



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2022년06월15일
(11) 등록번호 10-2408138
(24) 등록일자 2022년06월08일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
D21H 13/46 (2006.01) C04B 35/80 (2006.01)
D21H 17/00 (2006.01) D21H 17/36 (2006.01)
D21H 17/37 (2006.01) D21H 17/41 (2006.01)
D21H 17/63 (2006.01) D21H 21/06 (2006.01)
D21H 21/08 (2006.01) D21H 21/24 (2006.01)

(52) CPC특허분류
D21H 13/46 (2013.01)
C04B 35/80 (2020.05)

(21) 출원번호 10-2021-0122160
(22) 출원일자 2021년09월14일
심사청구일자 2021년09월14일

(56) 선행기술조사문헌
JP62009181 A*
(뒷면에 계속)

전체 청구항 수 : 총 6 항

(73) 특허권자
주식회사 엔마이오니아
경기도 성남시 분당구 정자일로 158, 604호(정자동, 백궁프라자2차)

(72) 발명자
한정철
경기도 수원시 영통구 광고마을로 156, 4007동 102호(하동, 광고마을40단지)

박성은
경기도 수원시 영통구 광고마을로 156, 4007동 102호(하동, 광고마을40단지)
(뒷면에 계속)

(74) 대리인
특허법인명륜

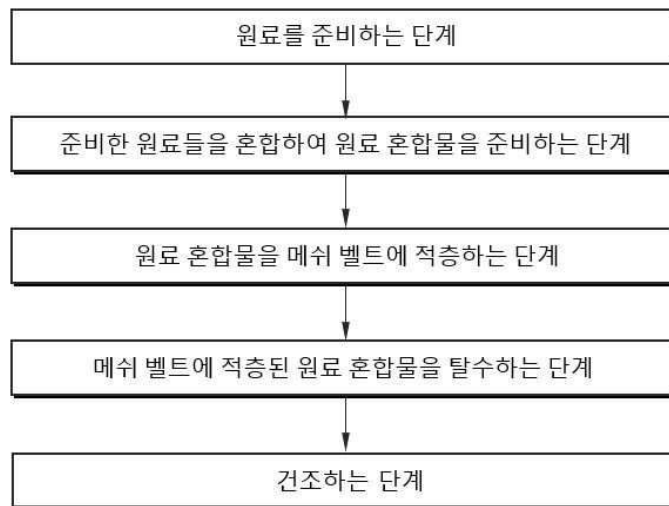
심사관 : 이병결

(54) 발명의 명칭 세라믹 페이퍼 및 이의 제조방법

(57) 요약

본 발명은 세라믹 페이퍼 및 그 제조방법에 관한 것으로, 보다 상세하게는 다결정성 알루미늄 화이버, 바인더, 보류제, 분산제 및 증점제를 포함하는 것을 특징으로 하는 세라믹 페이퍼 및 그 제조방법에 관한 것이다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

D21H 17/36 (2013.01)
D21H 17/375 (2013.01)
D21H 17/41 (2013.01)
D21H 17/63 (2013.01)
D21H 17/74 (2013.01)
D21H 21/06 (2013.01)
D21H 21/08 (2013.01)
D21H 21/24 (2013.01)

(72) 발명자

이병준

대구 광역시 달서구 학산로 7길27, 207동 305호(월성동 월성보성 2차)

원지수

충청북도 제천시 용두대로 15길 47, 107동 401호(하소동, 청구아파트)

장용기

강원도 원주시 치악고교길 24-5, 201호(관설동)

탁혜영

충청북도 제천시 용두대로15길 38, 104동 702호(하소동, 하소현대아파트)

(56) 선행기술조사문헌

JP2013063439 A
JP61201679 X2
JP05718309 B1
JP소화61201679 A
JP00701866 B1

*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

명세서

청구범위

청구항 1

다결정성 알루미늄 화이버, 바인더, 보류제, 분산제 및 증점제를 포함하되,
 상기 바인더는 유기 바인더와 무기 바인더로 이루어지고,
 상기 보류제는 PAC(polyaluminium chloride) 및 C-PAM(Cationic-Polyacrylamide)이고,
 상기 다결정성 알루미늄 화이버는 알루미늄 함량이 70% 이상, 섬유 직경은 4~10 μ m, LOI(Loss of Ignition) 0.1% 이하, 열전도율(Thermal Conductivity) 1,200 $^{\circ}$ C에서 0.44 W/m/K 이하이고,
 상기 유기 바인더는 PVA(Polyvinylalcohol)로서 칩파이버(Chopped fiber) 형상으로 섬유 0.3~3.0dtex, 섬유장 2~6mm 및 물에서의 용해 온도가 60~80 $^{\circ}$ C 범위에 해당되고,
 상기 무기 바인더는 실리카 졸 또는 알루미늄 졸이고,
 상기 분산제는 PEG(Poly Ethylene Glycol)계 비이온 계면활성제이고,
 상기 증점제는 PEO(폴리에틸렌옥사이드)인 것을 특징으로 하는 세라믹 페이퍼.

청구항 2

삭제

청구항 3

삭제

청구항 4

제1항에 있어서,
 상기 다결정성 알루미늄 화이버, 유기 바인더, 무기 바인더, PAC, C-PAM, 분산제 및 증점제는 70~95 : 3~18 : 3~12 : 2~6 : 1~2 : 1~3 : 0.2~2.0 중량비로 혼합되는 것을 특징으로 하는 세라믹 페이퍼.

청구항 5

제4항에 있어서,
 상기 다결정성 알루미늄 화이버, 유기 바인더, 무기 바인더, PAC, C-PAM, 분산제 및 증점제는 73~92 : 3~17 : 3~12 : 2~4 : 1.2~1.8 : 1.2~2.7 : 0.3~1.7 중량비로 혼합되는 것을 특징으로 하는 세라믹 페이퍼.

청구항 6

제5항에 있어서,
 평량 39~40g/m²일 때, 두께 275~300 μ m, 기공도 6.8~7.2cm³/g 및 밀도 13~15kg/m³를 만족하는 것을 특징으로 하는 세라믹 페이퍼.

청구항 7

- (a) 원료를 준비하는 단계;
- (b) 준비한 원료들을 혼합하여 원료 혼합물을 준비하는 단계;
- (c) 원료 혼합물을 메쉬 벨트에 적층하는 단계;
- (d) 메쉬 벨트에 적층된 원료혼합물을 탈수하는 단계; 및
- (e) 건조하는 단계를 포함하되,

상기 원료는 다결정성 알루미늄아 화이버, 바인더, 보류제, 분산제 및 증점제를 포함하되,

상기 (b) 단계에서는 용매인 물 9,900~11,000 중량부, 다결정성 알루미늄아 화이버 70~95 중량부, 유기 바인더 3~18 중량부, 무기 바인더 3~12 중량부, PAC(polyaluminium chloride) 2~6 중량부, C-PAM(Cationic-Polyacrylamide) 1~2 중량부, 분산제 1~3 중량부 및 증점제 0.2~2.0 중량부 비율로 혼합되는 것을 특징으로 하는 세라믹 페이퍼의 제조방법.

청구항 8

삭제

청구항 9

제7항에 있어서,

상기 (b) 단계에서는 다결정성 알루미늄아 화이버와 유기 바인더를 동시에 혼합한 이후에, 무기 바인더, PAC(polyaluminium chloride) 및 C-PAM(Cationic-Polyacrylamide)를 순차적으로 혼합시키는 것을 특징으로 하는 세라믹 페이퍼의 제조방법.

발명의 설명

기술분야

[0001] 본 발명은 세라믹 페이퍼 및 이의 제조방법에 관한 것으로, 상세하게는 내열성 및 성형가공성이 우수하고, 게다가 두께가 얇아 배터리 모듈이나 배터리 팩에 장착시 부피 증가를 최소화할 수 있는 세라믹 페이퍼 및 이의 제조방법에 관한 것이다.

배경기술

[0003] 기존의 화염을 지연시키는 등의 방열재나 단열재 대부분 제품들은 알루미늄 실리케이트(Alumino-silicate) 세라믹 화이버를 베이스로 한 Non-woven fabric의 형태이다.

[0004] 이는 Dry-laid 방식을 이용하여 Needle punching이나 Carding방법을 통해 직물을 만들거나, 라미네이팅, 몰드 형태인데, 생산성 저하 외에도 큰 부피로 인한 이송의 어려움, 사용시 세라믹의 미세 분진에 의한 대기오염과 작업자 건강을 해치는 등의 문제점이 있다.

[0005] 한편 세라믹 페이퍼는 가스켓의 실링재, 내화 단열벽의 팽창대 충전재, 용융금속 온도센서의 보호관, 각종 내화물의 충전재, 자동차 배기가스 정화장치의 단열재 등 내열과 단열성이 요구되는 부품으로 사용되어 왔다.

[0006] 하지만 최근 들어서는 환경문제와 맞물려 모빌리티의 에너지원에 대한 대전환이 진행되고 있는 시점에서 내연기관 자동차의 수요는 감소하는 반면, 전기차 또는 연료전지차(PHEV, BEV, Hybrid, 수소차)에 대한 수요가 증가하고 있는 상황이다. 하지만 이차전지 기반의 전기차의 경우, 충전용 배터리의 화재 발생으로 인해 재산상 피해뿐만 아니라 인명피해까지 발생하는 상황이다.

[0007] 따라서 열 폭주(Thermal Runaway barrier)로 인한 화재 발생 시, 현장에서 피신할 수 있는 시간을 확보할 수 있는 배터리 화재 방지 내지 화염의 이동을 최소화할 수 있는 부품이나 소재 개발이 절실히 요구되고 있다.

선행기술문헌

특허문헌

- [0009] (특허문헌 0001) 한국공개특허공보 제2006-0078683호
- (특허문헌 0002) 한국공개특허공보 제1991-0006187호
- (특허문헌 0003) 한국공개특허공보 제2015-0066857호
- (특허문헌 0004) 한국공개특허공보 제2006-0084124호

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0010] 본 발명은 상기와 같은 문제점을 해결하기 위해 도출된 것으로, 내열성과 성형성이 우수한 세라믹 페이퍼 및 이의 제조방법을 제공하는 것을 목적으로 한다.
- [0011] 또한 본 발명에서는 두께가 얇으면서도 유연성을 갖는 세라믹 페이퍼 및 이의 제조방법을 제공하는 것을 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

- [0013] 이와 같은 기술적 과제를 해결하기 위해, 본 발명에 따른 세라믹 페이퍼는, 다결정성 알루미늄 화이버, 바인더, 보류제, 분산제 및 증점제를 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [0014] 또한 본 발명의 세라믹 페이퍼에서, 상기 바인더는 유기 바인더와 무기 바인더로 이루어지고, 상기 보류제는 PAC(polyaluminium chloride) 및 C-PAM(Cationic-Polyacrylamide)로 이루어진 것을 특징으로 한다.
- [0015] 또한 본 발명의 세라믹 페이퍼에서, 상기 다결정성 알루미늄 화이버는 알루미늄 함량이 70% 이상, 섬유 직경은 4~10 μ m, LOI(Loss of Ignition) 0.1% 이하, 열전도율(Thermal Conductivity) 1,200 $^{\circ}$ C에서 0.44 W/m/K 이하이고, 상기 유기 바인더는 PVA(Polyvinylalcohol)로서 칩파이버(Chopped fiber) 형상으로 섬유 0.3~3.0dtex, 섬유장 2~6mm 및 물에서의 용해 온도가 60~80 $^{\circ}$ C범위에 해당되고, 상기 무기 바인더는 실리카 졸 또는 알루미늄 졸이고, 상기 분산제는 PEG(Poly Ethylene Glycol)계 비이온 계면활성제이고, 상기 증점제는 PEO(폴리에틸렌옥사이드)인 것을 특징으로 한다.
- [0016] 또한 본 발명의 세라믹 페이퍼에서, 상기 다결정성 알루미늄 화이버, 유기 바인더, 무기 바인더, PAC, C-PAM, 분산제 및 증점제는 70~95 : 3~18 : 3~12 : 2~6 : 1~2 : 1~3 : 0.2~2.0 중량비로 혼합되는 것을 특징으로 한다.
- [0017] 또한 본 발명의 세라믹 페이퍼에서, 상기 다결정성 알루미늄 화이버, 유기 바인더, 무기 바인더, PAC, C-PAM, 분산제 및 증점제는 73~92 : 3~17 : 3~12 : 2~4 : 1.2~1.8 : 1.2~2.7 : 0.3~1.7 중량비로 혼합되는 것을 특징으로 한다.
- [0018] 또한 본 발명의 세라믹 페이퍼에서, 평량 39~40g/m²일 때, 두께 275~300 μ m, 기공도 6.8~7.2cm³/g 및 밀도 13~15kg/m³를 만족하는 것을 특징으로 한다.
- [0019] 또한 본 발명의 세라믹 페이퍼 제조방법은, (a) 원료를 준비하는 단계; (b) 준비한 원료들을 혼합하여 원료 혼합물을 준비하는 단계; (c) 원료 혼합물을 메쉬 벨트에 적층하는 단계; (d) 메쉬 벨트에 적층된 원료혼합물을 탈수하는 단계; 및 (e) 건조하는 단계를 포함하되, 상기 원료는 다결정성 알루미늄 화이버, 바인더, 보류제, 분산제 및 증점제를 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [0020] 또한 본 발명의 세라믹 페이퍼 제조방법에서, 상기 (b) 단계에서는 용매인 물 9,900~11,000 중량부, 다결정성 알루미늄 화이버 70~95 중량부, 유기 바인더 3~18 중량부, 무기 바인더 3~12 중량부, PAC(polyaluminium chloride) 2~6 중량부, C-PAM(Cationic-Polyacrylamide) 1~2 중량부, 분산제 1~3 중량부 및 증점제 0.2~2.0 중량부 비율로 혼합되는 것을 특징으로 한다.
- [0021] 또한 본 발명의 세라믹 페이퍼 제조방법에서, 상기 (b) 단계에서는 다결정성 알루미늄 화이버와 유기 바인더를 동시에 혼합한 이후에, 무기 바인더, PAC(polyaluminium chloride) 및 C-PAM(Cationic-Polyacrylamide)를 순차

적으로 혼합시키는 것을 특징으로 한다.

발명의 효과

- [0023] 이상과 같이 본 발명의 세라믹 페이퍼 및 이의 제조방법에 의하면, 알루미늄 함량이 70%이상의 결정성섬유를 주성분으로 사용하고 있어 내열성이 우수하다는 이점이 있다.
- [0024] 또한 본 발명의 세라믹 페이퍼 및 이의 제조방법에 의하면, 성형가공이 용이하고 제조된 페이퍼의 두께가 얇아 배터리 모듈이나 배터리 팩에 장착시 부피 증가를 최소화할 수 있다는 장점이 있다.
- [0025] 게다가 본 발명의 세라믹 페이퍼 및 이의 제조방법에 의하면, 밀도와 기공도가 우수하기 때문에 자동차용 배터리 모듈 등에 적용시 경량화를 통한 연비 개선에도 기여할 수 있다는 이점이 있다.

도면의 간단한 설명

- [0027] 도 1은 본 발명의 바람직한 실시예에 따른 세라믹 페이퍼의 제조방법을 설명하기 위한 흐름도이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0028] 이하, 본 발명의 바람직한 실시예와 도면을 참조하여 본 발명을 보다 구체적으로 설명하되, 이는 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자가 본 발명을 용이하게 실시할 수 있을 정도로 상세하게 설명하기 위한 것이지, 이로 인해 본 발명의 기술적인 사상 및 범주가 한정되는 것을 의미하지는 않는다.
- [0029] 또한, 다르게 정의되지 않는 한 기술적이거나 과학적인 용어를 포함해서 여기서 사용되는 모든 용어들은 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자에 의해 일반적으로 이해되는 것과 동일한 의미를 가지고 있다. 일반적으로 사용되는 사전에 정의되어 있는 것과 같은 용어들은 관련기술의 문맥상 가지는 의미와 일치하는 의미를 가지는 것으로 해석되어야 하며, 본 출원에서 명백하게 정의하지 않는 한, 이상적이거나 과도하게 형식적인 의미로 해석되지 않는다.
- [0031] 이하 본 발명에 따른 세라믹 페이퍼 및 이의 제조방법에 관하여 상세히 설명한다.
- [0032] 먼저 본 발명의 세라믹 페이퍼는 세라믹 화이버, 바인더, 보류제, 분산제 및 증점제를 포함하여 이루어진다.
- [0033] 세라믹 화이버는 알루미늄 실리카를 주성분으로 한 인조무기섬유를 총칭하며, 알루미늄 함유량이 40~60%인 비결정섬유(Amorphous fiber)와 알루미늄 함량이 70%이상의 결정성섬유(polycrystalline fiber)로 분류되어지며, 또한 합성방법에 따라 알루미늄 화이버와 플라이트 화이버로 구분되어지지만 종합하여 알루미늄 화이버라고 한다.
- [0034] 본 발명에서는 알루미늄 함량이 70% 이상인 결정성섬유(polycrystalline fiber)를 사용한다. 또 섬유 직경은 4~10 μ m 보다 바람직하게는 5~7 μ m이고, LOI(Loss of Ignition)는 0.1% 이하, 제품의 외관 특성과 품질 저하를 야기하는 Shot content(%)는 2%, 열전도율(Thermal Conductivity, W/m/K)은 600 $^{\circ}$ C에서 0.15 이하, 1,000 $^{\circ}$ C에서 0.31이하, 1,200 $^{\circ}$ C에서 0.44이하 이고, 게다가 열수축(Heat Shrinkage)은 1,400 $^{\circ}$ C 8 hr에서 1%이하, 1,600 $^{\circ}$ C 8hr에서 1%이하에 해당되는 결정성섬유인 것이 좋다.
- [0035] 바인더는 페이퍼의 기계적 강도를 향상시키기 위한 것으로, 유기 바인더와 무기 바인더를 함께 사용하는 것이 좋은데, 이는 웹(web) 형성시 강도를 유지하고, 지질 발생을 억제하며 특히 무기 바인더는 세라믹 화이버의 결속력을 향상시킬 수 있기 때문이다.
- [0036] 여기서, 유기 바인더로는 폴리비닐알코올(PVA, Polyvinylalcohol)로서, 칩파이버 형태를 사용하는 것이 좋은데, 이는 액상 제품의 경우 사용시 보류도가 낮아 투입량이 증대되고, 이로 인해 탈수저하, 폐수 부하 증가에 따른 처리 비용 증가 그리고 장기 보관 사용상 부패 등 품질저하가 발생하기 때문이다. 이러한 칩파이버(Chopped fiber)의 섬도는 0.3~3.0dtex 보다 바람직하게는 1.0~2.0dtex, 섬유장은 2~6mm 보다 바람직하게는 3~5mm이고, 물에서의 용해 온도는 60~80 $^{\circ}$ C 범위인 것이 좋다.
- [0037] 무기 바인더로는 실리카 졸이나 알루미늄 졸을 사용함으로써, 고온에서도 안정적인 결합력을 발휘할 수 있도록 한다.
- [0038] 보류제(retention Aids)는 건조 및 탈수 등 제조 과정에서 고가인 세라믹 화이버가 유출되지 않도록 보류시킬 목적으로 첨가한다.

- [0039] 구체적으로 폴리염화알루미늄(polyaluminium chloride, PAC), C-PAM(Cationic-Polyacrylamide) 2가지를 단독 또는 혼합하여 사용할 수 있으나, 폴리염화알루미늄(polyaluminium chloride, PAC)과 C-PAM(Cationic-Polyacrylamide)를 함께 사용할 시에는 C-PAM의 사용량을 감소시킬 수 있어 원가 절감 및 폐수 부하를 감소시킬 수 있고, 또한 계내 Anionic 물질에 의한 C-PAM의 효과 감소를 억제할 수 있어 단독보다는 2종을 혼합하여 사용하는 것이 세라믹 화이버의 보유율을 높일 수 있다.
- [0040] 여기서, PAC는 고형분 함량이 10~18% 바람직하게는 고형분이 10%인 것이 좋다.
- [0041] 또 C-PAM의 중량 평균 분자량(Mw)은 6백만~천만 바람직하게는 천만 전후인 것이 좋다.
- [0042] 세라믹 화이버의 수중분산을 원활하게 유도하여 뭉침현상을 억제하기 위한 분산제로는 계면활성제, 보다 구체적으로는 에틸렌 옥사이드(Ethylene Oxide, EO)가 7~9mole 함유된 PEG(Poly Ethylene Glycol)계 비이온 계면활성제가 좋다.
- [0043] 증점제는 분산의 효과를 극대화할 목적으로 첨가하며, 폴리에틸렌옥사이드(polyethylene oxide, PEO)일 수 있다. 통상 제지공정에서는 분자량이 2~3백만인 폴리에틸렌옥사이드 제품을 사용하는데 반해, 본 발명에서는 대략 500만 전후의 분자량을 갖는 폴리에틸렌옥사이드를 사용하는데 이는 세라믹 화이버의 비중이 높을 뿐만 아니라 이로 인해 보유가 어렵기 때문이다.
- [0044] 한편, 전술한 원료들인 세라믹 화이버, 유기 바인더, 무기 바인더, PAC, C-PAM, 분산제 및 증점제는 용매인 물 10,000L를 기준으로 70~95 : 3~18 : 3~12 : 2~6 : 1~2 : 1~3 : 0.2~2.0 중량비로 혼합되는 것이 바람직하고, 73~92 : 3~17 : 3~12 : 2~4 : 1.2~1.8 : 1.2~2.7 : 0.3~1.7 중량비로 혼합되는 것이 보다 바람직하다.
- [0045] 세라믹 화이버가 상기 범위를 벗어나면, 부직포의 통기도가 낮아져 상품화가 어렵고, 반대로 상기 범위보다 크면 분산성이 낮아져 표면 지합이 불균일해지고, 지분이 발생하므로 세라믹 화이버의 함량은 상기 범위인 것이 바람직하다.
- [0046] 유기 바인더가 상기 범위를 벗어나면, 습윤강도가 낮아 지질이 발생하거나 무기섬유의 분산 및 탈수를 방해하여 생산성저하와 제품의 지합을 저해할 수 있으므로 유기 바인더의 함량은 상기 범위가 바람직하다.
- [0047] 무기 바인더가 상기 범위를 벗어나면, 제품의 내열성이 저하되거나 제품의 탈수저하 및 제품 밀도를 저하시킬 우려가 있으므로 무기 바인더의 함량은 상기 범위가 바람직하다.
- [0048] PAC가 상기 범위를 벗어나면, 고가의 C-PAM 투입량이 증가되어 원가 및 탈수에 악영향을 미치거나 C-PAM의 효과를 저하시킬 우려가 있으므로, PAC의 함량은 상기 범위가 바람직하다.
- [0049] C-PAM가 상기 범위를 벗어나면, 무기섬유의 탈수 저하 및 지합 저하가 발생하거나, 무기섬유의 분산을 저해하여 뭉침(Bundle) 현상 증대로 인한 지합 및 강도를 저하시킬 수 있으므로 C-PAM의 함량은 상기 범위가 바람직하다.
- [0050] 분산제가 상기 범위를 벗어나면, 무기섬유 분산 저하로 인한 품질 저하가 발생하거나 분산제에 의한 계내 오염과 원료 분산이 떨어지므로 분산제의 함량은 상기 범위가 바람직하다.
- [0051] 증점제가 상기 범위를 벗어나면, 계내 용매의 점도가 낮아 무기섬유의 분산을 저해하거나 탈수 저하 및 원료 뭉침현상 증가로 인해 지합품질이 떨어지므로 증점제의 함량은 상기 범위가 바람직하다.
- [0052] 결과적으로 상기 배합 범위를 만족할 경우에는, 세라믹 페이퍼로 요구되는 얇은 두께, 높은 습윤인장강도와 보유율, 그리고 낮은 기공도와 낮은 밀도 등의 물성을 충족한다.
- [0054] 계속해서, 본 발명에 따른 세라믹 페이퍼의 제조방법에 관해 설명하기로 한다.
- [0055] 도 1은 본 발명의 바람직한 실시예에 따른 세라믹 페이퍼의 제조방법을 설명하기 위한 흐름도이다.
- [0056] 도 1에 도시한 바와 같이, 본 발명의 세라믹 페이퍼는 (a) 원료를 준비하는 단계, (b) 준비한 원료들을 혼합하여 원료 혼합물을 준비하는 단계, (c) 원료 혼합물을 메쉬 벨트에 적층하는 단계, (d) 메쉬 벨트에 적층된 원료 혼합물을 탈수하는 단계, 및 (e) 건조하는 단계를 포함하여 이루어진다.
- [0057] 먼저 원료를 준비하는 (a)단계에 관해 보다 구체적으로 설명하면, 세라믹 화이버, 유기 바인더, 무기 바인더, PAC, C-PAM, 분산제, 증점제 및 용매를 각각 준비하는 단계이다.
- [0058] 여기서, 용매는 각 원료들이 고르게 혼합될 수 있도록 하기 위한 것으로 물일 수 있다.

- [0059] 세라믹 화이버, 유기 바인더, 무기 바인더, PAC, C-PAM, 분산제 및 증점제 와 관련된 구체적인 물질 등은 전술한 바와 같으므로 중복되는 설명은 생략한다.
- [0060] 준비한 원료들을 혼합하여 원료 혼합물을 준비하는 (b)단계에서는, 먼저 물, 분산제 및 증점제를 펄퍼(Pulper) 투입하고 일정시간 교반시키는데, 이는 세라믹 화이버가 번들(Bundle)의 형성 없이 날개로 분산될 수 있는 환경을 만들어 주기 위함이다.
- [0061] 이후 세라믹 화이버와 유기 바인더를 동시 투입한 후 8~12분간 700~800rpm으로 교반한다. 여기서, 세라믹 화이버와 유기 바인더를 동시에 투입하는 이유로는, 세라믹 화이버와 유기 바인더 교반 시간 확보를 통해 믹싱효과를 높이고 또 미분산 원료 최소화, 현장 작업시간 단축을 통한 생산성을 높일 수 있기 때문이다.
- [0062] 이후 무기 바인더와 보류제를 추가로 공급하고 다시 8~12분간 700~800rpm으로 교반하여 원료혼합물을 준비하는데, 이때 무기 바인더, PAC 및 C-PAM를 순차적, 즉 일정 시간 간격을 두고 투입하는 것이 좋다.
- [0063] 여기서, 이들 무기 바인더, PAC 및 C-PAM를 순차적으로 공급하는 이유는 각 원료들이 수중에서 충분히 분산되고 특히, 고분자 물질의 용해성을 확보함으로써 고분자 사슬이 충분히 오픈되고 이를 통해 반응성의 극대화를 도모하기 위함이다.
- [0064] 여기서, 세라믹 화이버, 유기 바인더, 무기 바인더, PAC, C-PAM, 분산제 및 증점제는 용매인 물 10,000L를 기준으로 70~95 : 3~18 : 3~12 : 2~6 : 1~2 : 1~3 : 0.2~2.0 중량비로 혼합되는 것이 바람직하고, 73~92 : 3~17 : 3~12 : 2~4 : 1.2~1.8 : 1.2~2.7 : 0.3~1.7 중량비로 혼합되는 것이 보다 바람직하다.
- [0065] 한편, 용매인 물은 25~45℃로 미리 가온시켜 두는 것이 바람직한데, 이는 수온이 상기 범위보다 낮으면 분산성 및 탈수성이 떨어지고, 반대로 상기 범위보다 높으면 원료 혼합물과 (c)단계에서의 메쉬 등에 무리가 가게 되므로, 용매의 수온은 상기 범위인 것이 바람직하다.
- [0066] 원료 혼합물을 메쉬 벨트에 적층하는 (c)단계는, 상기와 같은 배합비로 준비된 슬러리 상태의 원료혼합물을 메쉬 벨트에 적층하는 단계이다. 상세하게는, 분당 15~30m의 속도로 이동하는 메쉬 벨트에 공급하며, 공급량은 분당 9,000~10,000L인 것이 바람직하다.
- [0067] 메쉬 벨트에 적층된 원료혼합물을 탈수하는 (d)단계는 메쉬 벨트에 적층된 원료혼합물을 탈수하여 용매인 물을 1차적으로 제거하는 단계이다.
- [0068] 이때 탈수는 원료혼합물이 메쉬 벨트에 적층이 되어지는 순간 1차 진공을 가하여 탈수하고, 이어서 2차 진공을 추가로 부여하여 탈수공정을 수행한다.
- [0069] 1차 진공 탈수 과정에서는 4단계의 진공압을 가하게 되며, 1단계에서는 0~5cmHg, 2단계에서는 10~20cmHg, 3단계에서는 30~40cmHg, 4단계에서는 50~65cmHg 범위의 진공압을 가하게 되며, 이 과정에서 탈수를 통해 섬유들 간의 결합을 유도하고 결과적으로 부직포 타입의 세라믹 페이퍼로 형성시킨다.
- [0070] 2차 진공 탈수 과정에서는 대략 18~22cmHg 범위의 진공압을 가하여, 잔여 수분을 제거함과 동시에 섬유들 간의 결합을 더욱 치밀하게 한다.
- [0071] 마지막으로 건조하는 (e) 단계는 잔여수분을 완전하게 제거하는 단계로서, 열풍건조기와 드럼드라이어를 순차적으로 통과시킴으로써 달성된다. 구체적으로, 100~170℃, 보다 바람직하게는 110℃~130℃에서 운전되는 열풍건조기에서 1차 건조 시킨 후, 2차 135~145℃의 열풍 건조 후, 3차 100 ~ 110℃의 열풍 건조 후, 4차 135~145℃의 드럼 드라이어 통과시키는 과정이 순차적으로 진행된다.
- [0072] 여기서, 건조단계 초기에 건조를 고온에서 진행하게 되면 건조가 급속하게 이루어져 수축이나 지질이 발생하게 된다. 반대로 너무 저온으로 진행하게 되면 바인더 섬유의 완전한 바인딩이 이루어지지 않고, 권취 후 잔여 수분이 높아 이후 공정에서 보풀이 발생하거나 결합력 약화 등 부정적인 영향을 미치므로, 상기와 같이 1차 건조부터 4차건조까지 4단계 건조조건에서 건조하는 것이 바람직하다.
- [0073] 이후 필요에 따라 슬리팅 장치로 슬리팅한 후 보관하는 과정이 추가로 수행될 수 있다.
- [0075] 이하, 본 발명을 실시예 및 실험예에 의해 보다 상세히 설명한다. 단, 하기 실시예 및 실험예는 본 발명을 예시하는 것일 뿐, 본 발명의 내용이 하기 실시예 및 실험예에 한정되는 것은 아니다.
- [0077] <실시예>

- [0078] 실시예 1
- [0079] 물 10,000L, 세라믹 화이버 75kg, 유기 바인더 15kg, 무기 바인더 10kg, 보류제로 PAC(polyaluminium chloride)와 C-PAM(Cationic-Polyacrylamide)를 각각 3kg 및 1.5kg, 분산제 PEG(PolyEthyleneGlycol) 2.5kg, 및 증점제 PEO(polyethylene oxide) 1.5kg 준비하였다.
- [0080] 여기서, 세라믹 화이버는 다결정성 알루미늄 화이버로서 알루미늄 함량이 72%, 섬유 직경 4~10 μ m, LOI(Loss of Ignition) 0.1% 이하, 열전도율(W/m/K) 1,200 $^{\circ}$ C에서 0.44이하이고, 열수축(%)은 1,600 $^{\circ}$ C 8hr에서 1미만이다.
- [0081] 유기 바인더는 칩파이버(Chopped fiber) 형태로서, 1.0~2.0 dtex, 길이 3~5mm 그리고 용해 온도는 60~80 $^{\circ}$ C이고, 무기 바인더는 SiO₂함량이 32%인 실리카 졸을 사용하였다.
- [0082] PAC(polyaluminium chloride)는 고형분 함량이 14%이고, C-PAM(Cationic-Polyacrylamide)의 분자량(Mw)은 천만이다. 또 PEG(PolyEthyleneGlycol)는 EO(Ethylene Oxide)가 7~9mol이고, PEO(polyethylene oxide)의 분자량(MWCO)은 5백만이다.
- [0083] 먼저 물, 분산제 및 증점제를 펄퍼(Pulper) 투입하고 일정시간 교반 시킨 다음, 다결정성 알루미늄 화이버와 유기바인더를 동시 투입한 후 10분간 750rpm으로 교반하였다. 이후 무기바인더와 보류제를 순차적으로 추가 공급하고 다시 10분간 750rpm으로 혼합하여 원료혼합물을 준비하였다.
- [0084] 준비된 원료혼합물을 극세사 메쉬 벨트에 적층시켰고, 이때, 메쉬 벨트의 이송 속도는 30m/min이며, 공급되는 원료혼합물은 10,000L/min로 유지하였다.
- [0085] 이때, 평량은 대략 40g/m²이 되도록 조절하였다.
- [0086] 또 원료혼합물이 메쉬 벨트에 적층되는 순간 0cmHg의 진공압으로 1단계 자연 탈수를 진행하고, 이어서 2단계 10cmHg의 진공압, 3단계 30cmHg의 진공압, 4단계 50cmHg의 진공압으로 1차 탈수를 진행 하였다.
- [0087] 1차 탈수 진행 후, 20cmHg의 진공압으로 2차 탈수를 진행 하였다.
- [0088] 마지막으로 110 $^{\circ}$ C~130 $^{\circ}$ C에서 운전되는 열풍건조기에서 1차 건조, 135~145 $^{\circ}$ C에서 2차 건조, 100 ~ 110 $^{\circ}$ C에서 3차 건조 및 135~145 $^{\circ}$ C의 드럼 드라이어를 통과시켜 잔여수분을 제거하여 세라믹 페이퍼를 제조하였다.
- [0089] 실시예 2
- [0090] 원료혼합물에서 다결정성 알루미늄 화이버 80kg, 유기바인더 10kg, 무기바인더 10kg, 분산제 PEG(PolyEthyleneGlycol) 2.0kg, 및 증점제 PEO(polyethylene oxide) 1.0kg으로 변경한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 조건으로 세라믹 페이퍼를 제조하였다.
- [0091] 실시예 3
- [0092] 원료혼합물에서 다결정성 알루미늄 화이버 90kg, 유기바인더 5kg, 무기바인더 5kg, 분산제 PEG(PolyEthyleneGlycol) 1.5kg, 및 증점제 PEO(polyethylene oxide) 0.5kg으로 변경한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 조건으로 세라믹 페이퍼를 제조하였다.
- [0093] 실시예 4
- [0094] 평량을 60g/m²이 되도록 조절한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 조건으로 세라믹 페이퍼를 제조하였다.
- [0095] 실시예 5
- [0096] 평량을 80g/m²이 되도록 조절한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 조건으로 세라믹 페이퍼를 제조하였다.
- [0098] <비교예>
- [0099] 비교예 1
- [0100] 원료혼합물에서 다결정성 알루미늄 화이버 대신에 광물면(Mineral wool) 75kg 사용한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 조건으로 세라믹 페이퍼를 제조하였다.
- [0101] 여기서, 광물면은 섬유의 평균 굵기 7 μ m 이하, 밀도는 140Kg/m³, 열전도율 0.044 W/mk 이하, 입자 함유율 4% 이하 및 열간수축온도 550 $^{\circ}$ C이다.

[0102] 비교예 2

[0103] 원료혼합물에서 다결정성 알루미늄 화이버 대신에 알칼리 토산염(Alkali earth silicate)을 75kg 사용한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 조건으로 세라믹 페이퍼를 제조하였다.

[0104] 여기서, 토산염은 실리카함량 73% 이상, 섬유직경 3~12 μ m이며, LOI 0.1% 이하, 및 열전도율 0.61 W/m/k 이하이다.

[0105] 비교예 3

[0106] 원료혼합물에서 다결정성 알루미늄 화이버 대신에 알루미늄 화이버(Alumina fiber)을 75kg 사용한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 조건으로 세라믹 페이퍼를 제조하였다.

[0107] 여기서, 알루미늄 화이버는 알루미늄 함량이 70%이상, 섬유 직경 4~10 μ m, LOI 0.1% 이하, 및 열전도율(Thermal Conductivity) 1,200 $^{\circ}$ C에서 0.44 W/m/K이다.

표 1

	물(L)	주원료 (kg)	PVA 흡화이버 (kg)	실리카졸 (kg)	PAC (kg)	C-PAM (kg)	PEG (kg)	PEO (kg)
실시예 1	10,000	다결정성 알루미늄파이버: 75	15	10	3.0	1.5	2.5	1.5
실시예 2	10,000	다결정성 알루미늄 파이버: 80	10	10	3.0	1.5	2.0	1.0
실시예 3	10,000	다결정성 알루미늄 파이버: 90	5.0	5.0	3.0	1.5	1.5	0.5
실시예 4	10,000	다결정성 알루미늄 파이버: 75	15	10	3.0	1.5	2.5	1.5
실시예 5	10,000	다결정성 알루미늄파이버: 75	15	10	3.0	1.5	2.5	1.5
비교예 1	10,000	광물면: 75	15	10	3.0	1.5	2.5	1.5
비교예 2	10,000	토산염: 75	15	10	3.0	1.5	2.5	1.5
비교예 3	10,000	알루미늄 화이버: 75	15	10	3.0	1.5	2.5	1.5

[0110] <실험예>

[0111] 실시예 1 내지 5, 그리고 비교예 1 내지 3에서 제조된 페이퍼의 물성을 측정하였고, 그 결과를 다음 표 2에 나타내었다.

[0112] 평량은 TAPPI T 410 규격에 따라 100cm² 시료를 10개 이상 채취하여 각각의 무게를 측정한 후 평균값을 구하고, 이를 보정하여(보정값x100) 평량을 측정하였다.

[0113] 두께는 TAPPI T 411 규격에 따라 이에 맞는 두께 측정기로 부직포의 두께를 측정하였다.

[0114] 습윤인장강도는 TAPPI T-456 방법에 따라 측정하였다.

[0115] 보류율은 TAPPI T-261 cm-90 방법에 따라 측정하였다.

[0116] 포메이션 인덱스(Formation index)는 TAPPI T-272 방법에 따라 측정하였고, 포메이션 인덱스는 값이 낮을수록 좋은 것을 의미한다.

[0117] 기공도(Bulk(cm³/g))는 TAPPA T-536 방법에 따라 측정하였다.

[0118] 밀도(Density)는 TAPPI T-258 방법에 따라 측정하였다.

표 2

	평량 (g/m ²)	두께 (μ m)	습윤인장강도 (N/15mm)	보류율 (%)	Formation index	기공도 (cm ³ /g)	밀도 (kg/m ³)
실시예 1	40.0	281	3.54/0.78	96.3	52	7.02	14.2
실시예 2	39.5	-	3.35/0.73	94.5	56	-	-

실시예 3	39.7	-	3.56/0.75	94.6	54	-	-
실시예 4	60.0	382	-	-	-	6.36	15.7
실시예 5	80.0	482	-	-	-	6.02	16.5
비교예 1	52.5	2,100	-	-	-	40.0	250
비교예 2	44.4	2,200	-	-	-	49.5	202
비교예 3	23.1	1,900	-	-	-	82.2	121

[0122] 표 2에 정리한 바와 같이, 평량 39.5~40.0g/m²로 제조한 본 발명의 바람직한 실시예 1 내지 3의 제조방법으로 제조한 페이퍼는 두께, 습윤인장강도, 보류율 및 Formation index 등 전체적인 물성이 매우 우수한 것을 확인할 수 있다.

[0123] 또한 평량을 40.0g/m²(실시예 1)에서 60.0g/m²(실시예 4) 및 80.0g/m²(실시예 5)으로 높일 경우, 각각의 두께는 382 μ m 및 482 μ m에 불과하여 매우 얇은 것을 알 수 있다.

[0124] 하지만 비교예 1 내지 3에서는 평량이 23.1~52.5g/m²임에도 불구하고 두께가 1,900~2,200 μ m 범위로 매우 두껍고, 게다가 기공도와 밀도도 본 발명의 실시예들에 비해 월등히 높은 것을 알 수 있다.

[0125] 이와 같이, 현재 상업적으로 판매되고 있는 방열재와 비교할 때 본 발명에 따른 페이퍼는 두께가 훨씬 얇아 부피를 줄일 수 있다. 특히 이차전지 등 배터리 모듈이나 배터리 팩에 방열재로 사용될 시, 밀도와 기공도가 우수하기 때문에 경량화를 통한 연비 개선에도 기여할 수 있다.

[0127] 이제까지 본 발명에 대하여 그 바람직한 실시예들을 중심으로 살펴보았다. 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자는 본 발명이 본 발명의 본질적인 특성에서 벗어나지 않는 범위에서 변형된 형태로 구현될 수 있음을 이해할 수 있을 것이다. 그러므로 개시된 실시예들은 한정적인 관점이 아니라 설명적인 관점에서 고려되어야 한다. 본 발명의 범위는 전술한 설명이 아니라 특허청구범위에 나타나 있으며, 그와 균등한 범위는 본 발명에 포함된 것으로 해석되어야 할 것이다.

도면

도면1

