



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2014년09월12일
 (11) 등록번호 10-1430222
 (24) 등록일자 2014년08월07일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
 C23C 26/02 (2006.01) C23C 28/00 (2006.01)
 B05D 1/28 (2006.01)
 (21) 출원번호 10-2012-0142175
 (22) 출원일자 2012년12월07일
 심사청구일자 2012년12월07일
 (65) 공개번호 10-2014-0074029
 (43) 공개일자 2014년06월17일
 (56) 선행기술조사문헌
 CN100405616 C*
 J.of Sol-Gel Science and Technology, 4,
 135-140, (1995)*
 J.of the Korean Physical Society, vol.57,
 No.4, pp.994-999, (2010.10.04.)*
 *는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
 한국과학기술원
 대전광역시 유성구 대학로 291(구성동)
 (72) 발명자
 이봉재
 대전 유성구 대학로 291, (구성동, 한국과학기술원)
 한선우
 대전 유성구 대학로 291, (구성동, 한국과학기술원)
 (뒷면에 계속)
 (74) 대리인
 박영우, 이시근, 맹성재

전체 청구항 수 : 총 7 항

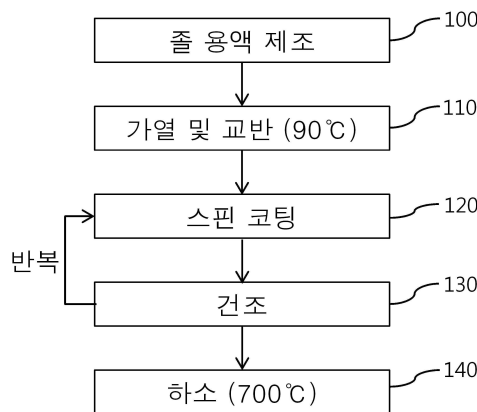
심사관 : 여경숙

(54) 발명의 명칭 **금속층상에 증착된 가변 방사율 소재 박막 및 이의 제조방법**

(57) 요약

본 발명은 a) 란탄 전구체, 스트론튬 전구체, 망간 전구체를 용매와 혼합하여 졸용액을 형성하는 단계; b) 상기 a) 단계에서 형성된 혼합용액을 가열 및 교반하여 겔화시키는 단계; c) 상기 겔화된 혼합물을 금속 기판의 표면에 코팅하는 단계; 및 d) 상기 코팅된 층을 포함하는 금속기판을 하소하는 단계;를 포함하는 가변 방사율 소재 박막을 포함하는 구조체의 제조 방법 및 이에 의해 제조되는 가변 방사율 소재 박막을 포함하는 구조체에 관한 것이다.

대표도 - 도1



(72) 발명자

최봉수

대전 유성구 대학로 291, (구성동, 한국과학기술원)

송태호

대전 유성구 대학로 291, (구성동, 한국과학기술원)

김성진

대전 유성구 대학로 291, (구성동, 한국과학기술원)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 N04100224

부처명 방위사업청

연구사업명 국방광역감시 특화연구센터 사업

연구과제명 우주 스마트 열제어기에 관한 연구

기여율 1/1

주관기관 한국항공대학교 산학협력단

연구기간 2010.11.02 ~ 2012.12.31

특허청구의 범위

청구항 1

- a) 란탄 전구체, 스트론튬 전구체, 망간 전구체의 혼합비는 몰비로서 0.7 ~ 0.85 : 0.15 ~ 0.3 : 1 의 범위로 용매와 혼합하여 졸용액을 형성하는 단계;
- b) 상기 a) 단계에서 형성된 혼합용액을 가열 및 교반하여 겔화시키는 단계;
- c) 상기 겔화된 혼합물을 금속 기판의 표면에 70 내지 100 μm 두께로 스핀 코팅 및 건조를 반복하는 코팅하는 단계 및
- d) 상기 코팅된 층을 포함하는 금속기판을 700℃ 이하에서 하소하는 단계를 포함하여 상온 부근에서 방사율이 변하는 인공위성용 라디에이터 가변 방사율 소재 박막을 포함하는 구조체의 제조 방법

청구항 2

청구항 2은(는) 설정등록료 납부시 포기되었습니다.

제1항에 있어서,

상기 a) 단계의 금속전구체는 각각 상기 금속의 질산염, 할로겐염, 탄산염, 유기 카르복실산염, 아세틸아세테이트염, 금속 알콕사이드, 금속 산화물 중에서 선택되는 어느 하나인 것을 특징으로 하는, 가변 방사율 소재 박막을 포함하는 구조체의 제조 방법

청구항 3

삭제

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 용매의 함량은 금속전구체의 총량을 기준으로 무게비로 300 wt% 내지 2000 wt%인 것을 특징으로 하는, 가변 방사율 소재 박막을 포함하는 구조체의 제조 방법

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 a) 단계에서의 졸 용액을 형성하는 단계에서 금속 전구체의 금속이온 봉쇄제가 사용되는 것을 특징으로 하는, 가변 방사율 소재 박막을 포함하는 구조체의 제조 방법

청구항 6

청구항 6은(는) 설정등록료 납부시 포기되었습니다.

제5항에 있어서,

상기 금속이온 봉쇄제로서 구연산, 에틸렌 글리콜 또는 이의 혼합물이 사용되는 것을 특징으로 하는, 가변 방사율 소재 박막을 포함하는 구조체의 제조 방법

청구항 7

제1항에 있어서,

상기 b) 단계의 겔화시키는 단계는 70 내지 100 ℃로 30분 내지 8시간 가열함으로써 이루어지는 것을 특징으로 하는, 가변 방사율 소재 박막을 포함하는 구조체의 제조 방법

청구항 8

삭제

청구항 9

삭제

청구항 10

제1항 내지 제2항 및 제4항 내지 제7항 중 어느 한 항에 기재된 가변 방사율 소재 박막의 제조 방법에 의해 제조되는, 금속 기판의 표면에 증착된 가변 방사율 소재 박막을 포함하는 구조체

청구항 11

금속기판; 및

상기 금속 기판의 표면에 증착되며, $La_{1-x}Sr_xMnO_3$ ($0.15 < x < 0.3$)의 구조식을 가져 상온 부근에서 방사율이 변하는 70 내지 100 μm 두께의 인공위성용 라디에이터 가변 방사율 소재 박막을 포함하는 가변 방사율 구조체

청구항 12

삭제

청구항 13

제11항에 있어서,

상기 금속 기판은 알루미늄, 스테인레스 스틸, 구리, 금, 은, 철, 아연, 니켈, 망간, 크롬, 백금, 몰리브덴, 텅스텐으로부터 선택되는 어느 하나인 것을 특징으로 하는, 가변 방사율 구조체

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 금속층상에 증착된 가변 방사율 소재 박막 및 이의 제조방법에 관한 것으로, 보다 상세하게는 온도 변화에 따른 방사율 변화를 나타내어 효율적인 열제어가 가능하며, 금속층상에 증착된 가변 방사율 소재 박막 및 이의 경제적인 제조방법에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 가변 방사율 소재는 온도에 따라 방사율이 변하는 소재를 의미한다. 방사율이란 흑체에서 방사되는 복사 에너지와 실제 물체의 표면에서 방사되는 복사 에너지의 비로 정의되는데 방사율이 높을수록 에너지를 더욱 잘 방사한다고 볼 수 있다. 대부분의 물질의 경우 온도에 따른 방사율의 변화 정도가 크지 않지만, 가변 방사율 소재는 특정 온도에서 그 변화가 급격한 특성을 보인다.

[0003] 상기 가변 방사율 소재로 보편적으로 이용하고 있는 것중 하나인 감온변색 장치(Thermochromics device)는 추가적인 장비의 필요없이 열제어가 가능하기 때문에 효율적이고 고장이 발생하지 않는 장점을 가지고 있다.

[0004] 이러한 가변 방사율 소재는 다양한 기술적 적용 예를 가질 수 있는데, 예를 들면 인공위성 라디에이터의 표면 코팅에 이용될 수 있다. 라디에이터는 인공위성의 열제어계 중 한 가지로써 불필요한 열에너지를 외부로 방사하며 인공위성이 우주환경에서 작동하기 위한 각종 전자부품의 허용온도를 유지시켜주는 역할을 수행한다. 종래의 라디에이터는 열에너지가 불필요할 때 뿐만 아니라, 열에너지가 부족한 경우에도 지속적으로 열에너지를 방사하기 때문에 효율이 떨어지는 문제가 있다. 따라서 인공위성의 연료 이용 효율을 높이기 위해서는 온도가 상온 이상일 때는 방사율이 높고, 상온 이하일 때는 방사율이 낮은 소재를 라디에이터 표면에 증착함으로써 외부로의 열 방출을 조절할 필요가 있다. 인공위성의 라디에이터 외에도 우주 정거장 등 우주 환경에서 온도 제어가 필요한 우주 시설 혹은 지상에서도 방사율 변화가 필요한 산업에 요구될 수 있다.

[0005] 상기와 같은 기술적 적용을 위해서는 가변 방사율 소재를 금속 표면 위에 박막으로 합성해야 하며, 합성된 소재가 온도에 따라 방사율이 변하는 특성을 가져야만 한다. 그러나 금속표면에 증착을 하여 소성 또는 소

결을 하는 경우 금속의 특성에 의해 고온 조건에서 휘어지거나 구부러지는 등의 열 변형이 일어날 수 있어, 반드시 저온소결조건이 필요하다.

[0006] 이러한 가변 방사율 소재의 종류는 세라믹 성분으로 이루어지며, 대표적으로 V02, La1-xSrxMnO3(이하 LSMO라 한다.) 등의 화합물일 수 있다.

[0007] 이중 V02는 68 °C에서 상전이 일어나므로 -10 °C 내지 60°C의 온도범위를 갖는 저궤도 위성 라디에이터의 허용온도범위와는 맞지 않는 단점이 있고, 증착공정중 V02 이외의 다양한 상의 산화바나듐이 나타나므로 증착이 어려운 단점이 있어, LSMO쪽의 연구가 대두되고 있다.

[0008] 상기 La1-xSrxMnO3의 구조를 갖는 가변 방사율 소재의 제조방법과 관련된 종래 기술로서, International Journal of Thermophysics 2001, Volume 22, Issue 5, pp 1549-1561 에서는 La1-xSrxMnO3의 구조를 갖는 가변 방사율 소재에서 Sr의 첨가량에 따른 천이온도의 변화에 관해 기재되어 있고, 또한 International Journal of Thermophysics, Vol. 24, No. 3, 2003 pp 757-769에서는 다층 박막 구조의 가변 방사율 소재의 제조방법에 관한 기술이 기재되어 있다.

[0009] 그러나 상기 LSMO와 같은 세라믹 가변 방사율 소재는 통상적으로 분말형태의 전구체 물질들을 고체 상태에서 소결함으로써 합성하는 고체상 합성법으로 합성하는 것이 일반적인 합성방법으로서, 이와 같은 고체상 합성법은 일반적으로 고온의(1500°C 이상) 환경을 요구하고 있어, 인공위성의 라디에이터 금속 표면 코팅 등에 적용하기 위한 박막으로 합성하기가 어려운 단점이 있다.

[0010] 따라서, 현재까지도 낮은 소결온도를 가지며, 인공위성의 라디에이터 등과 같이 금속막상에 증착가능하며, 보다 향상된 가변 방사율 특성을 가지는 소재의 제조에 관한 필요성은 지속적으로 요구되고 있어, 이를 해결하기 위한 추가적으로 많은 연구 개발이 필요한 실정이다.

선행기술문헌

비특허문헌

- [0011] (비특허문헌 0001) International Journal of Thermophysics 2001, Vol. 22, Issue 5, pp 1549-1561
- (비특허문헌 0002) International Journal of Thermophysics, 2003, Vol. 24, No. 3, pp 757-769

발명의 내용

해결하려는 과제

[0012] 이에, 본 발명은 금속표면상에 증착하며 낮은 소결온도를 가지며, 상온 부근에서 방사율이 변하기 때문에 다양한 분야에 적용 가능한 가변 방사율 특성을 가지는 가변 방사율 소재를 제공하는 것을 특징으로 한다.

[0013] 또한 본 발명은 상기 가변 방사율 소재를 보다 경제적인 방법으로 제조할 수 있는 신규한 제조방법을 제공하는 것을 또 다른 발명의 특징으로 한다.

과제의 해결 수단

[0014] 이에 본 발명은 a) 란단 전구체, 스트론튬 전구체, 망간 전구체를 용매와 혼합하여 졸용액을 형성하는 단계; b) 상기 a) 단계에서 형성된 혼합용액을 가열 및 교반하여 겔화시키는 단계; c) 상기 겔화된 혼합물을 금속 기판의 표면에 코팅하는 단계; 및 d) 상기 코팅된 층을 포함하는 금속기판을 하소하는 단계;를 포함하는 가변 방사율 소재 박막을 포함하는 구조체의 제조 방법을 제공한다.

[0015] 또한 본 발명은 상기 제조 방법에 의해 제조되는, 금속 기판의 표면에 증착된 가변 방사율 소재 박막을 포함하는 구조체를 제공한다.

[0016] 또한 본 발명은 금속기판; 및 상기 금속 기판의 표면에 증착되며, La1-xSrxMnO3 (0.15 < x < 0.3)의 구조식을 가지는 가변 방사율 소재 박막;을 포함하는 가변 방사율 구조체를 제공한다.

발명의 효과

[0017] 본 발명에 의한 가변 방사율 소재의 증착방법은 금속표면에 증착시 저온 소결이 가능하며, 얻어진 가변 방사율 소재는 상온 부근에서 방사율이 변하기 때문에 인공위성 등의 라디에이터에 적용하는 경우에 연료 소비 효율을 향상 시킬 수 있고, 또한 인공위성 외에도 우주에서 온도 조절이 필요한 모든 곳에 이용 가능하며, 지상에서도 온도에 따라 방사율 변화가 필요한 모든 산업분야에 적용할 수 있다.

[0018] 또한 본 발명의 제조방법은 졸겔법을 통한 가변 방사율 소재를 제조함으로써, 그 제조방법이 간단하여 경제적인 장점이 있다.

도면의 간단한 설명

[0019] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 가변 방사율 소재의 박막 증착 방법을 나타내는 개략도이다.

도 2는 본 발명의 일 실시예에 따른 가변 방사율 박막을 나타낸 사진이다.

도 3은 본 발명에 따른 가변 방사율 박막편의 XRD 스펙트럼을 나타낸 그래프이다.

도 4는 본 발명에 의해 제조된 LSMO 가변 방사율 소재의 파장에 따른 방사율을 나타낸 그래프이다

도 5(a)는 본 발명에 의해 제조된 LSMO 가변 방사율 소재의 진공상태에 노출되기 전과 노출후에 따른 파장에 따른 방사율을 나타낸 그래프이다

도 5(b)는 본 발명에 의해 제조된 LSMO 가변 방사율 소재의 극저온 상태에 노출되기 전과 노출 후에 따른 파장에 따른 방사율을 나타낸 그래프이다

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0020] 이하, 첨부된 도면을 참조하여 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자가 본 발명을 용이하게 실시할 수 있는 바람직한 실시예를 상세히 설명한다. 본 발명의 각 도면에 있어서, 구조물들의 사이즈나 치수는 본 발명의 명확성을 기하기 위하여 실제보다 확대하거나 축소하여 도시한 것이고, 특징적 구성이 드러나도록 공지의 구성들은 생략하여 도시하였으므로 도면으로 한정하지는 아니한다. 본 발명의 바람직한 실시 예에 대한 원리를 상세하게 설명함에 있어 관련된 공지 기능 또는 구성에 대한 구체적인 설명이 본 발명의 요지를 불필요하게 흐릴 수 있다고 판단되는 경우에는 그 상세한 설명을 생략한다.

[0021] 본 발명은 졸-겔법을 이용하여 복합 금속산화물(LSMO)을 금속표면상에 증착함으로써 가변 방사율 소재를 제조하는 것을 특징으로 한다.

[0022] 일반적인 금속 산화물 박막을 형성시키는 방법으로 CVD, 스퍼터링등의 기상 증착 방법 및 졸-겔 가공법과 같은 액상 제작법이 있다. 증기상 방법은 균일한 박막을 형성시킬 수 있으나, 이에 따르는 장비가 고가이며, 생산성이 낮고, 막 특성이 불안정해질 수 있다는 단점이 있다. 그러나 졸-겔법으로 제조하는 경우 막 조성이 용이하게 제어될 수 있다.

[0023] 여기서, 졸-겔법은 금속의 유기 또는 무기화합물을 용액으로 하여 용액 중에서의 화합물의 가수 분해 및 중축합반응을 진행하여 졸을 겔로 고화시키고, 또한 이러한 겔을 가열하여 산화물 고체를 제조하는 방법이다. 상기 졸-겔법에 의해 금속의 유기 및 무기화합물의 가수분해 및 중합반응에 의하여 용액중에서 금속산화물 또는 수산화물의 미립자가 용해된 졸을 만들고 더욱 반응을 진행시켜 겔화한 후, 제조된 다공질의 겔을 가열하여 비정질 또는 다결정체를 만들 수 있다. 다결정체를 제조하는 경우에는 처음에 만들어진 겔은 대부분 비정질이며 비정질의 처리에 의하여 다결정체가 만들어진다.

[0024] 졸-겔 공정의 장점으로는 치밀하게 소결된 다결정 세라믹스도 저온에서 생성가능하며, 고도의 균질성이 쉽게 달성될 수 있으며, 보통의 방법으로 제조할 수 없는 새로운 조성의 유리 및 세라믹스의 제조가 가능하고 미세하며 균일한 입자로 이루어진 다결정 세라믹스의 합성이 가능하며, 마지막으로 스퍼터링이나 화학기상 증착법에 비해 생산 효율이 높다는 것이다.

[0025] 이러한 졸-겔 공정은 조성물, 미세구조, 파이버 및 박막 제조 등의 분야에서 널리 응용되고 있는 공정 기술이다.

[0026] 상기 졸-겔법에 의해 가변 방사율 소재를 제조하는 보다 구체적인 방법을 도 1을 통해 설명한다.

[0027] 도 1에서는 본 발명의 일 실시예에 따른 가변 방사율 소재 박막을 포함하는 구조체의 제조 방법을 도시하였다. 이를 구체적으로 살펴보면, 본 발명은 a) 란탄 전구체, 스트론튬 전구체, 망간 전구체를 용매와 혼합하

여 졸용액을 형성하는 단계; b) 상기 a) 단계에서 형성된 혼합용액을 가열 및 교반하여 겔화시키는 단계; c) 상기 겔화된 혼합물을 금속 기관의 표면에 코팅하는 단계; 및 d) 상기 코팅된 층을 포함하는 금속기관을 하소하는 단계;를 포함하는 가변 방사율 소재 박막을 포함하는 구조체의 제조 방법을 제공한다.

- [0028] 본 발명에 따른 상기 제조방법에 있어, a) 단계의 금속전구체는 각각 상기 금속인 란탄, 스트론튬 및 망간이 소결에 의해 금속산화물로 될 수 있는 것이면 어느 것이나 종류에 상관없이 적용가능하지만, 바람직하게는 상기 금속의 질산염, 할로젠염, 탄산염, 유기 카르복실산염, 아세틸아세테이트염, 금속 알콕사이드, 금속 산화물 중에서 선택되는 어느 하나가 사용될 수 있다.
- [0029] 상기 금속 전구체는 용매에 녹을 수 있는 것이 바람직하며, 가능하면 전부 녹을 수 있는 형태의 전구체를 사용하는 것이 좋다.
- [0030] 또한 상기 란탄 전구체, 스트론튬 전구체, 망간 전구체의 혼합비는 몰비로서 0.70 ~ 0.85 : 0.15 ~ 0.3 : 1 의 범위일 수 있다.
- [0031] 여기서, 상기 란탄 전구체와 스트론튬 전구체의 비율은 소결과정에 의해 얻어지는 복합 산화물인 $La_{1-x}Sr_xMnO_3$ ($0.15 < x < 0.3$)에서의 x의 값에 의해 결정되어질 수 있다.
- [0032] 또한 상기 용매의 종류로서는 상기 전구체를 용해할 수 있는 것이면 어느 것이나 사용가능하나, 이후의 공정에서 용매의 증발이 용이할 수 있는 것이 바람직하다. 바람직한 용매로서는 증류수, 에탄올, 메탄올, 이소프로판올 등의 알코올, 탄화수소, 아세톤, 메틸에틸케톤 등의 케톤류 등을 사용할 수 있으며, 더욱 바람직하게는 증류수를 사용할 수 있다.
- [0033] 이때, 사용되는 용매의 함량은 바람직하게는 금속전구체의 총량을 기준으로 무게비로 300 wt% 내지 2000 wt% 일 수 있다.
- [0034] 또한 본 발명에서 상기 졸 용액을 형성하는 단계는 금속 전구체의 금속이온 봉쇄제가 사용될 수 있다. 상기 금속이온 봉쇄제는 금속전구체에 배위함으로써, 금속이온이 결합하는 것을 방지하며, 금속이온을 용액에 잘 분산시켜 주며, 균일한 조성을 갖도록 도와주는 역할을 한다.
- [0035] 상기 금속이온 봉쇄제로서는 2가 알코올 또는 3가 알코올, 카르복실산, 2가 아민 또는 3가 아민 등이 사용될 수 있고 또한 이들의 혼합물이 사용될 수 있다.
- [0036] 바람직하게는 구연산, 에틸렌 글리콜 또는 이의 혼합물이 사용될 수 있으며, 더욱 바람직하게는 구연산과 에틸렌 글리콜의 혼합물을 사용할 수 있다.
- [0037] 본 발명에서 얻어진 졸 상태의 용액은 투명한 액체 상태를 띠며 이를 70 내지 100 °C로 30분 내지 8시간 가열함으로써 겔화시키는 단계가 수행될 수 있다. 가열이 진행됨에 따라 졸 용액의 용해된 금속이온은 가수분해와 축합반응을 거치며 망상 조직을 가지는 겔 상태가 된다. 상기 겔 상태가 된 용액은 갈색을 띠며 코팅하기 적절한 점도를 가지고 있는 상태로 변할 수 있다.
- [0038] 본 발명에서의 상기 겔화된 혼합물을 금속 기관의 표면에 코팅하는 단계는 스핀코팅을 통해 이루어질 수 있다.
- [0039] 상기 스핀코팅은 기관상의 오염물질을 제거하는 과정으로부터 시작할 수 있다. 예를 들면, 압축공기로 1차 오염물을 제거한 후에 이소프로필 알콜, 탈 이온수 등을 이용하여 2차 세척을 한 후 건조하여 오염물질을 제거할 수 있다. 이후에 스핀코팅을 진행할 수 있고, 이 경우 상기 겔용액을 스핀코터상에 안착된 기관에 적당량을 떨어뜨리고 2000 내지 7000 rpm의 속도로 회전시키면 상기 겔용액이 얇게 퍼지게 된다. 이 경우 충분한 회전속도를 주지 않게되면 이후 공정에서의 건조 또는 소결에 있어 도포된 물질이 균일한 층을 이루지 않거나 또는 도포된 물질이 일어나거나 떨어져 나갈 수 있어, 적절한 회전수를 유지하는 것이 중요하다. 또한 상기 스핀코팅 작업에서 회전수와 회전 시간, 용액의 점도에 따라 금속 표면 위에 코팅되는 두께를 조절할 수 있다.
- [0040] 또한 본 발명에서 상기 c) 단계에서의 금속 기관의 표면에 코팅하는 단계는 스핀코팅후 건조하는 단계를 추가로 포함할 수 있다. 이는 상기 스핀코팅후 전기로 또는 열풍건조 등을 이용하여 70 내지 100 °C로 30분 내지 8시간 건조하고 이후에 300 내지 500 °C로 30분 내지 4시간 건조하는 단계를 포함할 수 있다.
- [0041] 또한 상기 가변 방사율 소재 박막이 너무 얇은 경우에 빛이 투과되어 가변 방사 성능의 저하를 야기할 수 있어, 필름의 두께를 적절히 증가시키는 것이 필요할 수 있다.

[0042] 이 경우 상기 겔화된 혼합물을 금속 표면에 스프인코팅하고 건조하는 과정을 반복함으로써 증착물을 두께를 조절할 수 있다.

[0043] 본 발명은 가변 방사율 소재 박막을 포함하는 구조체를 제조하기 위한 마지막 공정으로서, 코팅된 층을 포함하는 금속 기판을 하소(소결)하는 단계를 포함한다. 상기 하소단계는 세라믹 물질이외의 잔류하는 휘발성분과 유기물을 증발 및 분해시키는 과정으로서 최종적으로 LSMO 합성물만이 금속상에 증착된 채로 남게 된다. 본 발명에서는 상기 코팅된 박막을 700℃ 이하에서 하소하는 것을 특징으로 한다.

[0044] 본 발명에서 사용되는 금속 기판은 알루미늄, 스테인레스 스틸, 구리, 금, 은, 철, 아연, 니켈, 망간, 크롬, 백금, 폴리브덴, 텅스텐으로부터 선택되는 어느 하나일 수 있다. 바람직한 기판으로서 스테인레스 스틸, 또는 알루미늄이 선택될 수 있다.

[0045] 또한 본 발명에 의한 제조방법에 의해 얻어지는 가변 방사율 소재 박막은 스프인코팅 회전수(rpm), 용액의 점도에 따라 두께 조절이 가능하며, 조절된 두께는 30 내지 300 μm의 범위를 가질 수 있으며, 바람직하게는 70 내지 100 μm의 두께를 가질 수 있다.

[0046] 본 발명에 의한 가변 방사율 소재 박막은 $La_{1-x}Sr_xMnO_3$ ($0.15 < x < 0.30$)의 구조식으로 나타나는 성분을 가질 수 있으며, 상기 x 값의 조절에 의해 상온(25℃) 부근에서 방사율이 변할 수 있도록 가변 방사율 소재의 특성을 조절할 수 있다.

[0047] 또한 본 발명의 상기 가변 방사율 소재는 상온 부근에서 방사율이 변하기 때문에 인공위성의 라디에이터용 소재로 사용하는 경우 인공위성의 연료 소비 효율을 향상 시킬 수 있다.

[0048] 예컨대, 인공위성 온도가 상온보다 낮을 때에는 방사율이 낮기 때문에 외부로의 열 방출이 줄어들고, 상온보다 높을 때에는 방사율이 높기 때문에 외부로 열을 방출하여 항상 상온 부근으로 온도를 조절하기에 용이하다. 이로 인하여 종래의 인공위성보다 수명이 길어지거나, 더욱 다양한 작업에 연료를 이용할 수 있다.

[0049] 따라서 본 발명의 가변 방사율 소재는 인공위성용 라디에이터용 소재, 우주 정거장용 소재 등 우주 환경에서 온도제어가 필요한 우주 시설 혹은 지상에서 방사율 변화가 필요한 산업 소재 등 다양한 분야에 적용이 가능하다.

[0050] 이하, 실시예를 통하여 본 발명을 더욱 상세히 설명하고자 한다. 이들 실시예는 오로지 본 발명을 예시하기 위한 것으로, 본 발명의 범위가 이들 실시예에 의해 제한되는 것으로 해석되지 않는 것은 당업계에서 통상의 지식을 가진 자에게 있어서 자명할 것이다.

[0051]

[0052] **실시예 : 졸겔법에 의한 박막 증착 방법**

[0053] 1) 졸 및 겔 제조 방법

[0054] 전구체 물질로는 $La(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$, $Sr(NO_3)_2$, $Mn(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$ 를 사용하였고, 탈이온수(deionized water) 100 mL에 상기 전구체 물질을 녹이되 금속이온 봉쇄제로서 Ethylene glycol 10 mL 와 구연산 19.22 g을 사용하여 졸 용액을 만들었다.

[0055] 이 때 $La(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$, $Sr(NO_3)_2$, $Mn(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$, 및 구연산의 비는 0.016 : 0.004 : 0.02 : 0.1몰의 비율로 섞어서 제작하였다. 졸 상태의 용액은 투명한 액체상태를 띄며 이 후 핫플레이트를 이용하여 용액을 85 ℃로 유지하면서 가열 및 교반을 2시간 30 분 동안 해주었다.

[0056] 가열이 진행됨에 따라 졸 용액의 용해된 금속이온은 가수분해와 축합 반응을 거치며 망상 조직을 가지는 겔 상태가 된다. 겔 상태가 된 용액은 갈색을 띄며 코팅하기 적절한 점도를 가지고 있는 상태로 변하게 된다.

[0057] 2) 코팅 및 건조

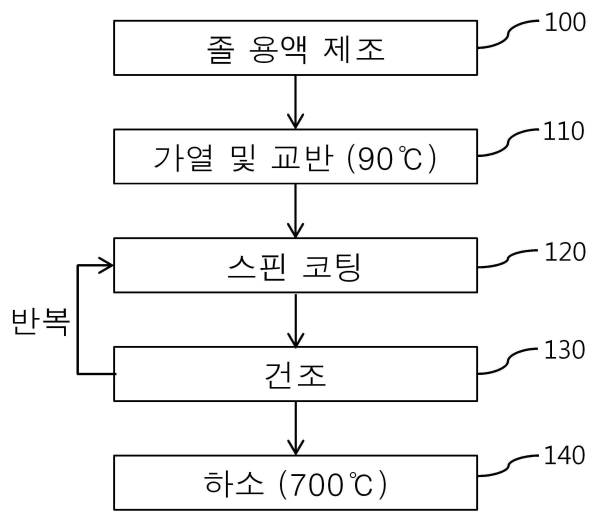
[0058] 코팅을 위해 우선 기판으로 사용될 스테인리스강의 오염물질을 제거해 주어야 한다. 우선 1차적으로 압축공기를 이용해 표면의 입자를 제거 해주었고, 에탄올 및 탈이온수를 이용해 2차적으로 세척을 해준 뒤 건조하여 사용하였다.

[0059] 이후의 스프인코팅 방법으로서 겔용액을 스테인리스강에 적당량을 떨어뜨리고 약 5000rpm으로 회전 시켜주어 얇게 퍼지게 하였다.

- [0060] 상기 스핀코팅을 한 기판은 전기로를 이용해 90 °C에서 3시간 건조한 후 다시 400°C에서 30분 건조하였다. 한번 건조한 기판의 LSMO 필름은 3 ~ 7 μm의 두께를 가진다. LSMO의 필름의 두께가 너무 얇은 경우 빛이 투과되어 가변방사 성능의 저하를 야기할 수 있고, 따라서, 이 후 필름의 두께를 증가시키기 위해 다시 스핀 코팅 건조 과정을 20회 반복하였고 마지막으로 700 °C에서 9시간 동안 하소(calcination)를 하였다. 최종적으로 제작된 샘플은 도 2와 같다. 스테인리스강 위에 코팅된 LSMO필름은 검은색을 띄며 평균 두께는 72 ± 18 μm이다.
- [0061] 3) 박막소재의 분석 및 평가
- [0062] XRD분석
- [0063] 도 3에서는 제작된 시편의 XRD 스펙트럼을 보여준다. 상기 도 3에서 실선은 JCPDS(Joint Committee on Powder Diffraction Standards)에 등록된 LSMO의 분석 패턴(pattern)이며, 점선은 제작된 LSMO 시편의 분석 패턴이다.
- [0064] XRD 분석은 CuKα선을 이용하였고 스캔속도는 2 ° /min, step size는 0.02 ° 로 하여 측정하였다.
- [0065] 상기 도 3에서의 두 패턴을 비교해 보면 JCPDS의 경우와 비교하여 약 45 ° 부근에서 제작된 시편의 경우 두 개의 피크(peak)가 발견되는 것을 확인 할 수 있는데, 이것은 하소 이후에 합성된 물질의 전부가 LSMO로 바뀌지 않고 La의 합성물 형태로 남아 있기 때문이다.
- [0066] 상기 하소 온도가 높아 질수록 화학적으로 더 안정한 형태의 물질 합성을 기대할 수 있으나 하소온도가 900 °C가 넘어갈 경우 실험에서 사용한 스테인레스강의 표면이 산화되고 구조가 휘어지는 현상을 나타내어 더 높은 온도에서 하소하는 것이 불가능 하였다. 그러나 그 외의 전 부분에서 회절강도 및 피크 점이 거의 일치하는 것을 확인할 수 있고 따라서 만들어진 LSMO시편이 LSMO 구조 즉, 페로브스카이트 결정구조를 가지는 것을 확인할 수 있다.
- [0067] 도 4는 본 발명에 의해 제조된 LSMO 가변 방사율 소재의 파장에 따른 방사율을 나타낸 그래프이다. 도 4를 살펴보면, 100 °C에서는 방사율이 많이 변화하지 않지만, 5 °C에서는 방사율이 급격히 변화하는 것을 보여주고 있다.
- [0068] 또한 본 발명에 의해 제조된 LSMO 가변 방사율 소재의 우주환경 적합성을 평가하기 위해서 3*10⁻⁶ 토르(torr)의 진공에 3회 반복 노출된 후에도 방사율을 노출전의 방사율성과 비교하였다. 상기 실험결과를 도 5(a)에 도시하였으며, 이를 살펴보면 고진공 노출 이전의 방사율 측정값과 이후의 값이 거의 변함이 없는 것을 알 수 있어, 본 발명의 가변 방사율 소재가 고진공의 우주환경에서 적용가능한 것을 보여주고 있다.
- [0069] 본 발명에 의해 제조된 LSMO 가변 방사율 소재의 우주환경 적합성을 평가하기 위한 또다른 실험으로서 액체 질소를 이용하여 극저온 환경에 노출 시킨 후 다시 상온에서 노출함으로써 극저온상태에 노출된 소재의 100 °C와 5 °C에서의 방사율 평가를 진행하였다. 상기 실험결과를 도 5(b)에 도시하였으며, 이를 살펴보면 극저온 환경에 노출되었던 시편의 방사율 측정값도 노출 이전의 방사율 측정값과 이후의 값이 거의 변함이 없는 것을 알 수 있어, 본 발명의 가변 방사율 소재가 극저온의 우주환경에서 노출되더라도 그 특성이 유지되는 것을 보여주고 있다.
- [0070] 이상으로 본 발명 내용의 특정한 부분을 상세히 기술하였는 바, 당업계의 통상의 지식을 가진 자에게 있어서, 이러한 구체적 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 의하여 정의된다고 할 것이다.

도면

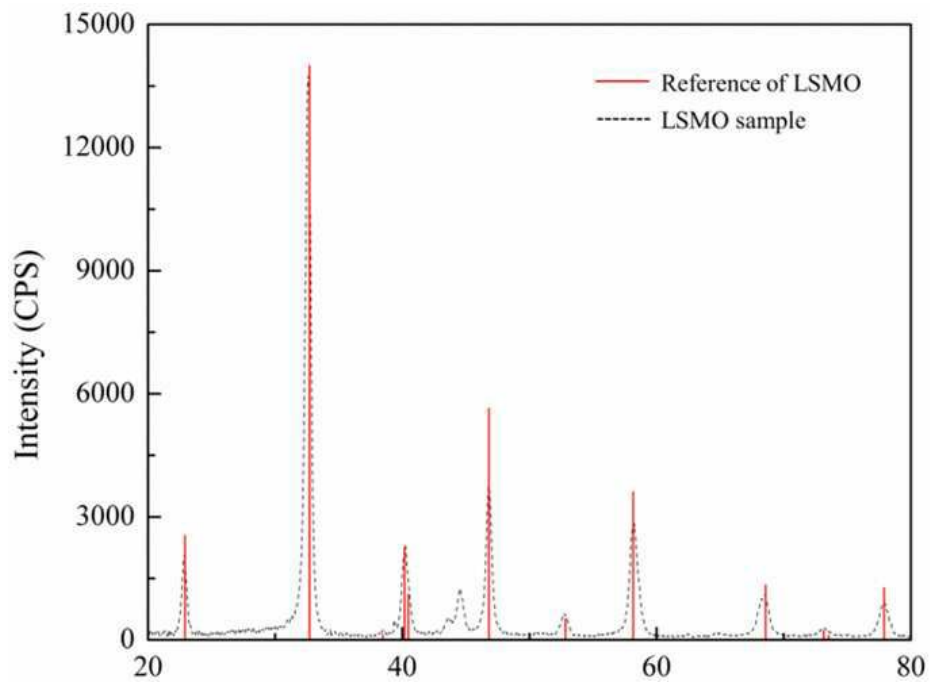
도면1



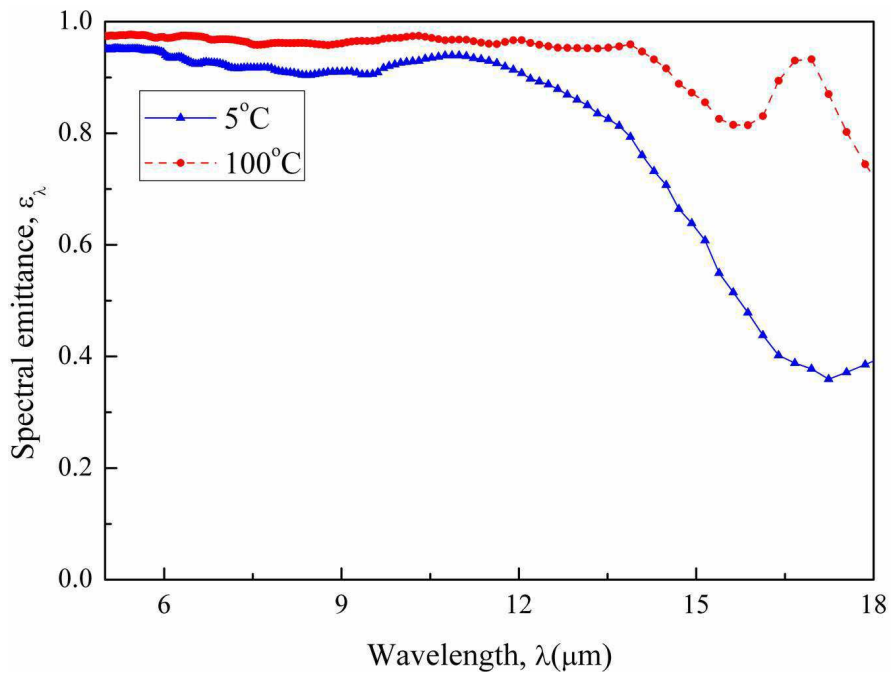
도면2



도면3



도면4



도면5

