



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2021년05월21일
(11) 등록번호 10-2255484
(24) 등록일자 2021년05월17일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C08G 73/10 (2006.01)
(52) CPC특허분류
C08G 73/1007 (2013.01)
C08G 73/1028 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2019-0162067
(22) 출원일자 2019년12월06일
심사청구일자 2019년12월06일
(56) 선행기술조사문헌
KR1020150141839 A*
KR101709378 B1
US20080300360 A1
WO2012173126 A1
*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
연세대학교 원주산학협력단
강원도 원주시 흥업면 연세대길 1
(72) 발명자
정찬문
강원도 원주시 관부면 시청로 264, 103동 801호(원주더샵아파트)
진승원
경기도 하남시 하남유니온로 70, 106동 1603호(신장동, 하남유니온시티에일린의뜰)
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
김보정

전체 청구항 수 : 총 10 항

심사관 : 유은결

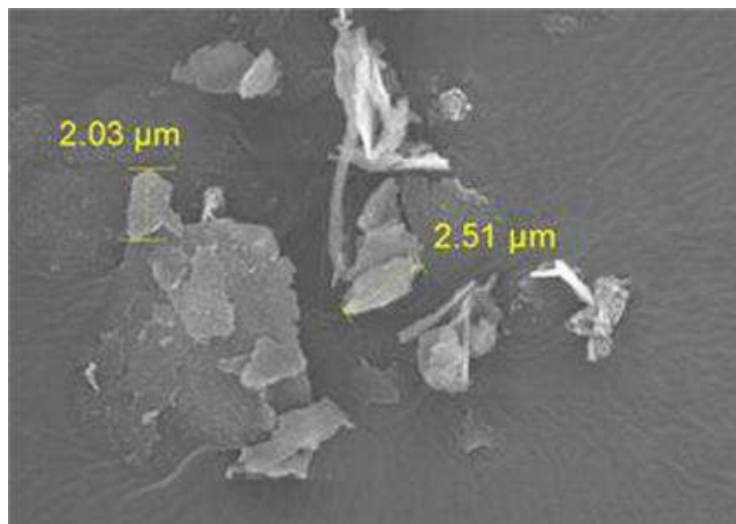
(54) 발명의 명칭 판상형 폴리이미드 분말의 제조방법

(57) 요약

본 발명은 판상형 폴리이미드 분말의 제조방법에 관한 것으로, 더욱 상세하게는 증류수에 다이안하이드라이드 및 다이아민을 분산하는 분산 단계, 상기 분산 단계를 통해 제조된 혼합물을 압력조건하에서 가열하여 이미드화하는 이미드화 단계, 상기 이미드화 단계를 통해 제조된 폴리이미드 분말을 건조하는 건조 단계로 이루어진다.

상기의 과정을 통해 제조되는 판상형 폴리이미드 분말은 충격강도와 같은 기계적 물성이 우수할 뿐만 아니라, 압축성형 시 입자들 간의 쌓임이 효율적으로 발생하여 우수한 기계적 강도를 갖는 성형품을 제공하는 효과를 나타낸다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

C08J 3/12 (2021.05)

C08J 2379/08 (2013.01)

(72) 발명자

최주영

강원도 원주시 일산로 61-2 (원동)

남경남

강원도 원주시 명륜초교길 17-1(개운동)

박형주

경기도 과천시 별양로 180, 811동 1105호(부림동,
주공아파트)

김동민

강원도 삼척시 동해대로 4122-27, 404호(교동, 강
부2차아파트)

이승현

강원도 원주시 단관공원길 111, 104동 1203호(단구
동, 중앙하이츠아파트)

이준서

강원도 원주시 솔우물2길 9-1, 301호(무실동)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 2019K000031

부처명 과학기술정보통신부

과제관리(전문)기관명 과학기술일자리진흥원

연구사업명 연구산업중대형성장지원사업

연구과제명 물을 분산매로 하는 폴리이미드 제조기술 기반 친환경 폴리이미드 및 슈퍼엔지니어
링 플라스틱 개발

기 여 율 1/1

과제수행기관명 연세대학교 원주산학협력단

연구기간 2019.01.01 ~ 2019.12.31

명세서

청구범위

청구항 1

증류수에 다이안하이드라이드 및 다이아민을 분산하는 분산 단계;

상기 분산 단계를 통해 제조된 혼합물을 압력 및 교반조건 하에서 가열하여 이미드화하는 이미드화 단계; 및

상기 이미드화 단계를 통해 제조된 폴리이미드 분말을 건조하는 건조 단계; 로 이루어지고,

상기 이미드화 단계는 2 내지 25 bar 압력 조건에서 이루어지며,

상기 건조 단계는 40 내지 100℃의 온도에서 10 내지 30시간 동안 진행되는 것을 특징으로 하는 판상형 폴리이미드 분말의 제조방법.

청구항 2

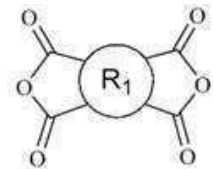
청구항 1에 있어서,

상기 분산 단계는 증류수 100 중량부에 다이안하이드라이드 1 내지 10 중량부 및 다이아민 1 내지 10 중량부를 분산하여 이루어지는 것을 특징으로 하는 판상형 폴리이미드 분말의 제조방법.

청구항 3

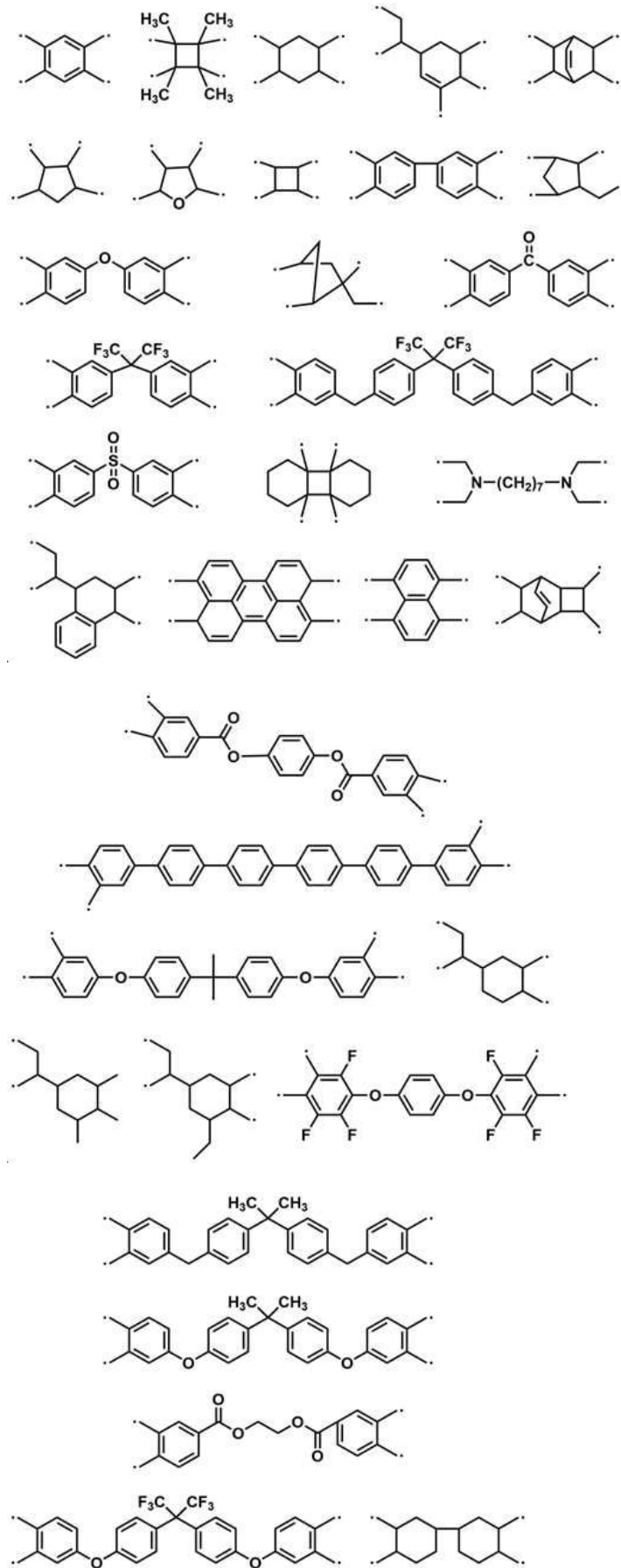
청구항 1에 있어서,

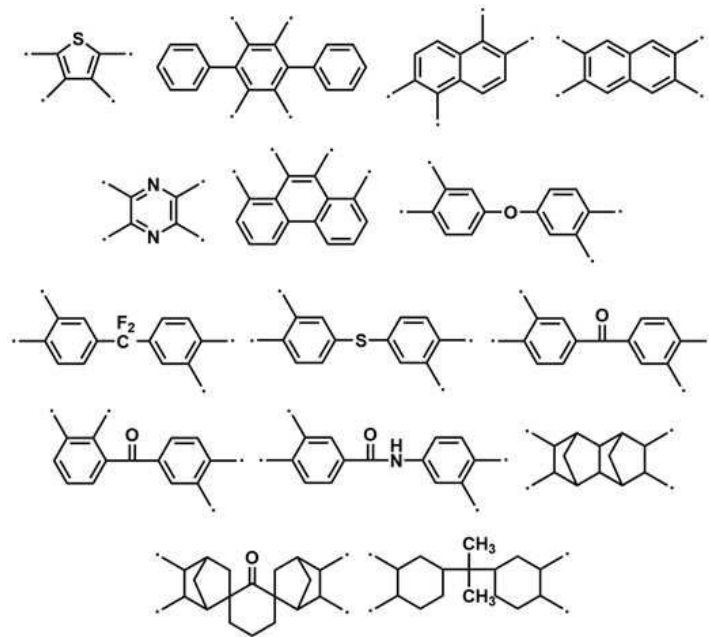
상기 다이안하이드라이드는 하기 화학식 1의 다이안하이드라이드인 것을 특징으로 하는 판상형 폴리이미드 분말의 제조방법.



<화학식 1>

(상기 화학식 1에서 R₁은 아래의 화학구조



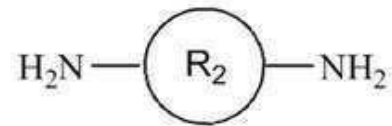


로 이루어지는 군에서 선택된다.)

청구항 4

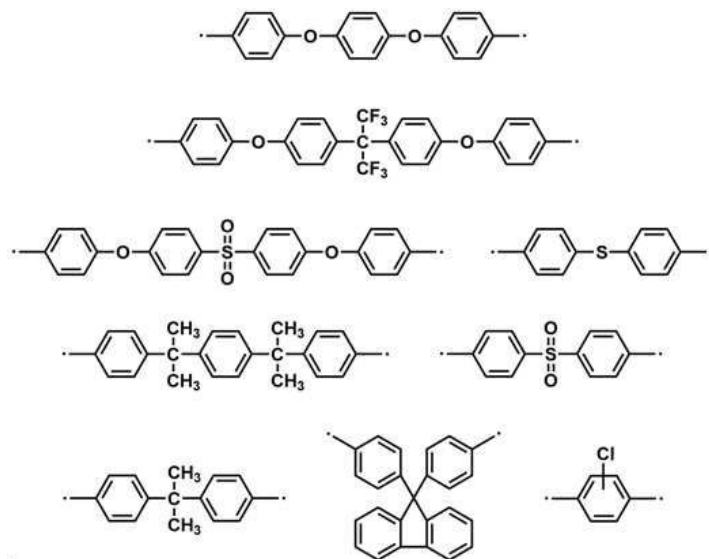
청구항 1에 있어서,

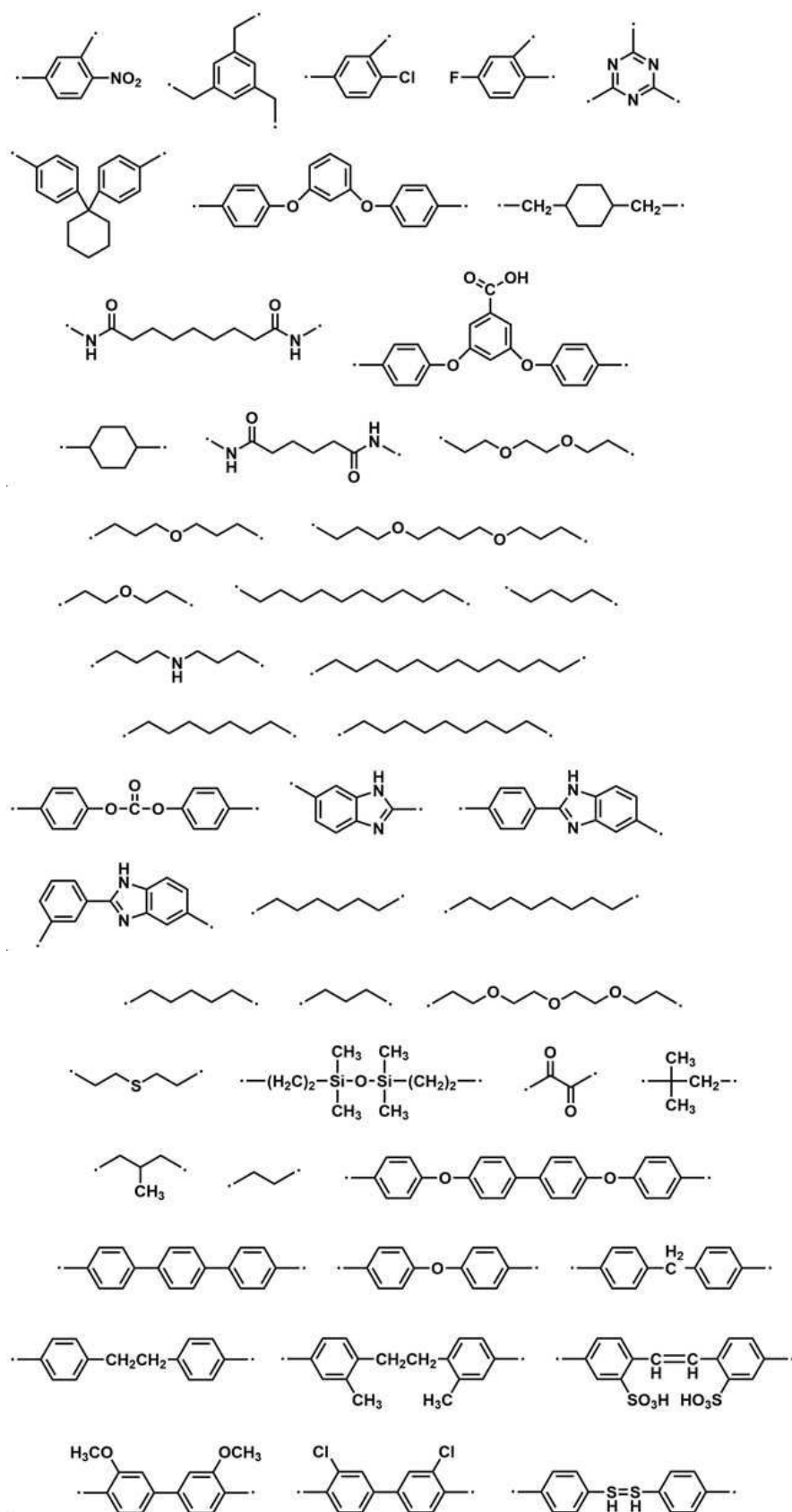
상기 다이아민은 하기 화학식 2의 다이아민인 것을 특징으로 하는 판상형 폴리이미드 분말의 제조방법.

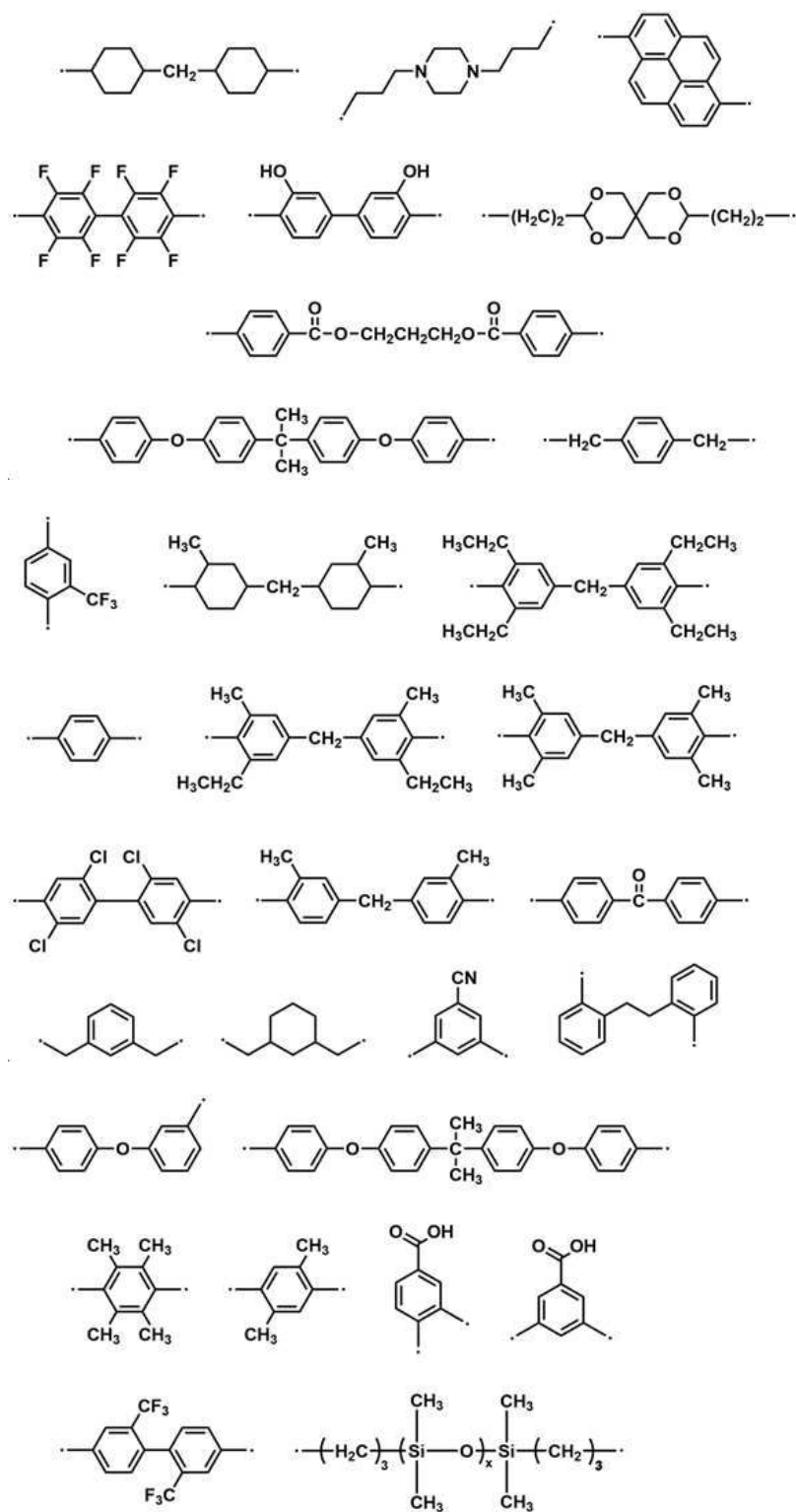


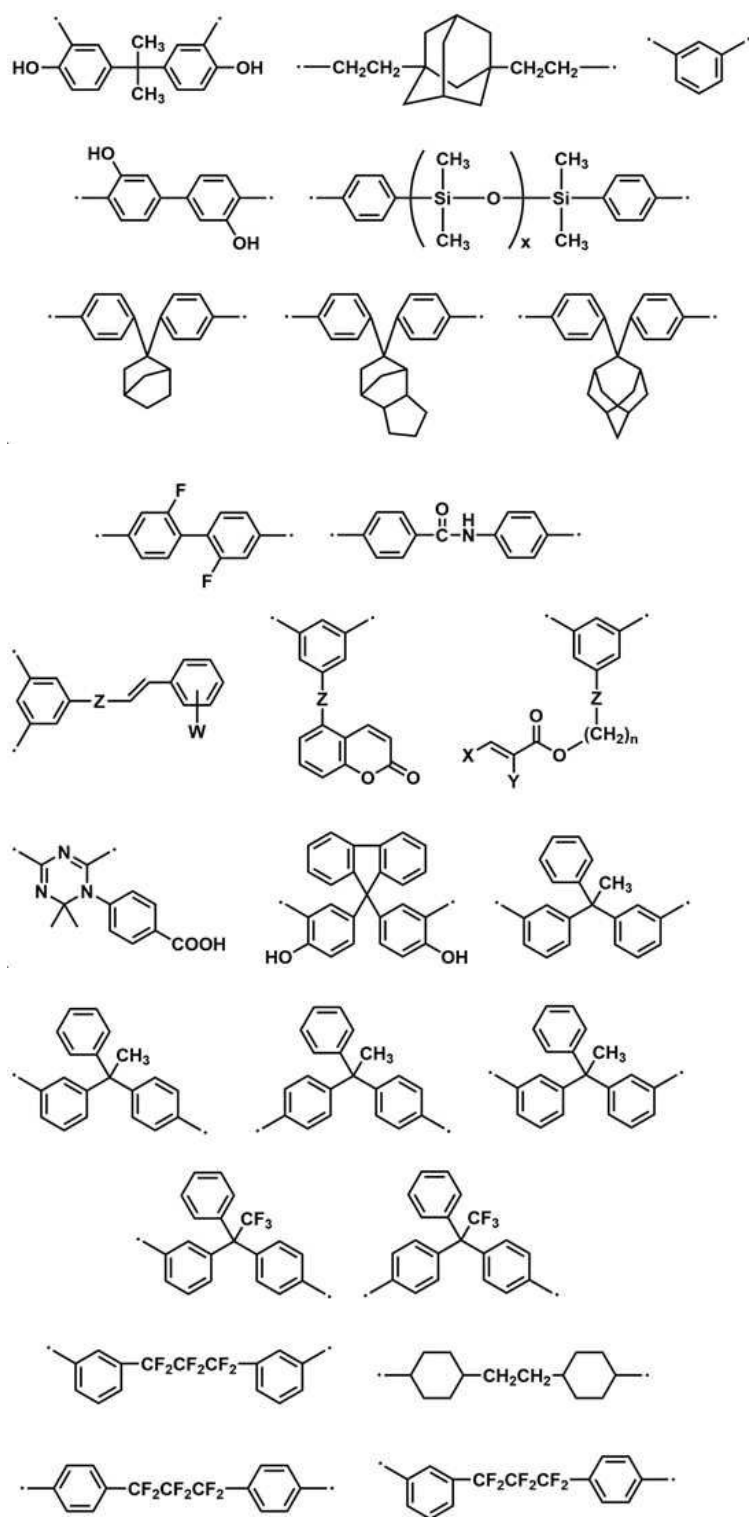
<화학식 2>

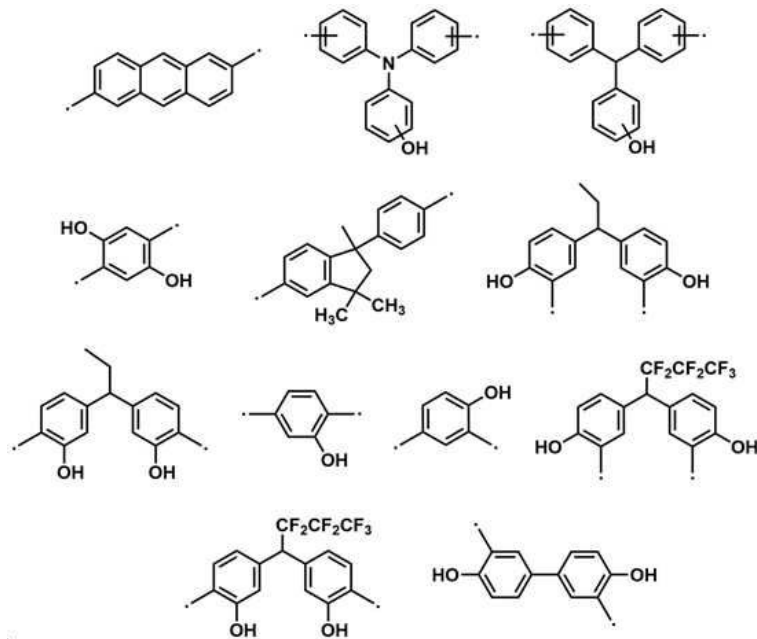
(상기 화학식 2에서 R₂는 아래의 화학구조











로 이루어지는 군에서 선택된다.

상기 x 는 $1 \leq x \leq 50$ 을 만족하는 정수이고,

상기 n 은 1 내지 20 범위의 자연수이며,

W, X, Y는 각각 탄소수 1 내지 30 사이의 알킬기 또는 아릴기이고,

Z는 에스테르기, 아미드기, 이미드기 및 에테르기로 이루어지는 군에서 선택된다.)

청구항 5

청구항 1에 있어서,

상기 이미드화 단계는 135 내지 250℃의 온도에서 1 내지 12시간 동안 이루어지는 것을 특징으로 하는 판상형 폴리이미드 분말의 제조방법.

청구항 6

청구항 5에 있어서,

상기 이미드화 단계는 180 내지 200℃의 온도에서 3 내지 9시간 동안 이루어지는 것을 특징으로 하는 판상형 폴리이미드 분말의 제조방법.

청구항 7

삭제

청구항 8

삭제

청구항 9

청구항 1에 있어서,

상기 건조 단계는 60 내지 90℃의 온도에서 15 내지 25시간 동안 진행되는 것을 특징으로 하는 판상형 폴리이

미드 분말의 제조방법.

청구항 10

청구항 1 내지 6 및 9중 어느 한 항에 따른 제조방법으로 제조되는 것을 특징으로 하는 판상형 폴리이미드 분말.

청구항 11

청구항 10에 있어서,

상기 판상형 폴리이미드 분말은 면의 장축의 평균 길이와 평균 두께의 비율이 30 내지 2 : 1인 것을 특징으로 하는 판상형 폴리이미드 분말.

청구항 12

청구항 10에 있어서,

상기 판상형 폴리이미드 분말은 면 방향 장축의 평균 길이가 0.5 내지 20 마이크로미터인 것을 특징으로 하는 판상형 폴리이미드 분말.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 판상형 폴리이미드 분말의 제조방법에 관한 것으로, 더욱 상세하게는 충격강도와 같은 기계적 물성이 우수할 뿐만 아니라, 압축성형 시 입자들 간의 뒹임이 효율적으로 발생하여 우수한 기계적 강도를 갖는 성형품을 제공하는 효과를 나타내는 판상형 폴리이미드 분말의 제조방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0003] 일반적으로 폴리이미드 수지는 테트라카르복시산 또는 그 유도체와 방향족 디아민 또는 방향족 디이소시아네이트를 축중합 후 이미드화하여 제조되는 고내열성 수지를 일컫는다. 그러나, 이러한 폴리이미드 수지는 용매에 용해되지 않는 불용성과 가열에 의해 용융하지 않는 불용성을 갖는다. 또한, 폴리이미드 수지는 사용되는 단량체의 종류에 따라 여러 가지의 분자구조를 가질 수 있다. 일반적으로 방향족 테트라카르복시산 유도체 성분으로서는 피로멜리트산 이무수물(PMDA) 또는 비페닐테트라카르복시산 이무수물(BPDA)을 사용하고 있고, 방향족 디아민 성분으로서는 옥시디아닐린(ODA) 또는 p-페닐렌 디아민(p-PDA)을 사용하여 축중합시켜 제조하고 있다.

[0004] 그러나 종래에 폴리이미드 수지는 우수한 내열성 및 기계적 특성에도 불구하고 다양한 온도에서의 사용이 일부 제한적이며, 특히 고온에서의 장기 노출에 있어 표면 크랙(Crack) 등의 문제점이 노출되고 있다. 따라서 폴리이미드의 기계적 특성을 유지하면서 내열성을 보다 높게 향상시키려는 노력이 진행되고 있으며, 예로서 미국등록특허 제5,162,492호에서는 3,3',4,4'-비페닐테트라카르복시산이무수물(BPDA)과 메타페닐렌디아민(m-PDA)를 디메틸아세트아미드, N메틸피롤리딘, 피리딘과 같은 비양자성 극성용매를 사용하여 제조하는 방법을 이용한다. 그러나 비양자성 극성용매 하에서 종래의 기술처럼 용액상에서 이미드화 반응을 진행할 경우 내열성을 향상되지만 너무 높은 결정화도로 인해 저하되는 기계적 물성, 특히 고온에서의 인장강도 및 신율의 저하를 보완하기 위해, 폴리아믹산을 분리하고 고체상에서 이미드화 반응을 시켜 내열성과 기계적 물성이 우수한 폴리이미드 수지를 제조하는 방법을 사용하고 있다.

[0005] 고체상에서 이미드화하는 방법은 분리된 폴리아믹산의 점성이 극히 높아 분리, 이송 및 건조 등의 공정조절이 어렵고, 제조비용이 증가하는 단점이 있는데, 이의 개선을 위하여 미국등록특허 제5,886,129호에서는 용액상에서 이미드화 반응을 거칠 경우 결정성의 증가로 인해 기계적 물성 특히 인장강도 및 신율이 저하되는 것을 방지하며, 내열성이 향상되고 기계적 특성이 우수한 폴리이미드 수지를 제조하기 위하여 비율이 조절된 메타페닐렌

디아민(m-PDA), 파라페닐렌디아민(p-PDA)과 같은 두 종류의 방향족 디아민을 3,3',4,4'-비페닐테트라카르복시산 이무수물(BPDA)과 디메칠아세트아미드, N-메틸피롤리디논, 피리딘과 같은 비양자성 극성용매 하에서 공중합하여 대응하는 폴리아믹산을 제조하고, 제2의 반응기에 폴리아믹산을 이송하여 용액상에서 이미드화하여 내열성 및 기계적 특성이 개선된 폴리이미드 수지를 제조하는 이 단계 중합 방법을 사용하고 있다.

[0006] 이와 같은 비양자성 극성용매 하에서의 폴리이미드 수지의 제조과정은 중간과정에서 생성되는 폴리아믹산의 높은 점성으로 인해 반응상태의 조절이 어려울 뿐만 아니라, 특성의 개선을 위한 단량체 및 조합의 선정에 있어 제한적인 문제점을 가지고 있다. 또한, 폴리이미드의 중합반응에 있어서 용매에 포함되어 있거나, 반응 중 생성되는 물은 폴리이미드 분자량 증가를 방해한다. 상기에서 언급한 비양자성 극성용매는 대부분 물과 잘 섞이기 때문에 사용용 용매의 수분 함량을 100 ppm이하로 조절하거나 반응에서 생성되는 물의 제거를 위해 별도의 방법 및 장치를 사용하여야 하는 문제점이 있었다.

선행기술문헌

특허문헌

[0008] (특허문헌 0001) 한국특허등록 제10-0874363호(2008.12.10)
(특허문헌 0002) 한국특허공개 제10-2016-0039613호(2016.04.11)

발명의 내용

해결하려는 과제

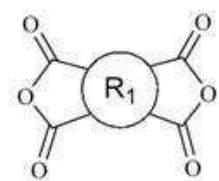
[0009] 본 발명의 목적은 충격강도와 같은 기계적 물성이 우수할 뿐만 아니라, 압축성형 시 입자들 간의 뒹임이 효율적으로 발생하여 우수한 기계적 강도를 갖는 성형품을 제공하는 판상형 폴리이미드 분말의 제조방법을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0011] 본 발명의 목적은 증류수에 다이안하이드라이드 및 디아민을 분산하는 분산 단계, 상기 분산 단계를 통해 제조된 혼합물을 압력조건하에서 가열하여 이미드화하는 이미드화 단계, 상기 이미드화 단계를 통해 제조된 폴리이미드 분말을 건조하는 건조 단계로 이루어지는 것을 특징으로 하는 판상형 폴리이미드 분말의 제조방법을 제공함에 의해 달성된다.

[0012] 본 발명의 바람직한 특징에 따르면, 상기 분산 단계는 증류수 100 중량부에 다이안하이드라이드 1 내지 10 중량부 및 디아민 1 내지 10 중량을 분산하여 이루어지는 것으로 한다.

[0013] 본 발명의 더 바람직한 특징에 따르면, 상기 다이안하이드라이드는 하기 화학식 1의 다이안하이드라이드일 수 있다.

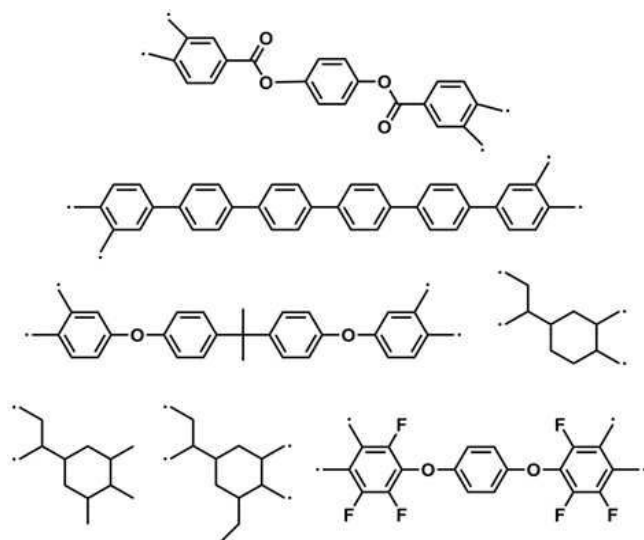
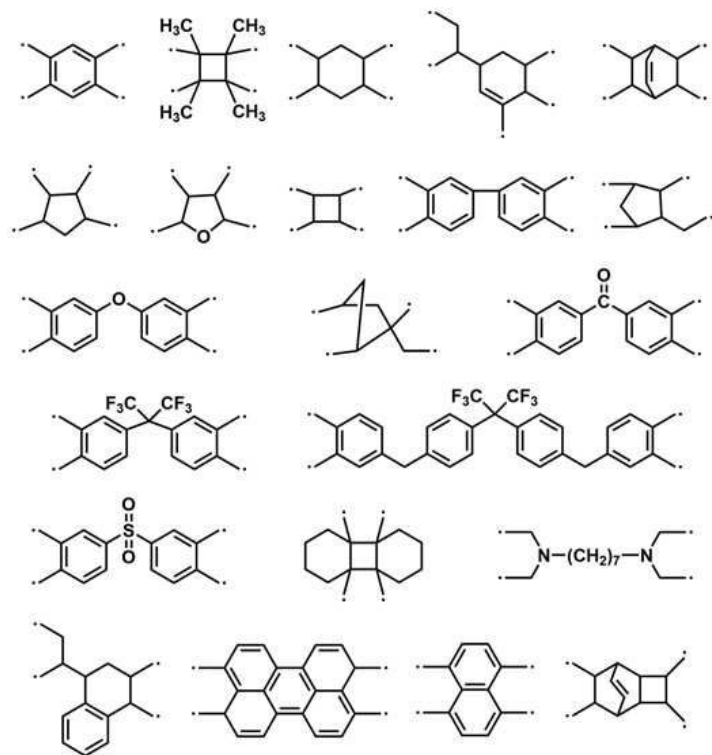


[0014]

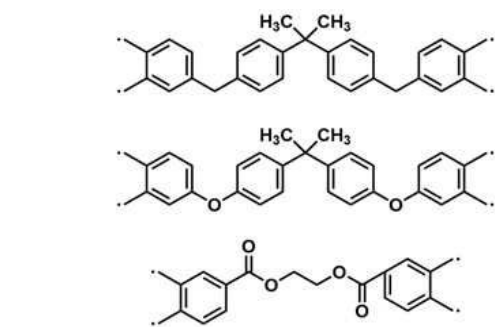
[0015] <화학식 1>

[0016]

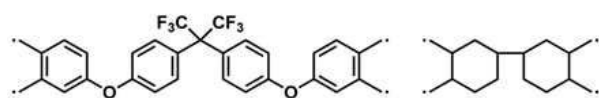
(상기 화학식 1에서 R₁은 아래의 화학구조

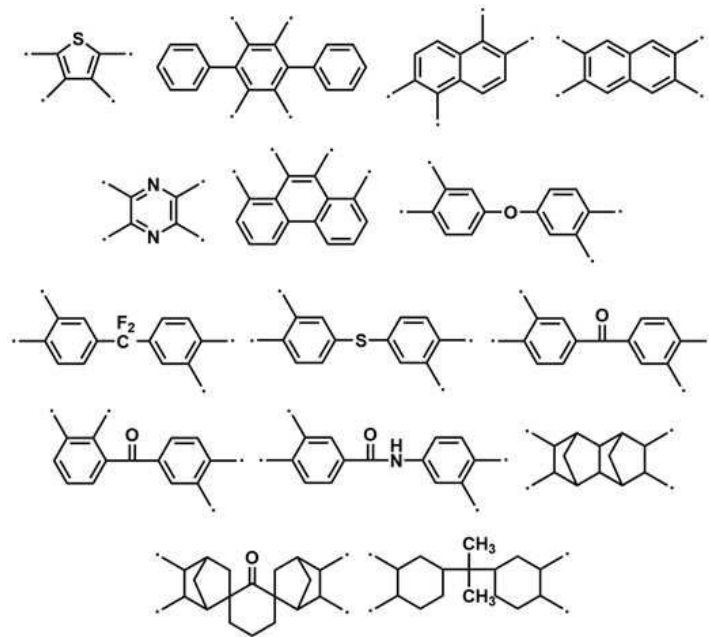


[0017]



[0018]





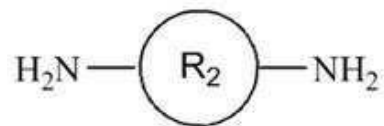
[0019]

[0020]

로 이루어지는 군에서 선택된다.)

[0021]

본 발명의 더 바람직한 특징에 따르면, 상기 다이아민은 하기 화학식 2의 다이아민일 수 있다.



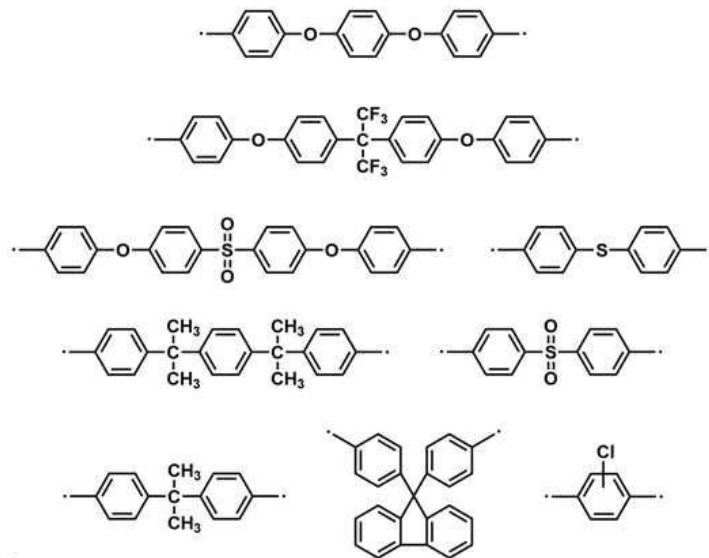
[0022]

[0023]

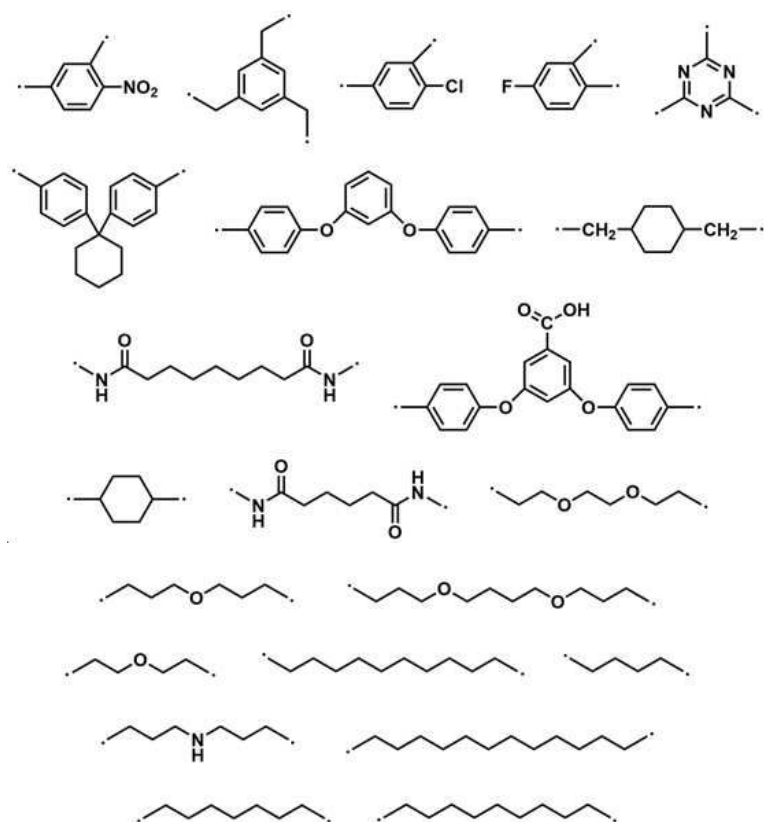
<화학식 2>

[0024]

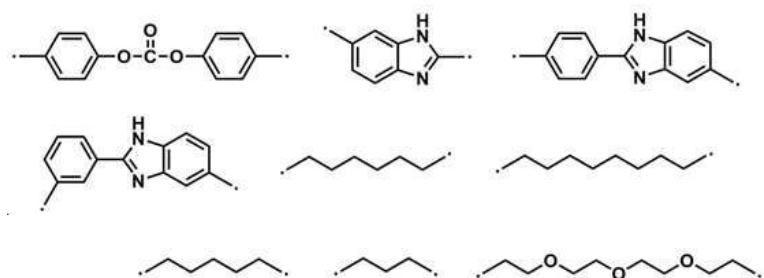
(상기 화학식 2에서 R₂는 아래의 화학구조



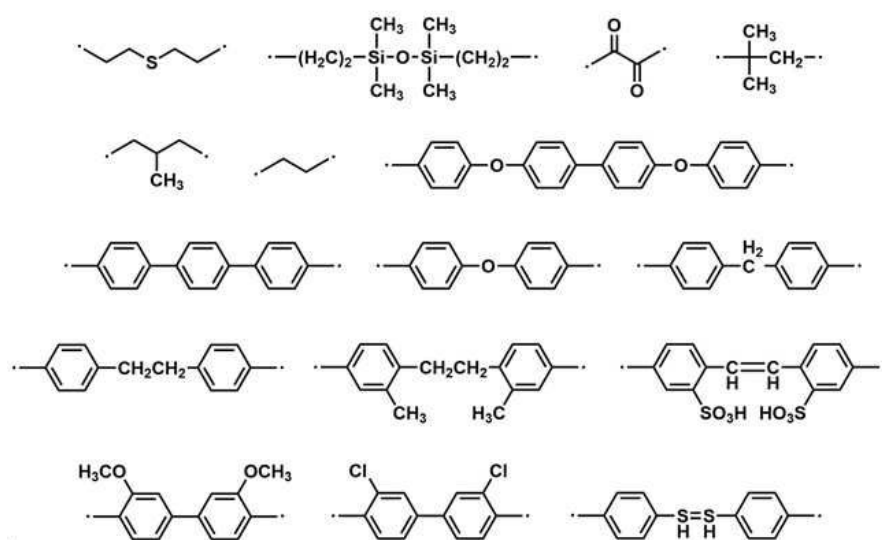
[0025]



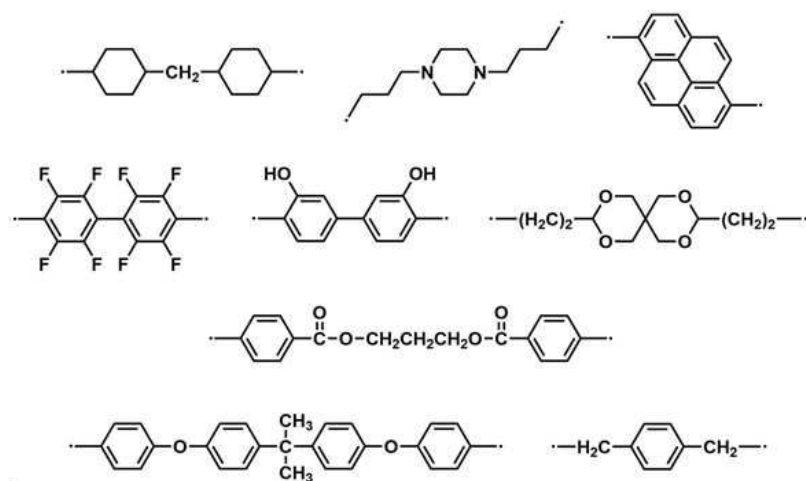
[0026]



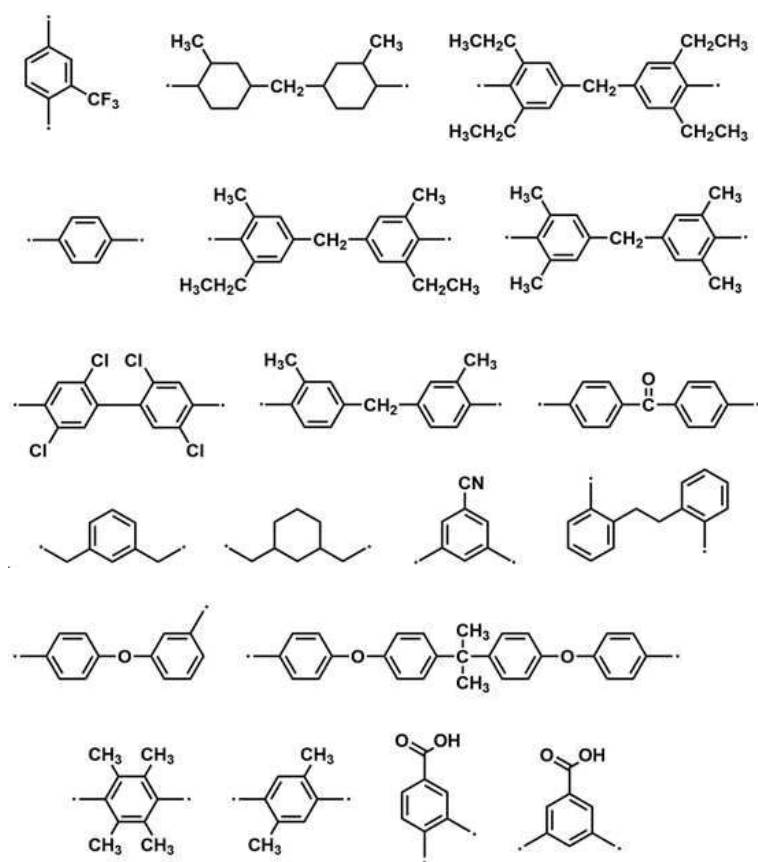
[0027]



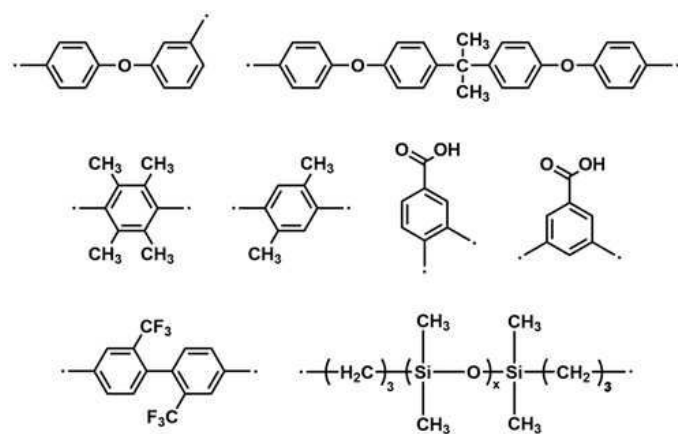
[0028]



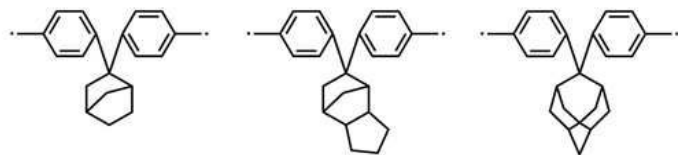
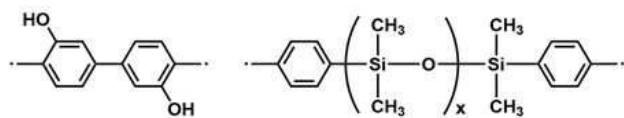
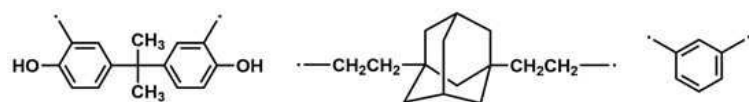
[0029]



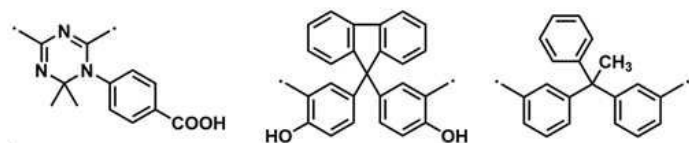
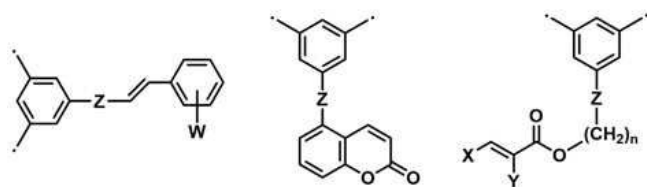
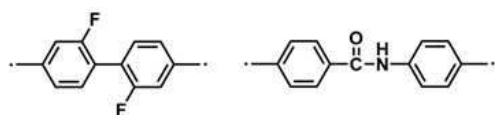
[0030]



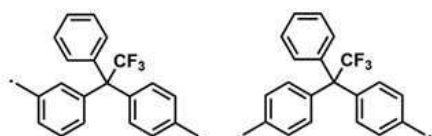
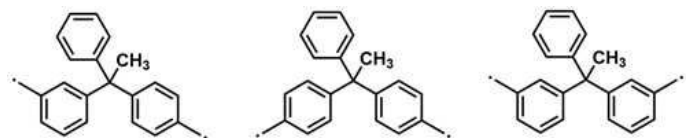
[0031]



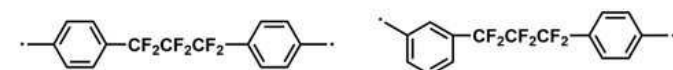
[0032]

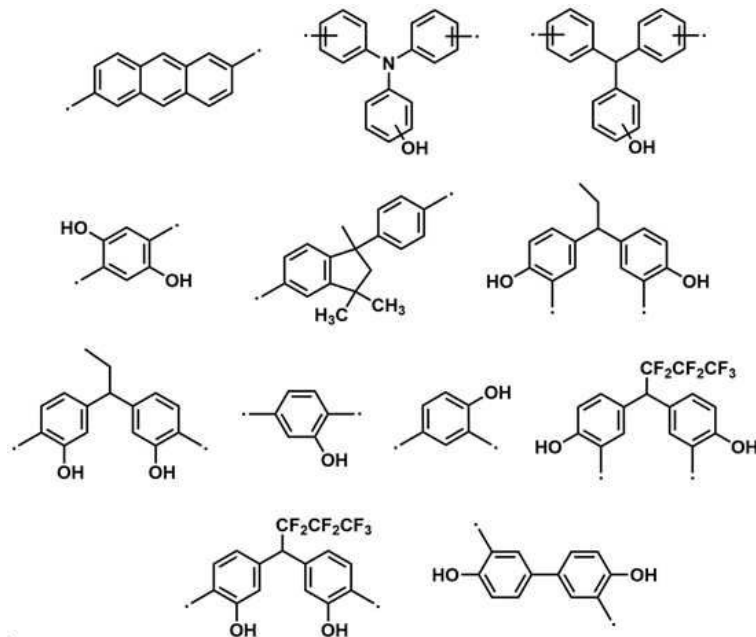


[0033]



[0034]





[0035]

[0036]

로 이루어지는 군에서 선택된다. 한편, 상기 x 는 $1 \leq x \leq 50$ 을 만족하는 정수이고, 상기 n 은 1 내지 20 범위의 자연수이며, W, X, Y는 각각 탄소수 1 내지 30 사이의 알킬기 또는 아릴기이고, Z는 에스테르기, 아미드기, 이미드기 및 에테르기로 이루어지는 군에서 선택된다.)

[0037]

본 발명의 더욱 바람직한 특징에 따르면, 상기 이미드화 단계는 135 내지 250℃의 온도에서 1 내지 12시간 동안 이루어지는 것으로 한다.

[0038]

본 발명의 더욱 더 바람직한 특징에 따르면, 상기 이미드화 단계는 180 내지 200℃의 온도에서 3 내지 9시간 동안 이루어지는 것으로 한다.

[0039]

본 발명의 더욱 더 바람직한 특징에 따르면, 상기 이미드화 단계는 2 내지 25 bar 압력조건에서 이루어지는 것으로 한다.

[0040]

본 발명의 더욱 더 바람직한 특징에 따르면, 상기 건조 단계는 40 내지 100℃의 온도에서 10 내지 30시간 동안 진행되는 것으로 한다.

[0041]

본 발명의 더욱 더 바람직한 특징에 따르면, 상기 건조단계는 60 내지 90℃의 온도에서 15 내지 25시간 동안 진행되는 것으로 한다.

[0043]

또한, 본 발명의 목적은 상기의 판상형 폴리이미드 분말의 제조방법으로 제조되는 것을 특징으로 하는 판상형 폴리이미드 분말을 제공함에 의해서도 달성될 수 있다.

[0044]

본 발명의 바람직한 특징에 따르면, 상기 판상형 폴리이미드 분말은 면 방향 장축의 평균 길이와 평균 두께의 비율이 30 내지 2 : 1인 것으로 한다. 보다 더 바람직한 특징에 따르면, 면 방향 장축의 평균 길이와 평균 두께의 비율이 10 내지 2 : 1인 것으로 한다.

[0045]

본 발명의 더 바람직한 특징에 따르면, 상기 판상형 폴리이미드 분말은 면 방향 장축의 평균 길이가 0.5 내지 20 마이크로미터인 것으로 한다. 보다 더 바람직한 특징에 따르면, 면 방향 장축의 평균 길이가 0.5 내지 10 마이크로미터인 것으로 한다.

발명의 효과

[0047]

본 발명에 따른 판상형 폴리이미드 분말의 제조방법은 충격강도와 같은 기계적 물성이 우수할 뿐만 아니라, 압축성형 시 입자들 간의 쌓임이 효율적으로 발생하여 우수한 기계적 강도를 갖는 성형품을 제공하는 판상형 폴리이미드 분말을 제공하는 탁월한 효과를 나타낸다.

도면의 간단한 설명

[0049]

도 1은 본 발명의 실시예 1을 통해 제조된 판상형 폴리이미드 분말을 주사전자현미경을 촬영하여 나타낸 사진

이다.

도 2는 본 발명의 실시예 1 내지 2 및 비교예 1을 통해 제조된 폴리이미드 분말의 적외선 흡수 스펙트럼 결과를 나타낸 그래프이다.

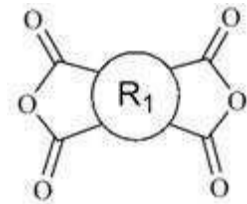
발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

이하에는, 본 발명의 바람직한 실시예와 각 성분의 물성을 상세하게 설명하되, 이는 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자가 발명을 용이하게 실시할 수 있을 정도로 상세하게 설명하기 위한 것이지, 이로 인해 본 발명의 기술적인 사상 및 범주가 한정되는 것을 의미하지는 않는다.

본 발명에 따른 판상형 폴리이미드 분말의 제조방법은 증류수에 다이안하이드라이드 및 다이아민을 분산하는 분산 단계, 상기 분산 단계를 통해 제조된 혼합물을 압력조건하에서 가열하여 이미드화하는 이미드화 단계, 상기 이미드화 단계를 통해 제조된 폴리이미드 분말을 건조하는 건조 단계로 이루어진다.

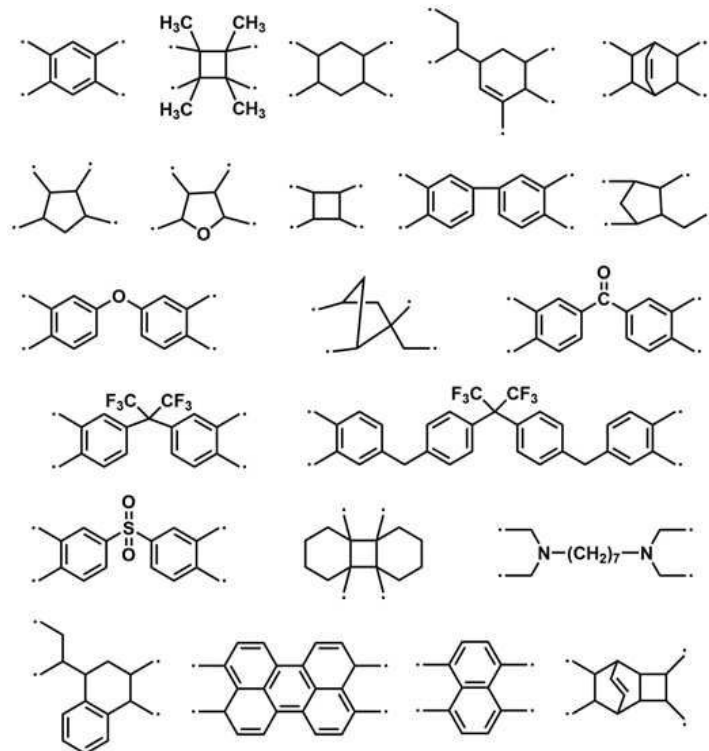
상기 분산 단계는 증류수에 다이안하이드라이드 및 다이아민을 분산하는 단계로, 증류수 100 중량부에 다이안하이드라이드 1 내지 10 중량부 및 다이아민 1 내지 10 중량을 압력반응기에 투입하고 분산하는 과정으로 이루어진다.

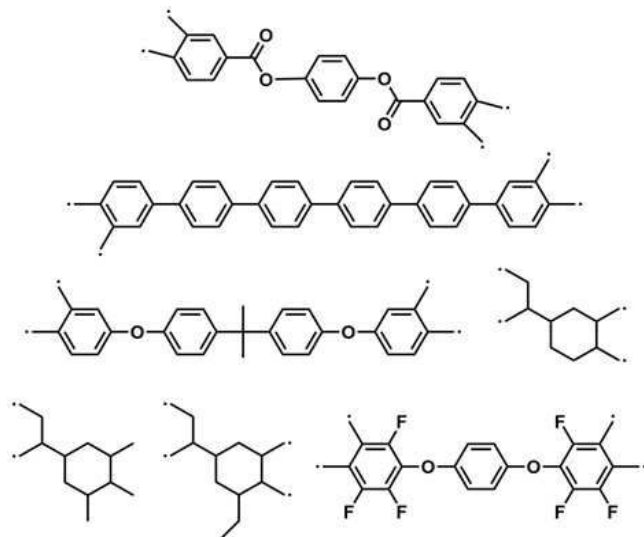
이때, 상기 다이안하이드라이드는 하기 화학식 1의 다이안하이드라이드일 수 있다.



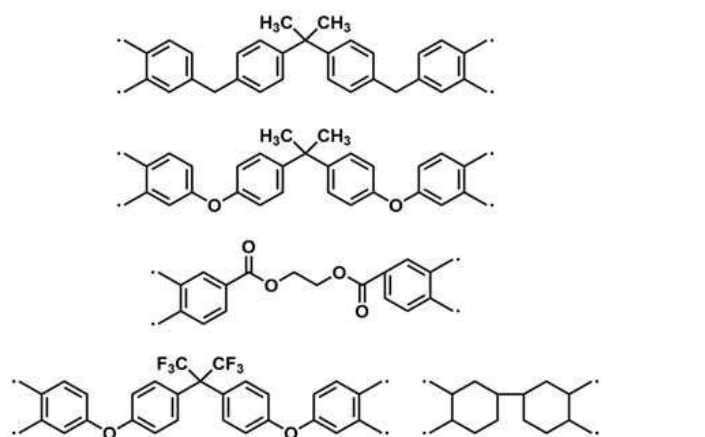
<화학식 1>

(상기 화학식 1에서 R₁은 아래의 화학구조

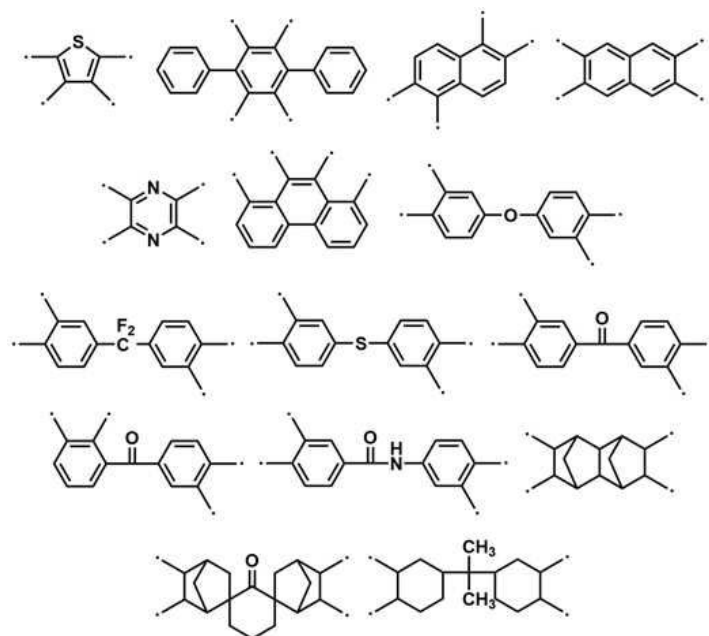




[0060]



[0061]

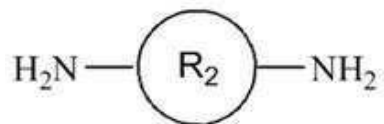


[0062]

[0063]

로 이루어지는 군에서 선택된다.)

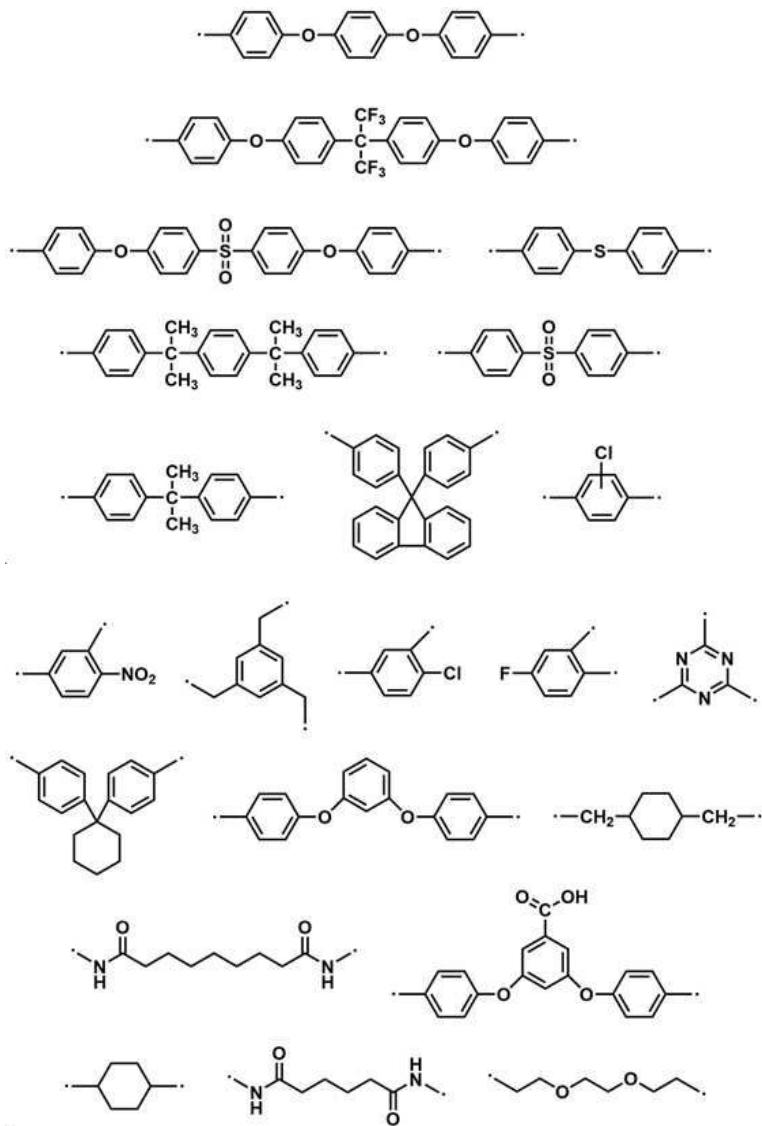
[0064] 상기 다이아민은 하기 화학식 2의 다이아민일 수 있다.



[0065]

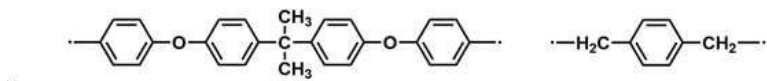
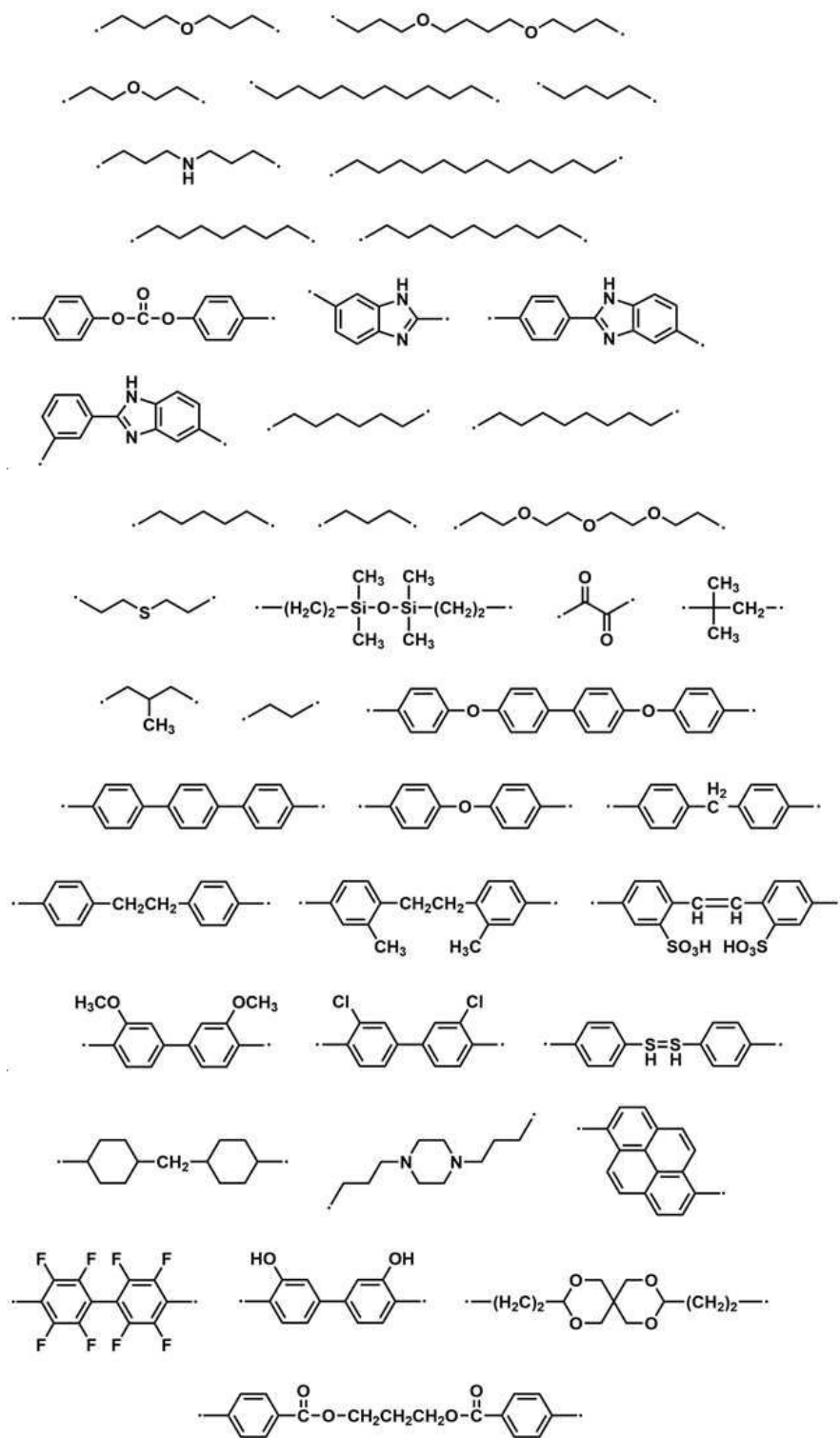
[0066] <화학식 2>

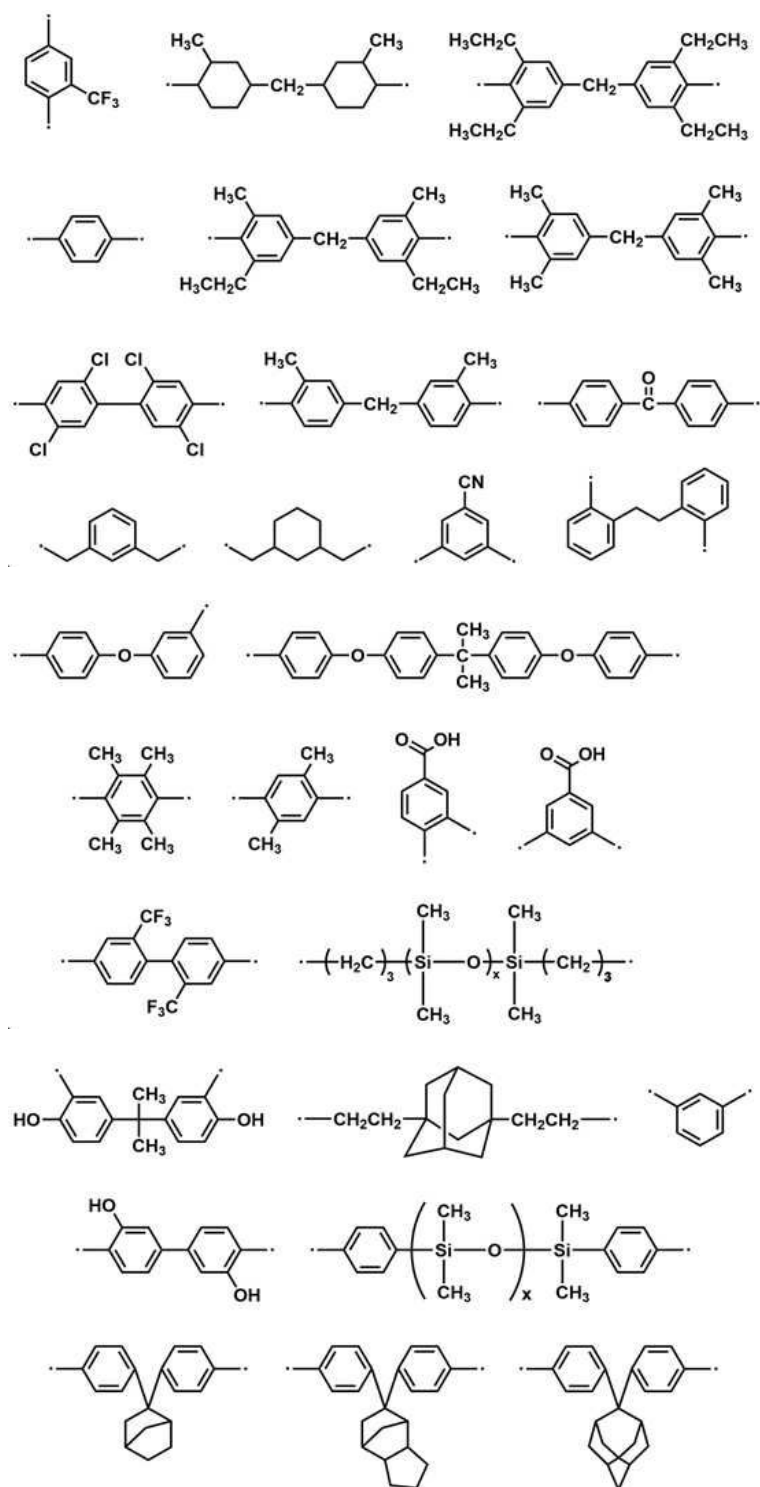
[0067] (상기 화학식 2에서 R₂는 아래의 화학구조

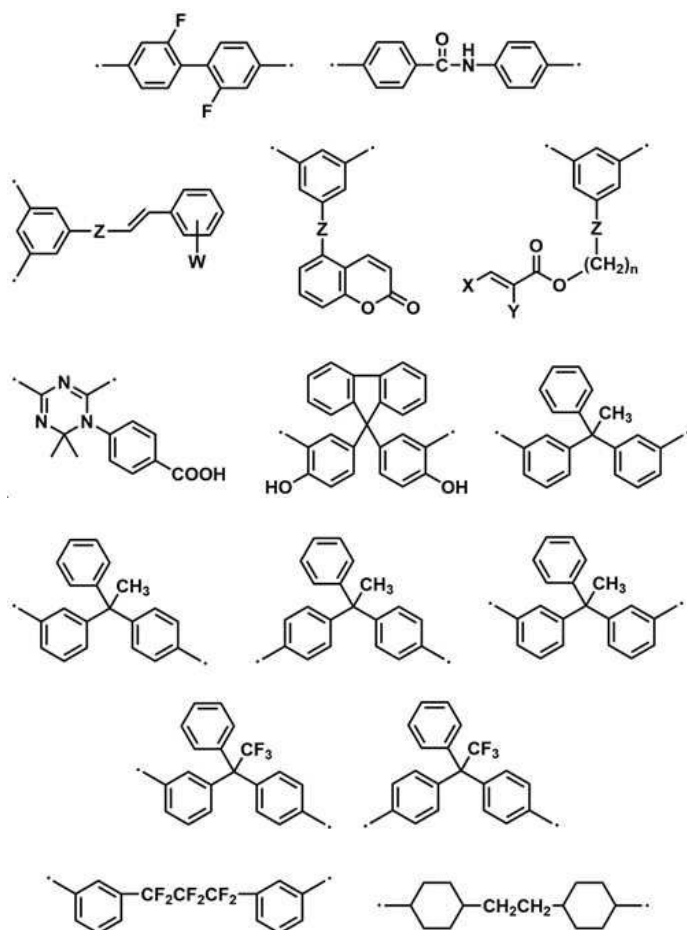


[0068]

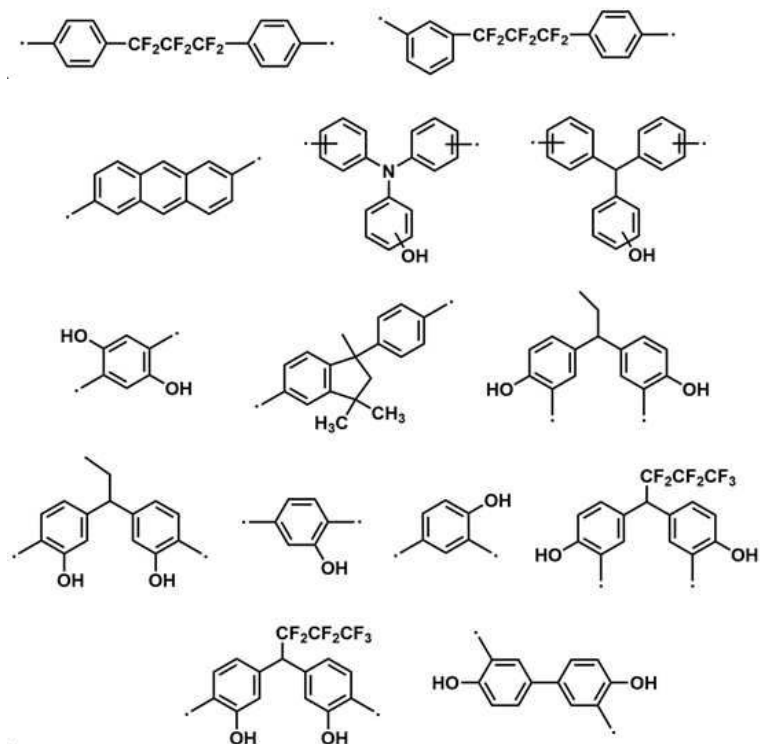
[0069]







[0076]



[0078]

[0079]

로 이루어지는 군에서 선택된다. 한편, 상기 x 는 $1 \leq x \leq 50$ 을 만족하는 정수이고, 상기 n 은 1 내지 20 범위의 자연수이며, W , X , Y 는 각각 탄소수 1 내지 30 사이의 알킬기 또는 아릴기이고, Z 는 에스테르기, 아미드기, 이미드기 및 에테르기로 이루어지는 군에서 선택된다.)

[0080]

예를 들면, 상기 증류수 100 중량부에 피로멜리틱 다이안하이드라이드 1 내지 10 중량부 및 상기 4,4'-옥시다이

아닐린 1 내지 10 중량부를 분산하게 되면 전방향족 폴리이미드 분말이 합성되며,

[0081] 상기 증류수 100 중량부에 1,2,4,5-싸이클로헥산테트라카복실릭 다이안하이드라이드 1 내지 10 중량부 및 4,4'-옥시다이아닐린 1 내지 10 중량부를 분산하게 되면 부분방향족 폴리이미드 분말이 합성된다.

[0082] 상기 이미드화 단계는 상기 분산 단계를 통해 제조된 혼합물을 압력조건하에서 가열하여 이미드화하는 단계로, 상기 분산 단계를 통해 제조된 혼합물이 투입된 압력반응기 내부를 질소가스로 치환한 상태에서 압력반응기 내부의 온도를 135 내지 250℃로 조절한 상태에서 2 내지 25 bar의 압력하에서 1 내지 12시간 반응시키는 과정으로 이루어지는데, 10 내지 20 bar의 압력조건과 180 내지 200℃의 온도에서 3 내지 9시간 동안 이루어지는 것이 가장 바람직하다.

[0084] 상기 건조 단계는 상기 이미드화 단계를 통해 제조된 폴리이미드 분말을 건조하는 단계로, 상기 이미드화 단계를 통해 제조된 폴리이미드 분말을 여과하여 회수한 후에 40 내지 100℃의 온도에서 10 내지 30시간 동안 건조하는 과정으로 이루어지는데, 60 내지 90℃의 온도에서 15 내지 25시간 동안 진행되는 것이 가장 바람직하다.

[0085] 상기의 과정으로 진행되는 건조 단계가 완료되면 폴리이미드 분말의 표면에 잔존하는 불순물 및 수분이 제거된다.

[0086] 또한, 상기의 건조단계를 통해 제조되는 폴리이미드 분말은 면 방향 장축 기준 평균 길이가 0.5 내지 20 마이크로미터이며, 면 방향 장축의 평균 길이와 두께의 비율이 30 내지 2 : 1을 나타내는 판상형으로 제조되는데, 상기 와 같은 면의 장축과 두께의 비율을 갖는 판상형으로 제조되는 폴리이미드 분말은 충격강도와 같은 기계적 물성이 우수할 뿐만 아니라, 압축성형 시 폴리이미드 분말 입자들 간의 쌓임이 효율적으로 발생하여 우수한 기계적 강도를 갖는 성형품을 제공하게 된다. 또한, 본 발명의 일 양태에서, 면방향 장축의 평균 길이가 0.5 내지 10 마이크로미터이며, 면 방향 장축의 평균 길이와 두께의 비율이 10 내지 2 : 1일 수 있다.

[0088] 이하에서는, 본 발명에 따른 판상형 폴리이미드 분말의 제조방법 및 그 제조방법을 통해 제조된 판상형 폴리이미드 분말의 물성을 실시예를 들어 설명하기로 한다.

[0090] <실시예 1> 전방향족 판상형 폴리이미드 분말의 제조

[0091] 증류수 300 mL를 압력반응기에 넣은 후 피로멜리틱 다이안하이드라이드 22.6 g과 4,4'-옥시다이아닐린 21.13 g을 투입하여 분산시키고, 압력반응기의 내부를 질소가스로 치환한 후, 압력반응기의 온도를 190℃로 상승시켜 18 bar의 압력 상태에서 500 rpm의 속도로 교반하면서 8시간 동안 반응시켜 폴리이미드 분말을 제조하고, 제조된 폴리이미드 분말을 여과하여 회수한 후에 60℃의 온도에서 24시간 동안 건조하여 전방향족 판상형 폴리이미드 분말을 제조하였다.

[0093] <실시예 2> 부분방향족 판상형 폴리이미드 분말의 제조

[0094] 증류수 300mL를 압력반응기에 넣은 후 1,2,4,5-싸이클로헥산테트라카복실릭 다이안하이드라이드 5.604 g과 4,4'-옥시다이아닐린 5.006 g을 투입하여 분산시키고, 압력반응기 내부를 질소가스로 치환한 후, 압력반응기의 온도를 190℃로 상승시켜 18 bar의 압력 상태에서 500 rpm의 속도로 교반하면서 8시간 동안 반응시켜 폴리이미드 분말을 제조하고, 제조된 폴리이미드 분말을 여과하여 회수한 후에 60℃의 온도에서 24시간 동안 건조하여 부분방향족 판상형 폴리이미드 분말을 제조하였다.

[0096] <비교예 1> 전방향족 폴리이미드 분말의 제조

[0097] 증류수 300 mL를 반응기에 넣은 후 피로멜리틱 다이안하이드라이드 22.6 g과 4,4'-옥시다이아닐린 21.13 g을 분산시키고, 반응기의 내부를 질소가스로 치환한 상태에서 반응기의 온도를 260℃로 상승시키고 500 rpm의 속도로 교반하면서 8시간 동안 반응시켜 폴리이미드 분말을 제조하고, 제조된 폴리이미드 분말을 여과하여 회수한 후에 60℃의 온도에서 24시간 동안 건조하여 전방향족 폴리이미드 분말을 제조하였다.

[0099] 상기 실시예 1을 통해 제조된 폴리이미드 분말을 주사전자현미경으로 촬영하여 아래 도 1에 나타내었다.

[0100] 아래 도 1에 나타난 것처럼, 본 발명의 실시예 1을 통해 제조된 폴리이미드 분말은 판상형을 나타내는 것을 알 수 있다.

[0102] 또한, 상기 실시예 1 내지 2 및 비교예 1을 통해 제조된 폴리이미드 분말을 적외선 흡수 스펙트럼을 적외선 분광광도계를 이용하여 측정한 결과를 아래 도 2에 나타내었다.

[0103] 아래 도 2에 나타난 것처럼, 상기 실시예 1을 통해 제조된 폴리이미드 분말은 1776 cm^{-1} 와 1724 cm^{-1} 에서 이미드

기의 C=O 흡수띠, 1378 cm^{-1} 에서 이미드기의 C-N 흡수띠가 관찰되었으며, 상기 실시예 2를 통해 1777 cm^{-1} 와 1701 cm^{-1} 에서 이미드기의 C=O 흡수띠, 1365 cm^{-1} 에서 이미드기의 C-N 흡수띠가 관찰되었다.

[0104] 또한, 비교예 1을 통해 제조된 폴리이미드 분말은 1776 cm^{-1} 와 1717 cm^{-1} 에서 이미드기의 C=O 흡수띠, 1367 cm^{-1} 에서 이미드기의 C-N 흡수띠가 관찰되어 이미드화가 진행된 것을 알 수 있다.

[0106] 또한, 상기 실시예 1 내지 2 및 비교예 1을 통해 제조된 폴리이미드 분말의 면 방향 장축의 평균 길이와, 면 방향 장축의 평균 길이와 평균 두께의 비율 및 충격강도를 아래 표 1에 나타내었다.

[0107] (단, 충격강도는 ASTM D256의 시험방법을 이용하여 측정하였다.)

표 1

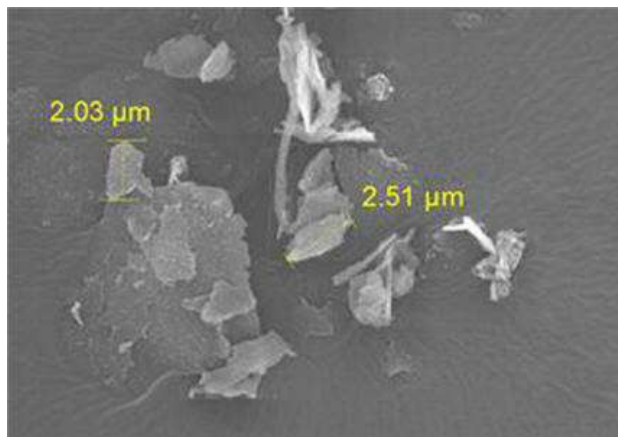
구분	실시예 1	실시예 2	비교예 1
면 방향 장축의 평균 길이(μm)	3.7	2.8	5.6
면 방향 장축의 평균 길이: 평균 두께 비율	10 : 1.3	10 : 1.6	10 : 7
충격강도(J/m)	70	61	34

[0111] 상기 표 1에 나타난 것처럼, 본 발명의 실시예 1 내지 2를 통해 제조된 폴리 이미드 분말은 면방향 장축의 평균 길이와 평균 두께 비율을 확인했을 때, 비교예 1을 통해 제조된 폴리이미드 분말에 비해 판상형으로 형성될 확률이 높고, 충격강도가 월등하게 향상되는 것을 알 수 있다.

[0113] 따라서, 본 발명에 따른 판상형 폴리이미드 분말의 제조방법은 충격강도와 같은 기계적 물성이 우수할 뿐만 아니라, 압축성형 시 입자들 간의 쌓임이 효율적으로 발생하여 우수한 기계적 강도를 갖는 성형품을 제공하는 판상형 폴리이미드 분말을 제공한다.

도면

도면1



도면2

