지는 SiC 나노 파티클들이 연결되어 전환된 SiC 시트.

청구항 5

제4항에 있어서,
 상기 SiC 시트는 수직 배열된 것을 특징으로 하는 SiC 시트.

청구항 6

매트릭스 수지; 및
 10 nm 내지 80 nm의 입경을 가지는 SiC 나노 파티클들이 연결되어 전환된 SiC 시트를 포함하는 고방열 고분자 복합재료.

청구항 7

제6항에 있어서,

상기 SiC 시트는 수직 배열된 것을 특징으로 하는 고방열 고분자 복합재료.

청구항 8

제6항에 있어서,

상기 매트릭스 수지 및 SiC 시트의 중량비는 99 : 1 내지 90 : 10 인 것을 특징으로 하는 고방열 고분자 복합재료.

청구항 9

제6항에 있어서,

상기 매트릭스 수지는 폴리올레핀(polyolefin)계 수지, 폴리아미드 (polyimide)계 수지, 폴리아미드 (polyamide)계 수지, 폴리아미드이미드 (polyamideimide)계 수지, 폴리페닐렌옥사이드 (polyphenyleneoxide)계 수지, 폴리페닐렌술포 (polyphenylenesulfone)계 수지, 폴리비닐아세테이트계 공중합체, (메트)아크릴계 공중합체, 에틸렌비닐아세테이트계 공중합체, 폴리비닐클로라이드계 수지, 폴리카보네이트계 수지, 폴리술포계 수지, 아크릴로니트릴부타디엔-스티렌(acrylonitrile-butadiene-styrene)계 수지, 폴리에테르에테르케톤 (polyetheretherketone)계 수지, 에폭시계 화합물, 아미노계 화합물, 페놀계 화합물, 불포화폴리에스테르계 화합물, 열경화형 아크릴계 화합물, 실리콘계 화합물 및 이들의 조합으로 이루어진 군에서 선택되는 적어도 하나를 포함하는 것을 특징으로 하는 고방열 고분자 복합재료.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 SiC 시트, 이의 제조 방법 및 이를 포함하는 고방열 고분자 복합재료에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 전자 제품들이 고성능화됨과 동시에 소형화되고 특히, 두께가 점점 얇아지면서 각종 전자 제품 내의 전자 소자들의 대용량화와 고집적화가 함께 이루어지게 되었고, 그에 따라 이러한 전자 제품들의 방열 성능이 제품의 성능에 핵심적인 요소로 인식되고 있다.

[0003] 예를 들어, 스마트 폰이나 태블릿 PC 등의 소형 전자기기일수록 더욱 많은 열을 방출시키므로 이들 장치에서 열을 효과적으로 방출시키는 것이 중요하고, 자동차 분야에 있어서도 하이브리드 자동차나 연료전지 자동차에서 고전류가 흐르는 부품의 이용을 피할 수 없기 때문에 발생하는 열을 방출시키는 것이 중요하다.

[0004] 이러한 전자 기기들의 작동 중 발생하는 열이 계속하여 국부적으로 축적되게 되면 기기의 내부 온도가 계속 상승하게 되어 기기의 오작동을 발생시키거나, 수명을 단축시킬 수 있는 문제가 있으며, 일반적으로 전자 기기의 내부온도가 약 10℃ 정도로 올라가면 기기의 수명이 대략 절반으로 줄어드는 것으로 보고되고 있다.

[0005] 이에, 경량화를 실현하고 성형 가공성이 우수하면서도 높은 열전도도가 높아 방열 성능이 우수한 고분자 복합재료의 개발에 대한 요구가 점점 커지고 있다.

[0006] 하지만, 일반적인 고분자의 열 전도도는 0.15 내지 0.5 W/mK로서 아주 낮아 방열성에 대한 요구 수준으로 충족하기 어렵고, 그에 따라 방열성을 더욱 향상시키기 위하여 100W/mK이상의 높은 열전도도를 가지는 세라믹, 금속 필러, 팽창성 흑연 등의 도전성 필러를 적용하는 연구가 많이 진행되고 있으나, 고분자 내에서 이들의 분산성이 매우 낮아 열전도도가 충분히 향상되지 못하고 이러한 방열 필러가 과량 첨가되는 경우에는 고분자의 가공이 어려운 문제점이 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0007] 본 발명자들은 그래핀으로부터 SiC 시트를 최초로 합성하였다. 특히, 수직 배열된 그래핀으로부터 수직 배열된 SiC 시트를 최초로 합성하였고, 이를 고분자 복합재료의 충전제로 사용함으로써 두께 방향으로의 열전도도가 획기적으로 증가된 고분자 복합재료를 발명하였다. 본 발명을 통해, 열전도도는 우수하면서, 전기 전도도는 낮은 고분자 복합재료를 제공할 수 있다.

과제의 해결 수단

[0008] 본 발명의 일 실시예에 따른 SiC 시트의 제조 방법은, 그래핀 옥사이드를 환원하여 그래핀 시트를 준비하는 단계; 및 상기 그래핀 시트로부터 SiC시트를 합성하는 단계를 포함할 수 있다.

[0009] 일 실시예에 따른 SiC 시트의 제조 방법에서, 상기 SiC시트를 합성하는 단계에서는, 상기 그래핀 시트를 Ar 가스 분위기에서 Si powder 로 고온 열처리하는 것을 특징으로 한다.

[0010] 일 실시예에 따른 SiC 시트의 제조 방법에서, 상기 SiC시트를 합성하는 단계에서는, 300 sccm의 Ar 가스 분위기에서 100 °C 내지 200 °C까지 승온 및 유지하는 제1 열처리하는 단계; 및 300 sccm의 Ar 가스 분위기에서 1200 °C 내지 1600 °C까지 승온 및 유지하는 제2 열처리하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 한다.

[0011] 본 발명의 일 실시예는 상기 제조 방법으로 제조된 SiC 시트이다.

[0012] 본 발명의 일 실시예에 따른 고방열 고분자 복합재료는, 매트릭스 수지; 및 SiC 시트를 포함할 수 있다.

[0013] 상기 SiC시트는 수직 배열된 것을 특징으로 한다.

[0014] 일 실시예에 따른 고방열 고분자 복합재료에서, 상기 매트릭스 수지 및 SiC 시트의 부피비는 99 : 1 내지 90 : 10 인 것을 특징으로 한다.

[0015] 일 실시예에 따른 고방열 고분자 복합재료에서, 상기 매트릭스 수지는 폴리올레핀(polyolefin)계 수지, 폴리이미드 (polyimide)계 수지, 폴리아미드 (polyamide)계 수지, 폴리아미드이미드 (polyamideimide)계 수지, 폴리페닐렌옥사이드 (polyphenyleneoxide)계 수지, 폴리페닐렌술폰 (polyphenylenesulfone)계 수지, 폴리비닐아세테이트계 공중합체, (메트)아크릴계 공중합체, 에틸렌비닐아세테이트계 공중합체, 폴리비닐클로라이드계 수지, 폴리카보네이트계 수지, 폴리술폰계 수지, 아크릴로니트릴부타디엔-스티렌(acrylonitrile-butadiene-styrene)계 수지, 폴리에테르에테르케톤(polyetheretherketone)계 수지, 에폭시계 화합물, 아미노계 화합물, 페놀계 화합물, 불포화폴리에스테르계 화합물, 열경화형 아크릴계 화합물, 실리콘계 화합물 및 이들의 조합으로 이루어진 군에서 선택되는 적어도 하나를 포함하는 것을 특징으로 한다.

발명의 효과

[0016] 본 발명은 그래핀으로부터 SiC 시트를 합성할 수 있다. 또는, 본 발명은 수직 배열된 그래핀으로부터 수직 배열된 SiC 시트를 합성할 수 있다. 본 발명은 고분자 복합재료의 충전제로써 수직 배열된 SiC 시트를 사용함으로써, 두께 방향(SiC 시트의 면방향)으로의 열전도도가 획기적으로 증가된 고분자 복합재료를 제공할 수 있다. 또한, 열전도도는 우수하면서, 탄소계 필러를 포함하는 경우에 비하여 전기 전도도는 낮은 복합재료를 구현할 수 있다. 본 발명에 따른 고분자 복합재료를 통해 방열 성능을 효과적으로 향상시킬 수 있고, 전자 제품으로의 사용성을 향상할 수 있다. 즉, 본 발명에 따른 고분자 복합재료를 전자 회로 등에 사용 시 오작동 및 수명 단축을 방지할 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0017] 도 1은 SiC 시트를 제조하는 방법의 개략적인 모식도이다.

도 2의 (a)는 실시예 1에 따라 제조된 수직 배열된 구조의 GO(VA-GO), (b)는 실시예 1에 따라 제조된 수직 배열된 그래핀 시트(VA-GS) (c)는 실시예 2에 따라 제조된 수직 배열된 SiC 시트(VA-SiC) 의 사진들이다.

도 3의 (a)는 VA-GS 및 VA-SiC 시트의 FT-IR 그래프이다. (b)는 VA-GS 및 VA-SiC의 XRD 스펙트라 데이터이다. (c)는 VA-GS 및 VA-SiC의 라만 스펙트라 데이터이다.

도 4의 (a)는 VA-GO의 상면, (b)는 VA-GO의 측면 SEM 이미지들이고, (c)는 VA-GS의 상면, (d)는 VA-GS의 측면 SEM 이미지들이고, (e)는 VA-SiC의 상면, (f)는 VA-SiC의 측면 SEM 이미지들이다.

도 5의 (a), (b) 및 (c)는 10 mg · ml⁻¹의 GO 농도를 가지는 VA-GO로부터 합성한 VA-SiC의 SEM 이미지들이고,

(d), (e) 및 (f)는 20 mg · ml⁻¹의 GO 농도를 가지는 VA-GO로부터 합성한 VA-SiC의 SEM 이미지들이다. 한편, 도 5의 (g), (h), 및 (i)는 VA-SiC의 TEM사진들이다.

도 6은 VA-SiC/epoxy 복합 수지 및 SiC nanoparticle/epoxy 복합 수지의 열전도도 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0018] 이하, 본 문서의 다양한 실시예들이 첨부된 도면을 참조하여 기재된다. 실시예 및 이에 사용된 용어들은 본 문서에 기재된 기술을 특정한 실시 형태에 대해 한정하려는 것이 아니며, 해당 실시예의 다양한 변경, 균등물, 및/또는 대체물을 포함하는 것으로 이해되어야 한다.
- [0019] 이하, 첨부한 도면을 참조하여 본 발명의 실시예를 상세하게 설명하면 다음과 같다.
- [0021] 본 발명은 그래핀으로부터 SiC 시트를 최초로 합성한 합성 방법에 관한 것이다. 본 발명의 일 실시예에 따른 SiC 시트의 제조 방법은, 그래핀 옥사이드를 환원하여 그래핀 시트를 준비하는 단계; 및 상기 그래핀 시트로부터 SiC시트를 합성하는 단계를 포함할 수 있다.
- [0022] 본 발명의 일 실시예에 따르면, 수직 배열된 그래핀으로부터 수직 배열된 SiC 시트를 합성할 수 있다. 이하에서는 수직 배열된 SiC시트 합성 방법을 구체예로 제시하였으나, 실시예가 이에 한정되는 것은 아니고, 그래핀 옥사이드의 배열 구조에 따라 다양한 배향 또는 무배향 구조의 SiC 시트를 합성할 수 있다. 즉, 예를 들면, 본 발명의 방법을 통해 수평 배열된 그래핀 옥사이드로부터 수평 배열된 SiC 시트를 합성할 수 있다.
- [0023] 본 발명의 일 실시예에 따르면, 수직 배열된 SiC 시트의 제조 방법은, 동결 주조 방법으로 수직 배열된 그래핀 옥사이드를 환원하여 수직 배열된 그래핀 시트를 준비하는 단계; 및 상기 그래핀 시트로부터 수직 배열된 SiC시트를 합성하는 단계를 포함할 수 있다.
- [0024] 먼저, 수직 배열된 그래핀 옥사이드(Graphene Oxide, GO)를 준비할 수 있다. 그래핀 옥사이드 용액을 액체 질소에 잠긴 금속 막대의 상부에 위치시켜 GO 용액의 상부 및 하부의 큰 온도차를 유도하고 GO를 얼음 결정을 따라 수직하게 정렬시킬 수 있다. 이를 통해 수직 배열된 구조의 GO를 수득할 수 있다.
- [0025] 다음으로, 이러한 수직 배열된 GO를 Ar 가스 분위기에서 환원하여 수직배열된 그래핀 시트(Graphene Sheet, GS)를 준비할 수 있다.
- [0026] 다음으로, 수직 배열된 그래핀 시트를 Si powder에 위치시키고, Ar 가스 분위기 하에서 열처리하여 수직 배열된 SiC시트를 합성할 수 있다. 한편, 열처리는 300 sccm의 Ar 가스 분위기에서 100 °C 내지 200 °C까지 승온 및 유지하는 제1 열처리하는 단계; 및 300 sccm의 Ar 가스 분위기에서 1200 °C 내지 1600 °C까지 승온 및 유지하는 제2 열처리하는 단계를 포함할 수 있다. 이러한 두 단계의 열처리를 수행함으로써, 그래핀 시트의 탄소가 모두 SiC로 변환될 수 있고, 수직 배열된 SiC 시트를 합성할 수 있다.
- [0028] 한편, 상기 제조 방법으로 제조된 수직 배열된 SiC 시트를 고방열 고분자 복합재료의 충전재로 사용할 수 있다. 수직 배열된 SiC 시트를 충전재로 사용함으로써 두께 방향(SiC 시트의 면방향)으로의 열전도도가 획기적으로 증가된 고분자 복합재료를 제공할 수 있다. 구체적으로, 본 발명의 일 실시예에 따른 고방열 고분자 복합재료는, 매트릭스 수지; 및 수직 배열된 SiC 시트를 포함할 수 있다.
- [0029] 상기 매트릭스 수지는 예를 들어, 열가소성 수지 또는 열경화성 수지일 수 있고, 구체적으로, 상기 매트릭스 수지는 열경화성 수지일 수 있으며, 이 기술분야에서 공지된 종류의 열가소성 수지, 또는 열경화성 수지를 포함할 수 있다.
- [0030] 상기 열가소성 수지는 예를 들어, 폴리올레핀(polyolefin)계 수지, 폴리아미드 (polyimide)계 수지, 폴리아미드 (polyamide)계 수지, 폴리아미드이미드 (polyamideimide)계 수지, 폴리페닐렌옥사이드 (polyphenyleneoxide)계 수지, 폴리페닐렌술포 (polyphenylenesulfone)계 수지, 폴리비닐아세테이트계 공중합체, (메트)아크릴계 공중합체, 에틸렌비닐아세테이트계 공중합체, 폴리비닐클로라이드계 수지, 폴리카보네이트계 수지, 폴리술포계 수지, 아크릴로니트릴부타디엔-스티렌(acrylonitrile-butadiene-styrene)계 수지, 폴리에테르에테르케톤 (polyetheretherketone)계 수지 및 이들의 조합을 포함하는 군에서 선택되는 적어도 하나를 포함할 수 있으나, 이에 한정되지 아니한다.
- [0031] 상기 열경화성 수지는 에폭시계 화합물, 아미노계 화합물, 페놀계 화합물, 불포화폴리에스테르계 화합물, 열경화형 아크릴계 화합물, 실리콘계 화합물 및 이들의 조합으로 이루어진 군에서 선택되는 적어도 하나를 포함할

수 있다. 바람직하게는, 상기 매트릭스 수지는 에폭시 수지일 수 있다.

- [0032] 이러한 에폭시 매트릭스에 수직 배열된 SiC 시트를 충전하여 고분자 복합재료를 제조할 수 있다. 이때, 매트릭스 수지 및 SiC 시트의 부피비는 99 : 1 내지 90 : 10 일 수 있다. 매트릭스 수지 및 SiC 시트가 상기 범위 내의 부피비로 혼합됨으로써 SiC 시트들이 수직 방향을 유지하면서 열전도도를 충분히 우수한 수준으로 구현할 수 있다. SiC 시트 함량이 너무 낮을 경우에는 SiC 첨가에 의해 열전도도 증가에 미치는 영향이 제한적이며, 상기 범위를 벗어나 상기 SiC 시트를 너무 많이 포함하는 경우 수직배향이 오히려 감소하여 수직 방향 열전도도가 저하 될 수 있다.
- [0033] 본 발명을 통해, 열전도도는 우수하면서, 전기 전도도는 낮은 고분자 복합재료를 제공할 수 있다.
- [0035] 이하, 본 발명의 구체적인 실시예를 통해 상세히 설명한다.
- [0036] 단, 하기 실시예는 본 발명을 예시하기 위한 것일 뿐 본 발명에 의해 한정되는 것은 아니다.
- [0038] 실시예1-수직 배열된 그래핀 시트(vertically aligned graphene sheets, VA-GS) 준비
- [0039] 동결주조(freeze casting) 방법에 의해 수직 배열된 그래핀 옥사이드 시트가 준비되었다. 그래핀 옥사이드(Graphene Oxide, GO) 용액을 약 5분 및 10 amplitude로 초음파 처리하였다. GO 용액을 알루미늄 바닥의 cylindrical mold에 붓고, 이러한 몰드를 액체 질소에 잠긴 금속 막대의 상부에 위치시켰다. GO 용액의 바닥(-196℃)과 상부(상온)의 큰 온도차로 인해, GO 시트가 얼음 결정의 성장 방향을 따라 수직으로 정렬하였다. 이후, 얼려진 샘플은 약 55℃ 및 10 Pa의 압력에서 2일 동안 건조하였고, 수직 배열된 구조의 GO(VA-GO)를 수득하였다. 수득된 VA-GO는 Ar 분위기의 900 ℃의 온도에서 약 2 시간 동안 퀴즈 튜브 내에서 환원되어 수직 배열된 그래핀 시트(VA-GS)를 수득하였다.
- [0041] 실시예2-수직 배열된 SiC 시트(vertically aligned SiC sheets, VA-SiC) 준비
- [0042] VA-SiC는 template-assisted chemical vapor deposition(TA-CVD) 방법에 의한 인시츄 기체-고체 반응(vapor solid reaction)을 통해 합성되었다. 구체적으로, 도 1을 참고하면, 상기 실시예 1에서 수득된 VA-GS를 Si powder 상에 위치시키고, 300 sccm의 Ar 가스 분위기에서 150 ℃까지 승온하여 30 분 동안 열처리하였다. 다음으로 1400 ℃까지 다시 승온하고 300 sccm의 Ar 가스 분위기에서 3 시간 동안 유지하였다. 이후 상온으로 냉각하여 VA-SiC를 수득하였다.
- [0044] 실시예3-VA-SiC/epoxy 복합 수지의 제조
- [0045] 에폭시 모노머로 구성된 에폭시 매트릭스, 경화제 및 촉매의 중량비가 100:70:1이 되도록 60 ℃의 온도에서 균일하게 혼합하고, 실시예2에서 수득한 VA-SiC를 에폭시 매트릭스 내에 충전하였다. 충전후, 0.1MPa의 압력에서 12시간 동안 공기를 제거하기 위해 진공압을 가하였다. 다음으로, 샘플을 80 ℃의 온도에서 2 시간동안 처리하고, 추가적으로 120 ℃의 온도에서 2 시간동안 처리하였다.
- [0047] 도 2를 참고하면, (a)는 실시예 1에 따라 제조된 수직 배열된 구조의 GO(VA-GO), (b)는 실시예 1에 따라 제조된 수직 배열된 그래핀 시트(VA-GS) (c)는 실시예 2에 따라 제조된 수직 배열된 SiC 시트의 사진들이다.
- [0048] 한편, 도 3을 통해 VA-SiC가 매우 성공적으로 합성됨을 확인하였다. 구체적으로, 도 3의 (a)는 실시예 1에 따라 제조된 VA-GS 및 실시예 2에 따라 제조된 VA-SiC 시트의 FT-IR 그래프이다. 도 3의 (a)를 참고하면, VA-SiC 시트의 FT-IR 그래프에서 821 cm^{-1} 의 Si-C 피크가 검출되었고, 탄소 피크가 검출되지 않은 것으로 보아, VA-GS의 모든 탄소가 SiC로 전환됨을 알 수 있었다.
- [0049] 도 3의 (b)는 VA-GS 및 VA-SiC의 XRD 스펙트라 데이터이다. 도 3의 (b)를 참고하면, 합성 시간에 따른 VA-SiC의 XRD에서는 cubic crystal 구조의 [111], [220] 및 [311]의 격자면에 해당하는 세 개의 강한 피크가 검출되었다. 한편, 합성 시간이 1시간 일 때의 VA-SiC의 XRD에서, VA-GS의 XRD에서 검출된 25.9°의 피크가 검출되었으나, 합성 시간이 지날수록 사라지는 것을 확인하였다. 즉, 3시간의 합성 시간을 통해 GS가 SiC로 완전히 변환함을 알 수 있다. 한편, SiO₂와 같은 불순물의 피크는 검출되지 않았다.
- [0050] 도 3의 (c)는 VA-GS 및 VA-SiC의 라만 스펙트라 데이터이다. VA-SiC의 라만 스펙트라 데이터에서 777 cm^{-2} 및 954 cm^{-2} 의 피크를 관찰하였는데, 이를 통해 3C-SiC의 단결정 구조를 확인하였다.
- [0051] 도 4에서는 SEM이미지들을 통해 VA-GO, VA-GS 및 VA-SiC의 구조를 확인하였다. 도 4의 (a)는 VA-GO의 상면,

(b)는 VA-GO의 측면 SEM 이미지들이고, (c)는 VA-GS의 상면, (d)는 VA-GS의 측면 SEM 이미지들이고, (e)는 VA-SiC의 상면, (f)는 VA-SiC의 측면 SEM 이미지들이다.

[0052] 도 4의 (a)를 통해 VA-GO의 허니컴 구조를 확인하였고, (b)를 통해 수직으로 정렬된 미세 구조를 확인하였다. 또한, 도 4의 (c) 및 (d)를 통해 열처리 환원 후에도 VA-GS가 수직으로 정렬된 구조를 유지함을 확인하였다. 이와 유사하게, 도 4의 (e) 및 (f)를 통해 Template Assisted-Chemical Vapor Deposition (TA-CVD) 방법에 의해 합성된 VA-SiC도 마찬가지로 수직으로 정렬된 구조를 유지함을 확인하였다. 또한, 인접한 벽과 벽사이의 거리가 약 20 um 내지 30 um임을 확인하였다.

[0053] 한편, VA-SiC 시트의 벽 구조를 확인하기 위하여, VA-SiC를 분쇄하여 SEM 사진들을 관찰하였다. 도 5의 (a), (b) 및 (c)는 10 mg · ml⁻¹의 GO 농도를 가지는 VA-GO로부터 합성한 VA-SiC의 SEM 이미지들이고, (d), (e) 및 (f)는 20 mg · ml⁻¹의 GO 농도를 가지는 VA-GO로부터 합성한 VA-SiC의 SEM 이미지들이다. 도 5의 (b) 및 (e)를 비교하면, 높은 농도의 GO로부터 합성한 VA-SiC(e)가 낮은 농도의 GO로부터 합성한 VA-SiC(b)보다 더 두께가 두껍고 매끄러운 표면을 가진 것을 확인하였다. 한편, 도 5의 (c) 및 (f)를 비교하면, 높은 농도의 GO로부터 합성한 VA-SiC(f)가 기공이 없고, 10 nm 내지 80 nm의 다양한 사이즈를 가지는 SiC 나노 파티클들이 밀도 있고 촘촘하게 연결되어 있는 것을 확인할 수 있다. 이를 통해, 낮은 농도의 GO는 완전히 채워진 SiC nanoparticle 시트로 전환되기에는 불충분함을 확인하였다. 한편, 도 5의 (e) 및 (f)를 참고하면, 높은 농도의 GO에서 시트 표면이 완전히 채워지고 두꺼운 두께를 가지는 SiC nanoparticle 시트를 관찰할 수 있었다.

[0054] 한편, 도 5의 (g), (h), 및 (i)는 VA-SiC의 TEM사진들이다. 도 5의 (g)를 참고하면, 많은 SiC nanoparticle 들은 VA-SiC 시트의 밀집한 점으로 된 표면 구조를 형성하였다. 도 5의 (h)를 참고하면, 도 5의 (g)보다 고배율의 TEM 사진으로써, SiC 입자의 직경이 30 내지 60 nm임을 확인하였고, 적층 결함이 있음을 확인하였다. 도 5의 (i)를 참고하면, 인접한 두 원자 층 사이의 격자 줄무늬 간격이 약 0.25 nm임을 확인할 수 있었고, 이는 앞선 도 3의 (b)에서 3C-SiC의 [111]면의 면간격과 대응됨을 확인하였다.

[0055] 도 6은 VA-SiC/epoxy 복합 수지 및 SiC nanoparticle/epoxy 복합 수지의 열전도도 그래프이다.

[0056] 열전도도 측정방법은 다음과 같다. 먼저, 디스크 형태의 샘플(두께 1 mm, 직경 10 mm)을 준비하여 레이저를 조사하여 열확산도를 측정하고, 샘플의 밀도 및 비열을 별도로 측정하였다.

[0057] 1) 열확산도: 레이저 섬광법을 이용하였으며, ULVAC사의 TC-7000을 사용하여 측정하였다.

[0058] 2) 밀도: Alfa Mirage 사의 Electronic Densimeter MD-300S를 사용하여 측정하였다.

[0059] 3) 비열: TA사의 DSC로 사파이어를 표준샘플로 사용하여 비열을 측정하였다.

[0060] 각각 구하여진 값을 하기 [수학식 1]을 통해 계산하여 열전도도를 얻었다.

[0061] [수학식 1]

[0062] $k = a \cdot \rho \cdot C_p$

[0063] (k=열전도도, a=열확산도, ρ=밀도, Cp=비열)

[0065] VA-SiC/epoxy 복합 수지의 Through-plane(두께 방향) 및 In-plane(면 방향)의 열전도도를 각각 측정하였다. 또한, Random dispersion of filler, 즉, SiC 나노파티클이 epoxy 매트릭스 내에 랜덤하게 분산된 SiC nanoparticle/epoxy 복합 수지의 열전도도도 측정하였다. 도 6을 참고하면, SiC가 5.21 vol% 포함된 VA-SiC/epoxy 복합 수지의 Through-plane(두께 방향)의 열전도도는 약 14.32 W · m⁻¹ · K⁻¹로 측정되어, In-plane(면 방향)의 열전도도인 약 1.67 W · m⁻¹ · K⁻¹보다 훨씬 높게 나타났다. 또한, Random dispersion of filler의 경우 0.52 W · m⁻¹ · K⁻¹의 낮은 열전도도를 보였다. 이를 통해 본 발명의 VA-SiC/epoxy 복합 수지를 통해 두께 방향의 열전도도를 획기적으로 증가시킬 수 있음을 알 수 있다.

[0066] 즉, 본 발명의 고방열 고분자 복합재료를 사용한 제품 내에서 발생하는 열을 수직 방향으로 빠르게 방출시킴으로써 국부적인 열의 축적을 효과적으로 방지할 수 있고, 그에 따라 제품의 손상을 방지하여 수명을 연장시킬 수 있다.

[0068] 상술한 실시예에 설명된 특징, 구조, 효과 등은 본 발명의 적어도 하나의 실시예에 포함되며, 반드시 하나의 실시예에만 한정되는 것은 아니다. 나아가, 각 실시예에서 예시된 특징, 구조, 효과 등은 실시예들이 속하는 분야

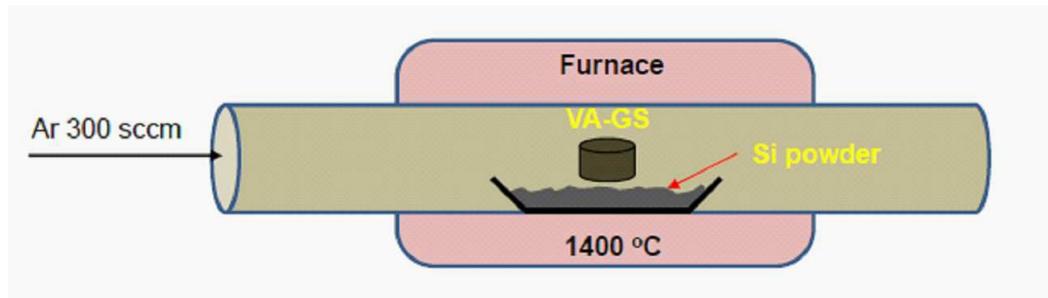
의 통상의 지식을 가지는 자에 의하여 다른 실시예들에 대해서도 조합 또는 변형되어 실시 가능하다. 따라서 이러한 조합과 변형에 관계된 내용들은 본 발명의 범위에 포함되는 것으로 해석되어야 할 것이다.

[0069]

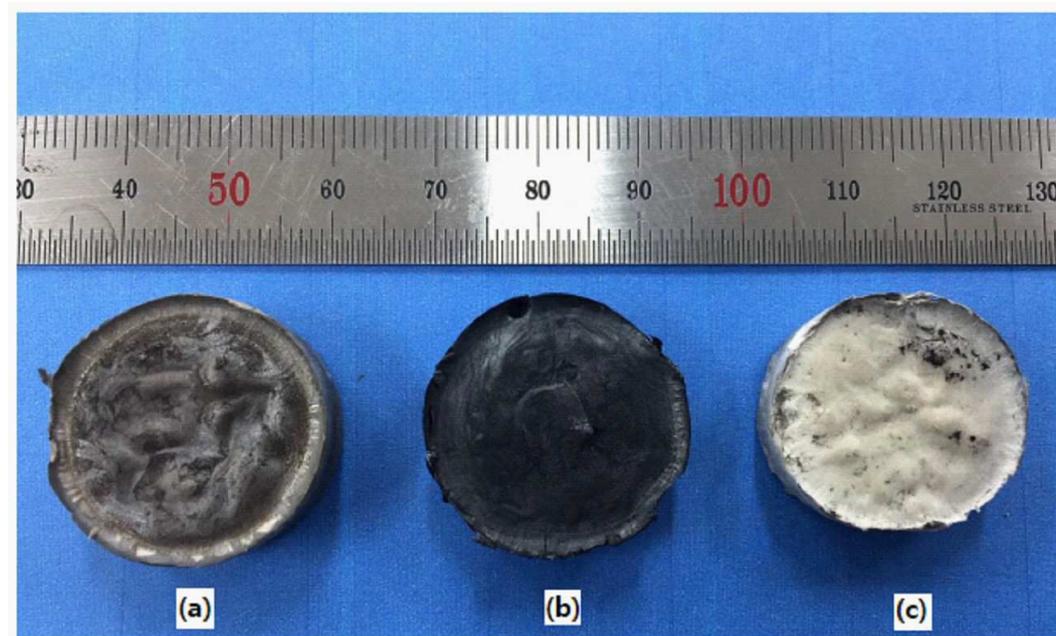
또한, 이상에서 실시예들을 중심으로 설명하였으나 이는 단지 예시일 뿐 본 발명을 한정하는 것이 아니며, 본 발명이 속하는 분야의 통상의 지식을 가진 자라면 본 실시예의 본질적인 특성을 벗어나지 않는 범위에서 이상에 예시되지 않은 여러 가지의 변형과 응용이 가능함을 알 수 있을 것이다. 예를 들어, 실시예들에 구체적으로 나타난 각 구성 요소는 변형하여 실시할 수 있는 것이다. 그리고 이러한 변형과 응용에 관계된 차이점들은 첨부한 청구 범위에서 규정하는 본 발명의 범위에 포함되는 것으로 해석되어야 할 것이다.

도면

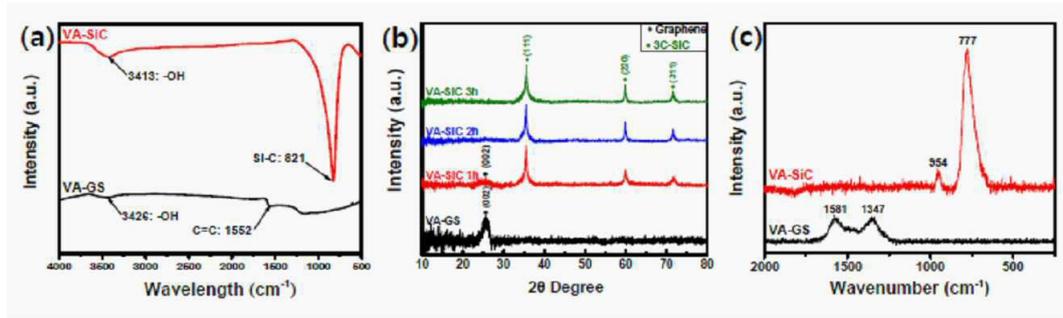
도면1



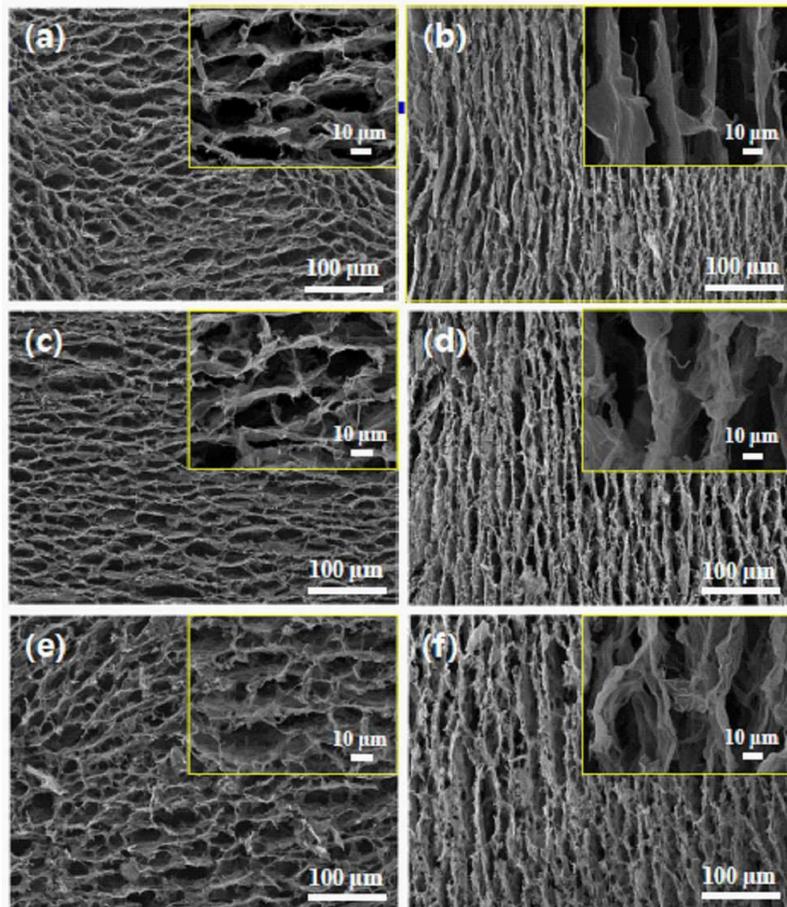
도면2



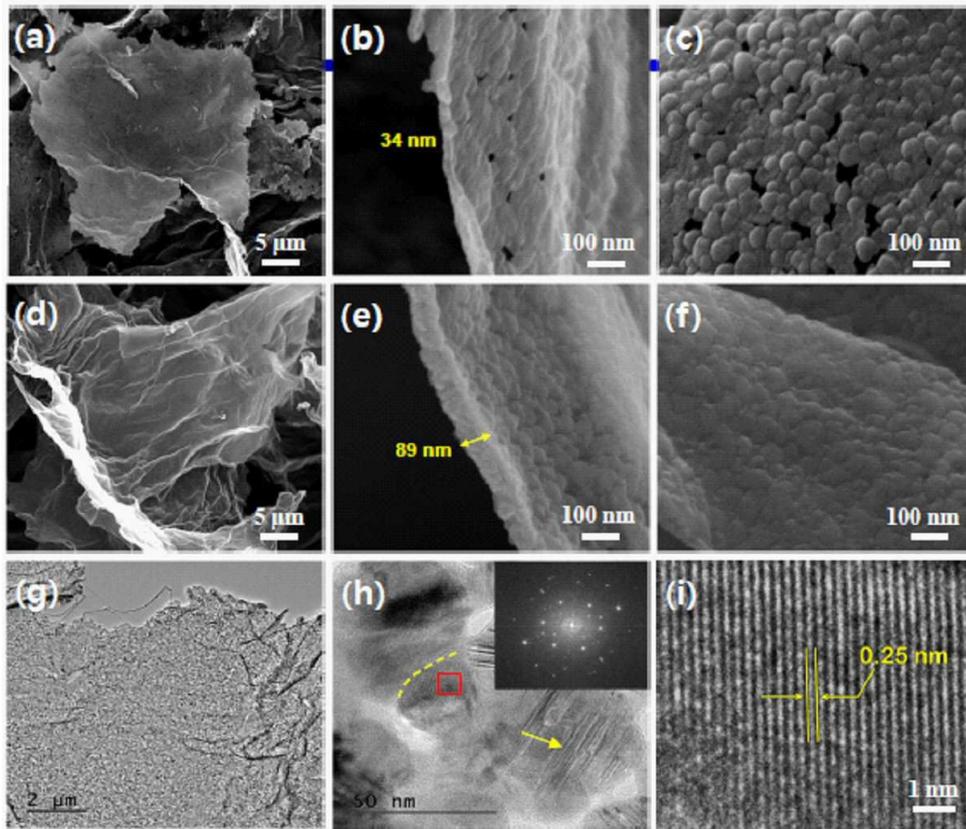
도면3



도면4



도면5



도면6

