



등록특허 10-2878713



(19) 대한민국 지식재산처(KR)

(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2025년10월30일

(11) 등록번호 10-2878713

(24) 등록일자 2025년10월27일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

C10L 1/12 (2006.01) C10L 1/04 (2006.01)

C10L 10/00 (2006.01)

(52) CPC특허분류

C10L 1/1291 (2013.01)

C10L 1/04 (2013.01)

(21) 출원번호 10-2025-0012668

(22) 출원일자 2025년01월31일

심사청구일자 2025년01월31일

(56) 선행기술조사문헌

KR1020120102381 A*

*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자

국립한밭대학교 산학협력단

대전광역시 유성구 동서대로 125 (덕명동)

(72) 발명자

윤창민

대전광역시 유성구 동서대로179번길 62-12, 301호

제갈석

대전광역시 유성구 온천북로 51, 801호

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

특허법인플러스

전체 청구항 수 : 총 17 항

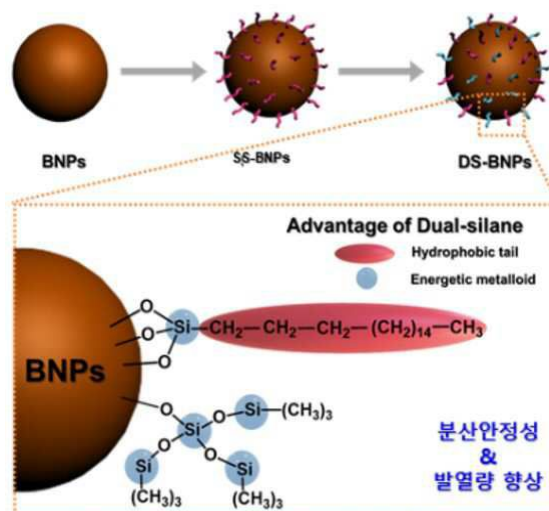
심사관 : 조민환

(54) 발명의 명칭 극초음속 추진체 연료용 고기능성 연료첨가제 및 이의 제조방법

(57) 요약

본 발명은 극초음속 추진체 연료용 고기능성 연료첨가제 및 이의 제조방법에 관한 것이다. 구체적으로, 금속나노입자의 표면을 두 개 이상의 각각 다른 기능(소수성, 고에너지성)을 가지는 실란커플링제로 표면개질하여 연료첨가제를 제조한 것으로, 상기 제조된 연료첨가제는 극초음속 추진체 연료 내에서 분산안정성이 우수할 뿐만 아니라 연료의 발열성능, 연료효율을 개선시키는 효과를 제공한다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

C10L 1/1208 (2013.01)

C10L 10/00 (2020.05)

C10L 2230/22 (2013.01)

Y02T 50/60 (2020.08)

(72) 발명자

김지원

대전광역시 서구 문정로 131, 1-707

사민기

대전광역시 서구 대덕대로 18

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 915066201

과제번호 915066201

부처명 방위사업청

과제관리(전문)기관명 국방과학연구소

연구사업명 미래도전국방기술 연구개발사업

연구과제명 재생냉각 및 연소성능 향상을 위한 극초음속 비행체용 고기능성 나노흡열연료 개발

과제수행기관명 세종대학교

연구기간 2022.11.25 ~ 2025.10.31

공지예외적용 : 있음

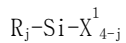
명세서

청구범위

청구항 1

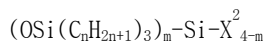
금속나노입자에 하기 화학식 1 및 화학식 2로 표시되는 실란커플링제로 표면이 개질된 실란 캡핑 금속나노입자를 포함하는 연료첨가제.

[화학식 1]



상기 화학식 1에서, j는 1 내지 3의 정수이며 R은 C₁~C₂₀의 알킬기, X¹는 알콕시기, 할로젠기 및 수소로 이루어진 군에서 선택되는 것이다.

[화학식 2]



상기 화학식 2에서, n은 1 내지 2의 정수이며 m은 1 내지 3의 정수, X²는 알콕시기, 할로젠기 및 수소로 이루어진 군에서 선택되는 것이다.

청구항 2

제 1항에 있어서,

상기 금속나노입자는 평균입경이 10 내지 500 nm인 것인 연료첨가제.

청구항 3

제 1항에 있어서,

상기 금속나노입자는 붕소(B), 마그네슘(Mg), 알루미늄(Al), 티타늄(Ti)로 이루어진 군에서 선택되는 어느 하나 또는 둘 이상의 혼합물인 것인 연료첨가제.

청구항 4

제 1항에 있어서,

상기 연료첨가제는 규소(Si) 원소를 5 wt% 이상 포함하는 것인 연료첨가제.

청구항 5

제 1항에 있어서,

상기 연료첨가제는 열중량분석(TGA)에 의해 측정된 중량손실이 400 내지 800 °C 범위에서 20% 이상 발생하는 것인 연료첨가제.

청구항 6

제 1항에 있어서,

상기 연료첨가제는 시차주사열량분석(DSC)에 의해 측정된, 저온발열피크 200 내지 600 °C, 고온발열피크는 700 내지 1000 °C에서 나타나는 것인 연료첨가제.

청구항 7

제 1항 내지 제 6항에서 선택되는 어느 한 항의 연료첨가제; 및

고에너지 밀도(High energy density; HED) 연료;를 포함하는 극초음속 추진체 연료 조성물.

청구항 8

제 7항에 있어서,

상기 고에너지 밀도 연료는 엑소-테트라하이드로디시클로펜타디엔(exo-Tetrahydrodicyclopentadiene; exo-THDCPD)인 것인 극초음속 추진체 연료 조성물.

청구항 9

제 7항에 있어서,

상기 극초음속 추진체 연료조성물은 상기 연료첨가제를 0.1 내지 20 wt%로 포함하는 것인 극초음속 추진체 연료 조성물.

청구항 10

제 7항에 있어서,

상기 극초음속 추진체 연료 조성물은 상온(20 ± 5 °C)에서 50 일 동안 방치된 후 측정된, 하기 [계산식 1]로 표시되는 침전율(Sedimentation ratio) R 값이 0.60 이상인 것인 극초음속 추진체 연료 조성물.

[계산식 1]

$$R = \frac{y}{x+y}$$

상기 식 1에서, x는 상기 극초음속 추진체 연료 조성물에서 연료첨가제가 침전되어 연료만 남은 상등액의 부피이고, y는 연료첨가제가 연료에 분산되어있는 하층부 물질의 부피이다.

청구항 11

제 7항에 있어서,

상기 극초음속 추진체 연료 조성물의 발열량은 10,000 kcal/kg 이상인 것인 극초음속 추진체 연료 조성물.

청구항 12

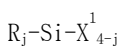
제 7항에 있어서,

상기 극초음속 추진체 연료 조성물의 액적 연소속도는 1500 ms 이하인 것인 극초음속 추진체 연료 조성물.

청구항 13

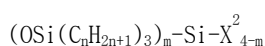
하기 화학식 1 및 화학식 2로 표시되는 실란커플링제와 금속나노입자를 반응시켜 표면이 개질된 실란 캡핑 금속 나노입자를 제조하는 S1 단계;를 포함하는 연료첨가제 제조방법.

[화학식 1]



상기 화학식 1에서, j는 1 내지 3의 정수이며 R은 $C_1 \sim C_{20}$ 의 알킬기, X^1 는 알콕시기, 할로젠기 및 수소로 이루어진 군에서 선택되는 것이다.

[화학식 2]



상기 화학식 2에서, n은 1 내지 2의 정수이며 m은 1 내지 3의 정수, X^2 는 알콕시기, 할로젠기 및 수소로 이루어진 군에서 선택되는 것이다.

청구항 14

제 13항에 있어서,

상기 화학식 1 및 화학식 2의 실란커플링제는 3 내지 7 : 7 내지 3의 부피비로 포함하여 금속나노입자의 표면을 개질시키는 것인 연료첨가제 제조방법.

청구항 15

제 13항에 있어서,

상기 S1 단계는 상기 화학식 1의 실란커플링제를 포함하는 제 1용액 및 화학식 2의 실란커플링제를 포함하는 제 2용액을 모두 포함하는 혼합물에 금속나노입자를 반응시키는 것인 연료첨가제 제조방법.

청구항 16

제 13항에 있어서,

상기 S1 단계는 상기 화학식 1의 실란커플링제를 포함하는 제 1용액에 금속나노입자를 반응시킨 후에, 상기 화학식 2의 실란커플링제를 포함하는 제 2용액을 첨가하여 추가로 반응시키는 것인 연료첨가제 제조방법.

청구항 17

제 13항에 있어서,

상기 S1 단계는 상기 화학식 2의 실란커플링제를 포함하는 제 2용액에 금속나노입자를 반응시킨 후에, 상기 화학식 1의 실란커플링제를 포함하는 제 1용액을 첨가하여 추가로 반응시키는 것인 연료첨가제 제조방법.

발명의 설명**기술 분야**

[0001] 본 발명은 극초음속 추진체 연료용 고기능성 연료첨가제 및 이의 제조방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 붕소 기반 나노입자는 높은 열량과 에너지 밀도로 인해 추진 기관 연료의 나노첨가제로 활발히 연구되고 있다. 특히, 붕소는 다른 금속 기반 나노입자보다 높은 중량 대비 열량을 가지며, 이로 인해 연료의 연소 효율을 높이고 점화 지연을 줄이는 데 유리하다. 그러나 붕소 입자의 표면 산화층은 점화와 연소 과정에서 장애 요소로 작용하며, 입자 응집으로 인해 분산 안정성이 저하되는 문제가 있다. 이를 해결하기 위해 나노입자 표면의 화학적 개질 기술이 개발되고 있다. 기존에는 단일 실란커플링제를 이용하여 붕소 입자의 표면을 개질하는 방법이 주로 사용되었으며, 이는 표면 산화층을 억제하고 연료와의 상호작용을 개선하는 데 일정 부분 효과가 있었다. 그러나 이러한 방법은 분산 안정성과 연소 효율의 동시 최적화에 한계가 있어, 복합적인 화학적 개질 기술에 대한 연구가 지속적으로 진행 중이다. 최근에는 다양한 실란커플링제를 조합하거나, 나노입자의 구조적 변화를 유도하는 기술이 연구되고 있으며, 이를 통해 연료의 열역학적 성능을 강화하고 잔여물 생성을 줄이는 방향으로 발전하고 있다.

선행기술문헌**특허문헌**

[0003] (특허문헌 0001) 한국 공개특허공보 제 1010-2022-0014240호 (2022.02.04)

발명의 내용**해결하려는 과제**

[0004] 본 발명은 두 가지 이상의 실란커플링제로 표면이 개질된 금속나노입자를 포함하여, 극초음속 추진체 연료에서

분산성이 우수하며 연료의 발열량을 향상시키는 연료첨가제 및 이의 제조방법을 제공하는 것을 목적으로 한다.

[0005] 또한 상기 연료첨가제를 포함하는 극초음속 추진체 연료 조성물을 제공하고자 한다.

과제의 해결 수단

[0006] 본 발명은 금속나노입자에 하기 화학식 1 및 화학식 2로 표시되는 실란커플링제로 표면이 개질된 실란 캡핑 금속나노입자를 포함하는 연료첨가제를 제공한다.

[0007] [화학식 1]

[0008] $R_j-Si-X_{4-j}^1$

[0009] 상기 화학식 1에서, j는 1 내지 3의 정수이며 R은 $C_1\sim C_{20}$ 의 알킬기, X^1 는 알콕시기, 할로젠기 및 수소로 이루어진 군에서 선택되는 것이다.

[0010] [화학식 2]

[0011] $(OSi(C_nH_{2n+1})_3)_m-Si-X_{4-m}^2$

[0012] 상기 화학식 2에서, n은 1 내지 2의 정수이며 m은 1 내지 3의 정수, X^2 는 알콕시기, 할로젠기 및 수소로 이루어진 군에서 선택되는 것이다.

[0013] 일 양태로, 상기 금속나노입자는 평균입경이 10 내지 500 nm인 것일 수 있다.

[0014] 일 양태로, 상기 금속나노입자는 붕소(B), 마그네슘(Mg), 알루미늄(Al), 티타늄(Ti)로 이루어진 군에서 선택되는 어느 하나 또는 둘 이상의 혼합물인 것일 수 있다.

[0015] 일 양태로, 상기 연료첨가제는 규소(Si) 원소를 5 wt% 이상 포함하는 것일 수 있다.

[0016] 일 양태로, 상기 연료첨가제는 열중량분석(TGA)에 의해 측정된 중량손실이 400 내지 800 °C 범위에서 20% 이상 발생하는 것일 수 있다.

[0017] 일 양태로, 상기 연료첨가제는 시차주사열량분석(DSC)에 의해 측정된, 저온발열피크 200 내지 600 °C, 고온발열피크는 700 내지 1000 °C에서 나타나는 것일 수 있다.

[0018] 본 발명의 또 다른 양태는 상기 연료첨가제; 및

[0019] 고에너지 밀도(High energy density; HED) 연료;를 포함하는 극초음속 추진체 연료 조성물을 제공한다.

[0020] 일 양태로, 상기 고에너지 밀도 연료는 엑소-테트라하이드로디시클로펜타디엔(exo-Tetrahydrodicyclopentadiene; exo-THDCPD)인 것일 수 있다.

[0021] 일 양태로, 상기 극초음속 추진체 연료조성물은 상기 연료첨가제를 0.1 내지 20 wt%로 포함하는 것일 수 있다.

[0022] 일 양태로, 상기 극초음속 추진체 연료 조성물은 상온(20±5 °C)에서 50 일 동안 방치된 후 측정된, 하기 [계산식 1]로 표시되는 침전율(Sedimentation ratio) R 값이 0.60 이상인 것일 수 있다.

[0023] [계산식 1]

[0024]
$$R = \frac{y}{x+y}$$

[0025] 상기 식 1에서, x는 상기 극초음속 추진체 연료 조성물에서 연료첨가제가 침전되어 연료만 남은 상등액의 부피이고, y는 연료첨가제가 연료에 분산되어있는 하층부 물질의 부피이다.

[0026] 일 양태로, 상기 극초음속 추진체 연료 조성물의 발열량은 10,000 kcal/kg 이상인 것일 수 있다.

[0027] 일 양태로, 상기 극초음속 추진체 연료 조성물의 액적 연소속도는 1500 ms 이하인 것일 수 있다.

[0028] 본 발명의 또 다른 양태는, 하기 화학식 1 및 화학식 2로 표시되는 실란커플링제와 금속나노입자를 반응시켜 표면이 개질된 실란 캡핑 금속나노입자를 제조하는 S1 단계;를 포함하는 연료첨가제 제조방법을 제공한다.

- [0029] [화학식 1]
- [0030] $R_j-Si-X_{4-j}^1$
- [0031] 상기 화학식 1에서, j는 1 내지 3의 정수이며 R은 $C_1 \sim C_{20}$ 의 알킬기, X^1 는 알콕시기, 할로젠기 및 수소로 이루어진 군에서 선택되는 것이다.
- [0032] [화학식 2]
- [0033] $(OSi(C_nH_{2n+1})_3)_m-Si-X_{4-m}^2$
- [0034] 상기 화학식 2에서, n은 1 내지 2의 정수이며 m은 1 내지 3의 정수, X^2 는 알콕시기, 할로젠기 및 수소로 이루어진 군에서 선택되는 것이다.
- [0035] 일 양태로, 상기 화학식 1 및 화학식 2의 실란커플링제는 3 내지 7 : 7 내지 3의 부피비로 포함하여 금속나노입자의 표면을 개질시키는 것일 수 있다.
- [0036] 일 양태로, 상기 S1 단계는 상기 화학식 1의 실란커플링제를 포함하는 제 1용액 및 화학식 2의 실란커플링제를 포함하는 제 2용액을 모두 포함하는 혼합물에 금속나노입자를 반응시키는 것일 수 있다.
- [0037] 일 양태로, 상기 S1 단계는 상기 화학식 2의 실란커플링제를 포함하는 제 2용액에 금속나노입자를 반응시킨 후에, 상기 화학식 1의 실란커플링제를 포함하는 제 1용액을 첨가하여 추가로 반응시키는 것일 수 있다.

발명의 효과

- [0038] 본 발명의 일 양태에 연료첨가제는 소수성 및 고발열성의 실란커플링제 등으로 금속나노입자의 표면을 개질한 것으로서, 극초음속 추진체 연료에서 우수한 분산성을 가져 연료의 연소효율 및 연료안정성을 향상시킬 뿐만 아니라, 연료의 에너지 효율성을 증대시켜 극초음속 추진체의 추진효율이 향상될 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0039] 도 1은 본 발명의 일 양태에 따른 연료첨가제의 개략도를 나타낸 것이다.
- 도 2는 본 발명의 일 양태에 따른 금속나노입자의 원소분포를 X-ray 광전자 분광법으로 측정한 것을 나타낸 것이다.
- 도 3은 본 발명의 일 양태에 따른 연료첨가제의 열분석 데이터를 나타낸 것이다.(TGA data)
- 도 4는 본 발명의 일 양태에 따른 연료첨가제의 열분석 데이터를 나타낸 것이다.(DTG data)
- 도 5은 본 발명의 일 양태에 따른 연료첨가제의 열분석 데이터를 나타낸 것이다.(DSC data)
- 도 6은 본 발명의 일 양태에 따른 제조예 1, 2, 3의 연료첨가제를 에너지 분산 분광기(EDS)로 원소 맵핑한 것을 나타낸 것이다.
- 도 7은 본 발명의 일 양태에 따른 비교 제조예 1, 2, 3의 연료첨가제를 에너지 분산 분광기(EDS)로 원소 맵핑한 것을 나타낸 것이다.
- 도 8은 본 발명의 일 양태에 따른 비교예 및 실시예의 시간에 따른 침전율을 나타낸 것이다.
- 도 9는 본 발명의 일 양태에 따른 비교예 2 및 실시예 2의 액적 연소시간을 초고속 카메라로 촬영하여 측정한 것을 나타낸 것이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0040] 이하 본 발명을 더욱 상세히 설명한다. 다만 하기 구체예 또는 실시예는 본 발명을 상세히 설명하기 위한 하나의 참조일 뿐 본 발명이 이에 한정되는 것은 아니며, 여러 형태로 구현될 수 있다.
- [0041] 또한 달리 정의되지 않는 한, 모든 기술적 용어 및 과학적 용어는 본 발명이 속하는 당업자 중 하나에 의해 일반적으로 이해되는 의미와 동일한 의미를 갖는다. 본 발명에서 설명에 사용되는 용어는 단지 특정 구체예를 효

과적으로 기술하기 위함이고 본 발명을 제한하는 것으로 의도되지 않는다.

- [0042] 또한 명세서 및 첨부된 특허청구범위에서 사용되는 단수 형태는 문맥에서 특별한 지시가 없는 한 복수 형태도 포함하는 것으로 의도할 수 있다.
- [0043] 또한 어떤 부분이 어떤 구성요소를 "포함"한다고 할 때, 이는 특별히 반대되는 기재가 없는 한 다른 구성요소를 제외하는 것이 아니라 다른 구성요소를 더 포함할 수 있는 것을 의미한다.
- [0044] 또한 본 발명에서 특별한 정의가 없는 한, 어떤 층 또는 부재가 다른 층 또는 부재와 "상에" 위치하고 있다고 할 때, 이는 어떤 층 또는 부재가 다른 층 또는 부재에 접해 있는 경우뿐 아니라 두 층 또는 두 부재 사이에 또 다른 층 또는 또 다른 부재가 존재하는 경우도 포함한다.
- [0045] 또한 본 명세서에서 사용되는 용어 "약", "실질적으로" 등은 언급된 의미에 고유한 제조 및 물질 허용오차가 제시될 때 그 수치에서 또는 그 수치에 근접한 의미로 사용되고, 본 발명의 이해를 돕기 위해 정확하거나 절대적인 수치가 언급된 개시 내용을 비양심적인 침해자가 부당하게 이용하는 것을 방지하기 위하여 사용된다.
- [0046] 또한 본 명세서에서 사용되는 용어 "실란 캡핑 금속나노입자"는 금속나노입자와 상기 금속나노입자 표면에 형성된 표면개질 층을 포함하는 것을 의미한다.
- [0047] 또한 본 명세서에서 사용되는 용어 "발열량"은 극초음속 추진체 연료가 연소할 때 방출되는 열에너지의 양을 의미하며, 단위 중량(1 kg)의 연소로 생성되는 열량을 kcal로 표시한 값이다. 이때, 연소 과정에서 생성된 가스 중 수증기는 응축되어 액체로 변하면서 응축열을 방출하게 된다. 본 명세서에서의 "발열량"은 상기 연료의 연소로 방출된 열량과 수증기의 응축열을 포함하여 계산된 값이며, 이는 고위발열량 또는 총 발열량을 의미한다.
- [0048] 이하 본 발명에 대하여 설명한다.
- [0049] 금속나노입자에 하기 화학식 1 및 화학식 2로 표시되는 실란 커플링제로 표면이 개질된 실란 캡핑 금속나노입자를 포함하는 연료첨가제를 제공한다.
- [0050] [화학식 1]
- [0051] $R_j-Si-X_{4-j}^1$
- [0052] 상기 화학식 1에서, j는 1 내지 3의 정수이며 R은 $C_1\sim C_{20}$ 의 알킬기, X^1 는 알콕시기, 할로젠기 및 수소로 이루어진 군에서 선택되는 것이다.
- [0053] [화학식 2]
- [0054] $(OSi(C_nH_{2n+1})_3)_m-Si-X_{4-m}^2$
- [0055] 상기 화학식 2에서, n은 1 내지 2의 정수이며 m은 1 내지 3의 정수, X^2 는 알콕시기, 할로젠기 및 수소로 이루어진 군에서 선택되는 것이다.
- [0056] 일 양태로, 상기 화학식 1 및 화학식 2에서 X^1 및 X^2 의 알콕시기는 메톡시기, 에톡시기, 프로폭시기인 것일 수 있으나, 이에 제한되지 않으며 실란커플링제의 가수분해 및 축합반응의 반응성 및 표면개질 특성 등을 고려하여 알콕시기, 할로젠기 및 수소 중에서 선택될 수 있는 것일 수 있다.
- [0057] 일 양태로, 상기 화학식 1에서, j는 1 내지 3, 2 내지 3의 정수이며 R은 $C_1\sim C_{20}$, $C_5\sim C_{19}$, $C_{10}\sim C_{18}$ 의 알킬기, X^1 는 알콕시기, 할로젠기 및 수소로 이루어진 군에서 선택되는 것일 수 있다.
- [0058] 상기 화학식 1로 표시되는 실란커플링제는 예를 들면, 메틸트리메톡시실란, 디메틸디메톡시실란, 트리메틸메톡시실란, 메틸트리에톡시실란, 디메틸디에톡시실란, 트리메틸에톡시실란, 메틸트리프로폭시실란, 디메틸디프로폭시실란, 트리메틸프로폭시실란, 메틸트리부톡시실란, 디메틸디부톡시실란, 트리메틸부톡시실란, 메틸트리플루오로실란, 디메틸디플루오로실란, 트리메틸플루오로실란, 메틸트리클로로실란, 디메틸디클로로실란, 트리메틸클로로실란, 메틸트리브로모실란, 디메틸디브로모실란, 트리메틸브로모실란, 메틸트리아이오도실란, 디메틸디아아이오도실란, 트리메틸아이오도실란, 에틸트리메톡시실란, 디에틸디메톡시실란, 트리에틸메톡시실란, 에틸트리에톡시실란, 디에틸디에톡시실란, 트리에틸에톡시실란, 에틸트리프로폭시실란, 디에틸디프로폭시실란, 트리에틸프로폭

시실란, 에틸트리부톡시실란, 디에틸디부톡시실란, 트리에틸부톡시실란, 에틸트리플루오로실란, 디에틸디플루오로실란, 트리에틸플루오로실란, 에틸트리클로로실란, 디에틸디클로로실란, 트리에틸클로로실란, 에틸트리브로모실란, 디에틸디브로모실란, 트리에틸브로모실란, 에틸트리아이오도실란, 디에틸다이오도실란, 트리에틸아이오도실란, 프로필트리메톡시실란, 디프로필디메톡시실란, 트리프로필메톡시실란, 프로필트리에톡시실란, 디프로필디에톡시실란, 트리프로필에톡시실란, 프로필트리프로폭시실란, 디프로필디프로폭시실란, 트리프로필프로폭시실란, 프로필트리부톡시실란, 디프로필디부톡시실란, 트리프로필부톡시실란, 프로필트리플루오로실란, 디프로필디플루오로실란, 트리프로필플루오로실란, 프로필트리클로로실란, 디프로필디클로로실란, 트리프로필클로로실란, 프로필트리브로모실란, 디프로필디브로모실란, 트리프로필브로모실란, 프로필트리아이오도실란, 디프로필다이오도실란, 트리포필아이오도실란, 부틸트리메톡시실란, 디부틸디메톡시실란, 트리부틸메톡시실란, 부틸트리에톡시실란, 디부틸디에톡시실란, 트리부틸에톡시실란, 부틸트리프로폭시실란, 디부틸디프로폭시실란, 트리부틸프로폭시실란, 부틸트리부톡시실란, 디부틸디부톡시실란, 트리부틸부톡시실란, 부틸트리플루오로실란, 디부틸디플루오로실란, 트리부틸플루오로실란, 부틸트리클로로실란, 디부틸디클로로실란, 트리부틸클로로실란, 부틸트리브로모실란, 디부틸디브로모실란, 트리부틸브로모실란, 부틸트리아이오도실란, 디부틸다이오도실란, 트리부틸아이오도실란, 헥실트리메톡시실란, 디헥실디메톡시실란, 트리헥실메톡시실란, 헥실트리에톡시실란, 디헥실디에톡시실란, 트리헥실에톡시실란, 헥실트리프로폭시실란, 디헥실디프로폭시실란, 트리헥실프로폭시실란, 헥실트리부톡시실란, 디헥실디부톡시실란, 트리헥실부톡시실란, 헥실트리플루오로실란, 디헥실디플루오로실란, 트리헥실플루오로실란, 헥실트리클로로실란, 디헥실디클로로실란, 트리헥실클로로실란, 헥실트리브로모실란, 디헥실디브로모실란, 트리헥실브로모실란, 헥실트리아이오도실란, 디헥실다이오도실란, 트리헥실아이오도실란, 옥틸트리메톡시실란, 디옥틸디메톡시실란, 트리옥틸메톡시실란, 옥틸트리에톡시실란, 디옥틸디에톡시실란, 트리옥틸에톡시실란, 옥틸트리프로폭시실란, 디옥틸디프로폭시실란, 트리옥틸프로폭시실란, 옥틸트리부톡시실란, 디옥틸디부톡시실란, 트리옥틸부톡시실란, 옥틸트리플루오로실란, 디옥틸디플루오로실란, 트리옥틸플루오로실란, 옥틸트리클로로실란, 디옥틸디클로로실란, 트리옥틸클로로실란, 옥틸트리브로모실란, 디옥틸디브로모실란, 트리옥틸브로모실란, 옥틸트리아이오도실란, 디옥틸다이오도실란, 트리옥틸아이오도실란, 데실트리메톡시실란, 디데실디메톡시실란, 트리데실메톡시실란, 데실트리에톡시실란, 디데실디에톡시실란, 트리데실에톡시실란, 데실트리프로폭시실란, 디데실디프로폭시실란, 트리데실프로폭시실란, 데실트리부톡시실란, 디데실디부톡시실란, 트리데실부톡시실란, 데실트리플루오로실란, 디데실디플루오로실란, 트리데실플루오로실란, 데실트리클로로실란, 디데실디클로로실란, 트리데실클로로실란, 데실트리브로모실란, 디데실디브로모실란, 트리데실브로모실란, 데실트리아이오도실란, 디데실다이오도실란, 트리데실아이오도실란, 도데실트리메톡시실란, 디도데실디메톡시실란, 트리도데실메톡시실란, 도데실트리에톡시실란, 디도데실디에톡시실란, 트리도데실에톡시실란, 도데실트리프로폭시실란, 디도데실디프로폭시실란, 트리도데실프로폭시실란, 도데실트리부톡시실란, 디도데실디부톡시실란, 트리도데실부톡시실란, 도데실트리플루오로실란, 디도데실디플루오로실란, 트리도데실플루오로실란, 도데실트리클로로실란, 디도데실디클로로실란, 트리도데실클로로실란, 도데실트리브로모실란, 디도데실디브로모실란, 트리도데실브로모실란, 도데실트리아이오도실란, 디도데실다이오도실란, 트리도데실아이오도실란, 헥사데실트리메톡시실란, 디헥사데실디메톡시실란, 트리헥사데실메톡시실란, 헥사데실트리에톡시실란, 디헥사데실디에톡시실란, 트리헥사데실에톡시실란, 헥사데실트리프로폭시실란, 디헥사데실디프로폭시실란, 트리헥사데실프로폭시실란, 헥사데실트리부톡시실란, 디헥사데실디부톡시실란, 트리헥사데실부톡시실란, 헥사데실트리플루오로실란, 디헥사데실디플루오로실란, 트리헥사데실플루오로실란, 헥사데실트리클로로실란, 디헥사데실디클로로실란, 트리헥사데실클로로실란, 헥사데실트리브로모실란, 디헥사데실디브로모실란, 트리헥사데실브로모실란, 헥사데실트리아이오도실란, 디헥사데실다이오도실란, 트리헥사데실아이오도실란, 옥타데실트리메톡시실란, 디옥타데실디메톡시실란, 트리옥타데실메톡시실란, 옥타데실트리에톡시실란, 디옥타데실디에톡시실란, 트리옥타데실에톡시실란, 옥타데실트리프로폭시실란, 디옥타데실디프로폭시실란, 트리옥타데실프로폭시실란, 옥타데실트리부톡시실란, 디옥타데실디부톡시실란, 트리옥타데실부톡시실란, 옥타데실트리플루오로실란, 디옥타데실디플루오로실란, 트리옥타데실플루오로실란, 옥타데실트리클로로실란, 디옥타데실디클로로실란, 트리옥타데실클로로실란, 옥타데실트리브로모실란, 디옥타데실디브로모실란, 트리옥타데실브로모실란, 옥타데실트리아이오도실란, 디옥타데실다이오도실란, 및 트리옥타데실아이오도실란 등으로 이루어진 군에서 선택되는 어느 하나 또는 둘 이상의 혼합물인 것일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0059] 일 양태로, 상기 화학식 1에서, j는 3, R은 C₁₀-C₁₈의 알킬기인 것이 본 발명의 목적을 더 잘 달성할 수 있어 선호된다. 또한, X¹은 염소(Cl)인 것이 실란커플링제의 가수분해 및 축합반응이 더 잘 일어날 수 있어 선호될 수 있다. 예를 들면, 옥타데실트리메톡시실란, 옥타데실트리에톡시실란, 옥타데실트리클로로실란, 헥사데실트리메

톡시실란, 헥사테실트리에톡시실란, 헥사테실트리클로로실란 등일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

- [0060] 일 양태로, 상기 화학식 2에서, n 은 1 내지 2의 정수이며 m 은 1 내지 3, 2 내지 3의 정수, X^2 는 알콕시기, 할로젠기 및 수소로 이루어진 군에서 선택되는 것일 수 있다. 또한, 상기 화학식 2로 표시되는 실란커플링제는, m 의 값이 큰 실란커플링제를 사용하는 것이 발열량이 우수한 연료첨가제를 제조할 수 있어 본 발명의 목적을 더 잘 달성할 수 있다.
- [0061] 상기 화학식 2로 표시되는 실란커플링제는 예를 들면, 트리스(트리메틸실록시)실란, 트리스(트리에틸실록시)실란, 트리스(트리메틸실록시)플루오로실란, 트리스(트리에틸실록시)플루오로실란, 트리스(트리메틸실록시)브로모실란, 트리스(트리에틸실록시)브로모실란, 트리스(트리메틸실록시)아이오도실란, 트리스(트리에틸실록시)아이오도실란, 트리스(트리메틸실록시)메톡시실란, 트리스(트리에틸실록시)메톡시실란, 트리스(트리메틸실록시)에톡시실란, 트리스(트리에틸실록시)에톡시실란 등으로 이루어진 군에서 선택되는 어느 하나 또는 둘 이상의 혼합물인 것일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0062] 일 양태로, 상기 금속나노입자는 평균입경이 10 내지 500 nm, 30 내지 300 nm, 50 내지 100 nm인 것일 수 있다. 상기 평균입경 범위의 금속나노입자로 제조되는 연료첨가제가 우수한 연소효율을 가질 수 있어 선호되나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0063] 일 양태로, 상기 금속나노입자는 붕소(B), 마그네슘(Mg), 알루미늄(Al), 티타늄(Ti) 등으로 이루어진 군에서 선택되는 어느 하나 또는 둘 이상의 혼합물인 것일 수 있다. 상기 금속나노입자는 높은 발열량을 가지고 있어 연료첨가제로 활용 시 연소 성능이 향상될 수 있어 선호되나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0064] 상기 금속나노입자는 자연적으로 산화되어 형성된 산화막이 표면에 형성되어 있으며, 이로 인해 상기 실란커플링제의 실란기와 가수분해 및 축합반응으로 금속나노입자 표면에 화학적으로 도입될 수 있는 것일 수 있다. X-ray 광전자 분광법으로 보른 금속나노입자의 Depth profile을 나타낸 도 2를 참조하면, 약 7 nm 정도로 금속나노입자 표면에 자연적으로 형성된 산화막이 존재함을 확인하였으며, 이에 실란커플링제를 도입하였다.
- [0065] 일 양태로, 상기 연료첨가제는 투과전자현미경(Transmission electron microscope; TEM)의 에너지 분산 분광기(Energy dispersive spectrometer; EDS)로 측정된 규소(Si) 원소를 5 내지 30 wt%, 8 내지 20 wt%, 10 내지 15 wt% 포함하는 것일 수 있다. 상기 범위의 규소 원소를 포함하는 연료첨가제가 우수한 발열량을 가질 수 있어 선호되나, 이에 제한되지 않는다.
- [0066] 일 양태로, 상기 연료첨가제는 열중량분석(Thermogravimetric analyzers; TGA)에 의해 측정된 중량손실이 400 내지 800 °C 범위에서 20 내지 80%, 30 내지 75% 발생하는 것일 수 있다. 상기 중량손실은, 금속나노입자 표면에 형성된 실란커플링제 유래 표면개질 층의 유기성분이 분해되어 나타나는 것일 수 있다. 또한, 상기 연료첨가제는 약 800 내지 900 °C 구간에서는 금속나노입자의 산화반응이 발생하여 금속산화물이 형성되면서 중량이 증가하는 것일 수 있다. 금속나노입자 표면에 형성된 실란커플링제 유래 표면개질 층은 금속나노입자의 초기산화물을 억제하여 연료첨가제의 불완전 연소를 방지할 수 있으며, 고온에서 산화반응을 일어나도록 제어함으로써 안정적으로 연소되면서 최대 에너지밀도를 확보할 수 있는 것일 수 있다.
- [0067] 일 양태로, 상기 연료첨가제는 시차주사열량분석(Differential scanning calorimetry; DSC)에 의해 측정된, 저온발열피크는 200 내지 600 °C, 200 내지 400 °C, 200 내지 300 °C에서 나타날 수 있으며, 고온발열피크는 700 내지 1000 °C, 750 내지 980 °C, 800 내지 900 °C에서 나타나는 것일 수 있다. 상기 저온발열피크는 금속나노입자 표면에 형성된 실란커플링제 유래 표면개질 층의 유기성분의 분해에 의해 나타나는 것일 수 있으며, 고온발열피크는 금속나노입자의 산화반응에 기인하는 것일 수 있다. 특히, 상기 온도범위에서 고온발열피크가 발생하는 연료첨가제가 연료에 혼합되어 우수한 에너지 방출량을 가질 수 있으며 연료안정성을 향상시킬 수 있어 선호되나, 이에 제한되지 않는다.
- [0068] 본 발명의 또 다른 양태는 상기 연료첨가제; 및
- [0069] 고에너지 밀도(High energy density; HED) 연료;를 포함하는 극초음속 추진체 연료 조성물을 제공한다.
- [0070] 일 양태로, 상기 고에너지 밀도 연료는 엑소-테트라하이드로디시클로펜타디엔(exo-Tetrahydrodicyclopentadiene; exo-THDCPD), 등유(Kerosene), 데칼린(Decalin) 및 n-데케인(n-Decane) 기반의 연료 등으로 이루어진 군에서 선택되는 어느 하나 또는 둘 이상의 혼합물인 것일 수 있으며, 극초음속 추진체의 연료로서 액체탄화수소 기반의 연료라면 이를 제한하지 않는다.

- [0071] 일 양태로, 상기 고에너지 밀도 연료는 테트라하이드로디시클로펜타디엔(Tetrahydrodicyclopentadiene; exo-THDCPD)인 것이 극초음속 추진체의 연료로서 액체탄화수소 기반의 연료라면 이를 제한하지 않는다.
- [0072] 일 양태로, 상기 극초음속 추진체 연료조성물은 상기 연료첨가제를 0.1 내지 20.0 wt%, 0.5 내지 10.0 wt%, 1.0 내지 5.0 wt%, 로 포함하는 것일 수 있다. 상기 범위로 연료첨가제를 포함하는 것이, 연료첨가제가 연료 내에서 침전물 없이 우수한 분산성을 가질 수 있으며, 연료의 효율 및 에너지 밀도를 향상시킬 수 있어 선호되나, 이에 제한되지 않는다.
- [0073] 일 양태로, 상기 극초음속 추진체 연료 조성물은 상온(20±5 ℃)에서 50 일 동안 방치된 후 측정된, 하기 [계산식 1]로 표시되는 침전율(Sedimentation ratio) R 값이 0.60 내지 1.00, 0.70 내지 0.98, 0.80 내지 0.95인 것일 수 있다.
- [0074] [계산식 1]
- $$R = \frac{y}{x+y}$$
- [0075]
- [0076] 상기 식 1에서, x는 상기 극초음속 추진체 연료 조성물에서 연료첨가제가 침전되어 연료만 남은 상등액의 부피이고, y는 연료첨가제가 연료에 분산되어있는 하층부 물질의 부피이다.
- [0077] 상기 침전율 R 값의 범위를 가지는 연료조성물이 우수한 분산안정성을 가질 수 있어 선호되나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0078] 일 양태로, 상기 극초음속 추진체 연료 조성물의 액적 연소속도는 1000 내지 1500 ms, 1100 내지 1450 ms, 1300 내지 1400 ms 이하인 것일 수 있다. 상기 범위의 액적 연소속도가 우수한 연료효율성을 가질 수 있으며, 불완전 연소로 인한 잔여물의 발생을 방지할 수 있어 선호되나, 이에 제한되지 않는다.
- [0079] 본 발명의 또 다른 양태는 하기 화학식 1 및 화학식 2로 표시되는 실란커플링제와 금속나노입자를 반응시켜 표면이 개질된 실란 캡핑 금속나노입자를 제조하는 S1 단계;를 포함하는 연료첨가제 제조방법을 제공한다.
- [0080] [화학식 1]
- [0081] $R_j-Si-X_{4-j}^1$
- [0082] 상기 화학식 1에서, j는 1 내지 3의 정수이며 R은 C₁~C₂₀의 알킬기, X¹는 알콕시기, 할로젠기 및 수소로 이루어진 군에서 선택되는 것이다.
- [0083] [화학식 2]
- [0084] $(OSi(C_nH_{2n+1})_3)_m-Si-X_{4-m}^2$
- [0085] 상기 화학식 2에서, n은 1 내지 2의 정수이며 m은 1 내지 3의 정수, X²는 알콕시기, 할로젠기 및 수소로 이루어진 군에서 선택되는 것이다.
- [0086] 상기 화학식 1 및 화학식 2로 표시되는 실란커플링제에 대한 내용은 위 설명한 내용과 동일하므로 생략한다.
- [0087] 일 양태로, 상기 화학식 1 및 화학식 2의 실란커플링제를 3 내지 7 : 7 내지 3의 부피비, 4 내지 6 : 6 내지 4의 부피비, 5 : 5의 부피비로 포함하여 금속나노입자의 표면을 개질시키는 것일 수 있다. 상기 범위의 중량비로 금속나노입자의 표면을 개질시켜 제조된 연료첨가제가 연료 내에서 우수한 분산안정성을 가지면서 연료의 효율을 향상시킬 수 있어 선호되나, 이에 제한되지 않는다.
- [0088] 일 양태로, 상기 S1 단계는 상기 화학식 1의 실란커플링제를 포함하는 제 1용액 및 화학식 2의 실란커플링제를 포함하는 제 2용액을 모두 포함하는 혼합물에 금속나노입자를 반응시키는 것일 수 있다.
- [0089] 일 양태로, 상기 S1 단계는 상기 화학식 1의 실란커플링제를 포함하는 제 1용액에 금속나노입자를 반응시킨 후에, 상기 화학식 2의 실란커플링제를 포함하는 제 2용액을 첨가하여 추가로 반응시키는 것일 수 있다.
- [0090] 일 양태로, 상기 S1 단계는 상기 화학식 2의 실란커플링제를 포함하는 제 2용액에 금속나노입자를 반응시킨 후에, 상기 화학식 1의 실란커플링제를 포함하는 제 1용액을 첨가하여 추가로 반응시키는 것일 수 있다.

- [0091] 이하 실시예 및 비교예를 바탕으로 본 발명을 더욱 상세히 설명한다. 다만 하기 실시예 및 비교예는 본 발명을 더욱 상세히 설명하기 위한 하나의 예시일 뿐, 본 발명이 하기 실시예 및 비교예에 의해 제한되는 것은 아니다.
- [0092] [측정방법]
- [0093] 1. 금속나노입자 평균입경 측정
- [0094] 금속나노입자를 투과전자현미경(Transmission electron microscope; TEM)(HF5000; Hitachi 사)으로 촬영하여, 금속나노입자의 평균입경을 측정하였다.
- [0095] 2. 금속나노입자 표면분석
- [0096] X-ray 광전자 분광법(X-ray photoelectron spectroscopy; XPS)(K-Alpha; Thermo Fisher Scientific 사)의 Depth profile 분석으로 0.3 nm/min의 Drilling speed로 수행하여 금속나노입자의 층별 원소 분포를 측정하였다. 측정된 Depth profile 데이터를 도 2에 나타내었다.
- [0097] 3. 연료 첨가제 열 분석
- [0098] 열중량 분석장비(Thermogravimetric analyzers; TGA)(Discover SDT 650; TA Instruments 사) 및 시차주사열량계(Differential scanning calorimetry; DSC)를 이용하여 연료 첨가제를 열분석하였다. Air 환경에서 승온 온도 20 °C/min, 0 ~ 1200 °C의 온도 범위 조건으로 분석하였으며, TGA 분석한 데이터를 도 3, DTG 분석데이터를 도 4, DSC 분석 데이터를 도 5에 나타내었다.
- [0099] 4. 연료첨가제 원소 함량 측정
- [0100] 투과전자현미경(Transmission electron microscope; TEM)(HF5000; Hitachi 사)에 설치된 에너지 분산 분광기(Energy dispersive spectrometer; EDS)(Ultim Max; Oxford Instruments 사)를 사용하여 원소함량을 측정하였으며, 원소 맵핑 이미지를 주사투과전자현미경(Scanning transmission electron microscopy; STEM)이 장착된 TEM을 사용하여 얻었습니다. 원소함량은 하기 표 1에 나타내었으며, 원소 맵핑 이미지를 도 6 및 도 7에 나타내었다.
- [0101] 5. 극초음속 추진체 연료 조성물 침전을 측정
- [0102] exo-THDCPD(94.0% TCI Chemical 사) 연료에 연료첨가제를 첨가하여 상온(20±5 °C)에서 외력 없이 50일 동안 방치한 후, 하기 계산식 1로 표시되는 침전율(Sedimentation ratio) R을 계산하였다.
- [0103] [계산식 1]
- $$R = \frac{y}{x+y}$$
- [0104]
- [0105] 상기 식 1에서, x는 상기 극초음속 추진체 연료 조성물에서 연료첨가제가 침전되어 연료만 남은 상등액의 부피이고, y는 연료첨가제가 연료에 분산되어있는 하층부 물질의 부피이다. 침전율 R에 대한 데이터를 도 8에 나타내었다.
- [0106] 6. 극초음속 추진체 연료 조성물 발열량 측정
- [0107] 극초음속 추진체 연료 조성물 0.5 g을 봄베열량계(Bomb calorimeter)(5E-AC/PL; Changsha Kaiyuan Instruments 사)를 이용하여 산소압력 3.0 MPa로 하여 발열량을 측정하였다. 측정된 발열량을 하기 표 2에 나타내었다.
- [0108] 7. 극초음속 추진체 연료 조성물 액적 연소속도 측정
- [0109] 극초음속 추진체 연료 조성물의 액적(직경 1.57 mm)을 점화시켜, 이를 500fps의 초고속카메라(Fastcam UX-100, Photron Inc. 사)를 사용하여 관찰하였으며 이를 도 8에 나타내었다. 또한, 액적 직경의 시간적 변화를 MATLAB으로 후처리하여 추론하였다.
- [0110] [제조예] 연료첨가제 제조
- [0111] [제조예 1]
- [0112] 보론나노입자(BNP)(amorphous, 70 nm, 99.5% purity; Nanoshel 사) 0.5 g을 에탄올 100 mL에 용해시킨 후, 암모니아수(NH₄OH)(28%; 삼천케미칼 사) 5 mL 및 DI water 2 mL를 첨가하여 상온(20±5 °C)에서 24 시간동안 혼합

하였다. 상기 혼합물에 옥타데실트리메톡시실란(OTMS)(TCI Chemical 사) 0.5 mL, 트리스(트리메틸실록시)실란(TMSS)(Merck 사)를 0.5 mL를 차례로 투입하여 보론나노입자를 표면개질 하였다. 이를 8000 rpm에서 1 시간 동안 원심분리하고 3번 세척한 후 건조시켜 연료첨가제를 수득하였다.

[제조예 2]

상기 제조예 1에서 OTMS를 0.7 mL, TMSS를 0.3 mL를 투입하여 보론나노입자를 표면개질 한 것을 제외하고, 제조예 1과 동일하게 연료첨가제를 제조하였다.

[제조예 3]

상기 제조예 1에서 OTMS를 0.3 mL, TMSS를 0.7 mL를 투입하여 보론나노입자를 표면개질 한 것을 제외하고, 제조예 1과 동일하게 연료첨가제를 제조하였다.

[비교 제조예 1]

보론나노입자만을 연료첨가제로 사용하였다.

[비교 제조예 2]

상기 제조예 1에서 OTMS와 TMSS를 1:0의 부피비로 혼합한 실란커플링제 용액 1 mL를 첨가한 것을 제외하고 제조예 1과 동일하게 연료첨가제를 제조하였다.

[비교 제조예 3]

상기 제조예 1에서 OTMS와 TMSS를 0:1의 부피비로 혼합한 실란커플링제 용액 1 mL를 첨가한 것을 제외하고 제조예 1과 동일하게 연료첨가제를 제조하였다.

하기 표 1과 도 6 및 도 7 은 상기 제조예 및 비교 제조예의 연료첨가제를 에너지 분산 분광기(EDS)로 원소 맵핑하여 원소 함량을 측정한 것을 나타낸 것이다.

표 1

제조예	원소 (wt%)			
	B	O	C	Si
제조예 1	66.8	10.9	10.6	11.7
제조예 2	65.5	10.8	13.1	10.6
제조예 3	68.9	9.8	8.5	12.8
비교 제조예 1	87.6	7.6	4.8	-
비교 제조예 2	67.6	9.6	15.0	7.8
비교 제조예 3	64.3	13.8	9.4	12.5

[실시예] 극초음속 추진체 연료조성물 제조

[실시예 1]

상기 제조예 1에서 수득한 연료첨가제 1 wt%, exo-THDCPD(순도 94.0%; TCI Chemical 사) 99.0 wt%를 혼합하여 극초음속 추진체 연료조성물을 제조하였다.

[실시예 2~15, 비교예 1~15]

하기 표 2의 연료첨가제 종류 및 함량으로 연료 조성물을 제조한 것을 제외하고 상기 실시예 1과 동일하게 극초음속 추진체 연료조성물을 제조하였다.

표 2

	연료첨가제		exo-THDCPD 함량 (wt%)	발열량 (kcal/kg)
	제조예	중량(wt%)		

실시예 1	제조예 1	1	99	10679
실시예 2		2	98	10734
실시예 3		3	97	10665
실시예 4		4	96	10643
실시예 5		5	95	10626
실시예 6	제조예 2	1	99	10643
실시예 7		2	98	10674
실시예 8		3	97	10631
실시예 9		4	96	10617
실시예 10		5	95	10586
실시예 11	제조예 3	1	99	10626
실시예 12		2	98	10645
실시예 13		3	97	10616
실시예 14		4	96	10582
실시예 15		5	95	10565
비교예 1	비교 제조예 1	1	99	10471
비교예 2		2	98	10500
비교예 3		3	97	10454
비교예 4		4	96	10400
비교예 5		5	95	10361
비교예 6	비교 제조예 2	1	99	10612
비교예 7		2	98	10650
비교예 8		3	97	10619
비교예 9		4	96	10586
비교예 10		5	95	10579
비교예 11	비교 제조예 3	1	99	10586
비교예 12		2	98	10624
비교예 13		3	97	10583
비교예 14		4	96	10536
비교예 15		5	95	10490

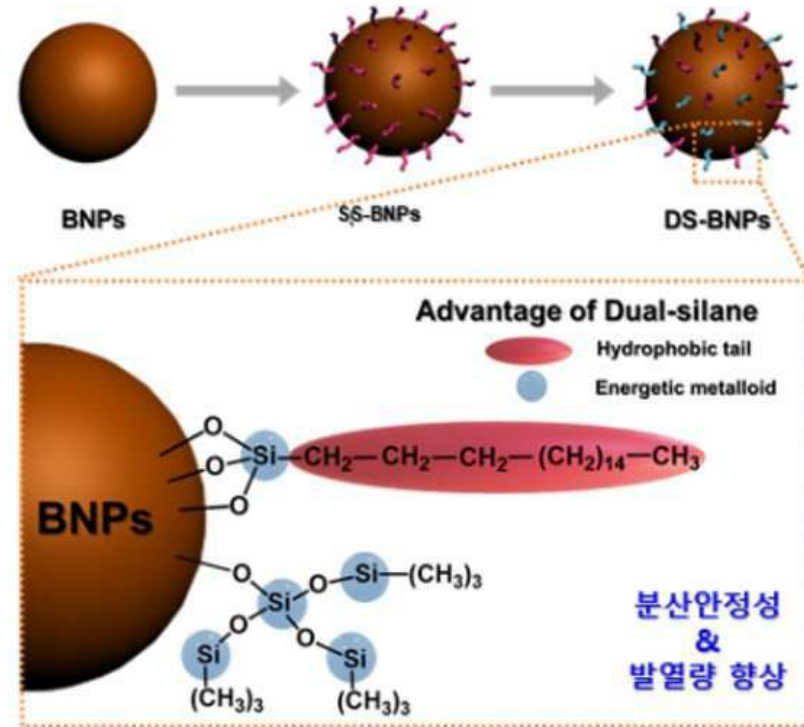
- [0131] 상기 표 2에서, 실시예 2의 발열량이 가장 높은 발열량(10,734 kcal/kg)을 나타내었다. 또한, 모든 연료첨가제가, 연료에 2 wt%로 분산되었을 때 발열량이 가장 높게 측정되었으며, 이후 분석에서 연료첨가제가 2 wt%로 분산된 것들을 비교 분석하였다.
- [0132] 도 3 내지 5는 각각의 연료첨가제에 대한 열분석 결과를 나타낸 것이다. 비교 제조예 2는 200 ~ 500 °C 구간에서 긴 탄화수소 꼬리의 분해로 인하여 무게가 감소하는 것을 볼 수 있으며, 비교 제조예 3에서는 도입된 TMSS가 보론산화물 생성을 지연시켜 약 800 °C에서부터 무게가 증가하는 것을 볼 수 있다. 제조예 1, 2, 3은 OTMS 함량이 증가함에 따라 중량 감소가 더 큰 경향을 보이며, TMSS 비율이 증가할수록 산화 온도가 상승하였다. 이를 통해 TMSS는 산화방지층으로 작용하여 나노입자의 산화온도를 높이고 고온 안정성을 제공하며, OTMS는 초기 산화 반응을 촉진하는 것을 확인하였다.
- [0133] 도 5의 DSC 분석 결과로, 실시예의 저온발열피크(First exothermic peak)는 300 내지 400 °C에서 표면 개질층의 유기물 분해로 인한 발열반응이 나타나며, 고온발열피크는 비교 제조예 1보다 높은 온도인 약 800 °C에서 나타나는 것을 볼 수 있다. 이를 통해 표면개질 층으로 인해 산화반응이 지연되고 안정화되었으며, 연소과정에서의 고온안정성이 향상되었음을 확인하였다.
- [0134] 도 8은 연료첨가제의 침전율을 나타낸 것이다. OTMS를 포함하는 비교예 7 및 실시예 2, 7, 12의 분산안정성이 향상되었음을 확인하였다.
- [0135] 도 9는 비교예 2과 실시예 2의 연료첨가제를 포함하는 극초음속 추진체 연료조성물의 액적 연소속도를 측정하는 것이다. 비교예 2의 총 연소시간은 1900 ms 였으나, 실시예 2의 연소시간은 1300 ms로 단축되었다. 이는 표면에 실란커플링제 유래 표면개질 층으로 인해 보론 산화층이 줄어들고 산화반응이 촉진됨에 따라 나타나는 현상인 것일 수 있다. 또한, 연소 중 미세 폭발이 발생하여 액적의 크기가 빠르게 감소하는 것을 볼 수 있다.
- [0136] 이상과 같이 본 발명에서는 특정된 사항들과 한정된 실시예에 의해 설명되었으나 이는 본 발명의 보다 전반적인 이해를 돕기 위해서 제공된 것일 뿐, 본 발명은 상기의 실시예에 한정되는 것은 아니며, 본 발명이 속하는 분야

에서 통상의 지식을 가진 자라면 이러한 기재로부터 다양한 수정 및 변형이 가능하다.

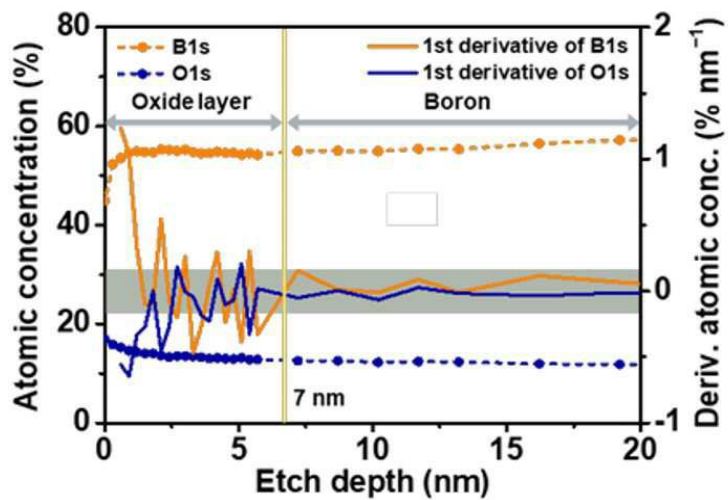
[0137] 따라서, 본 발명의 사상은 설명된 실시예에 국한되어 정해져서는 아니되며, 후술하는 특허청구범위뿐 아니라 이 특허청구범위와 균등하거나 등가적 변형이 있는 모든 것들은 본 발명 사상의 범주에 속한다고 할 것이다.

도면

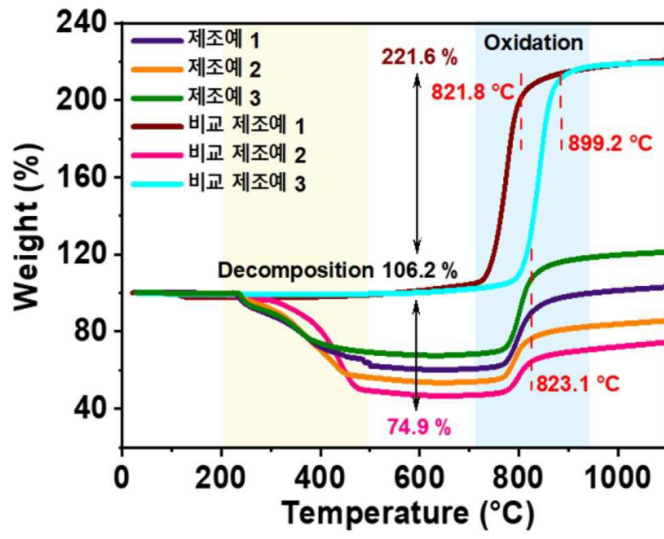
도면1



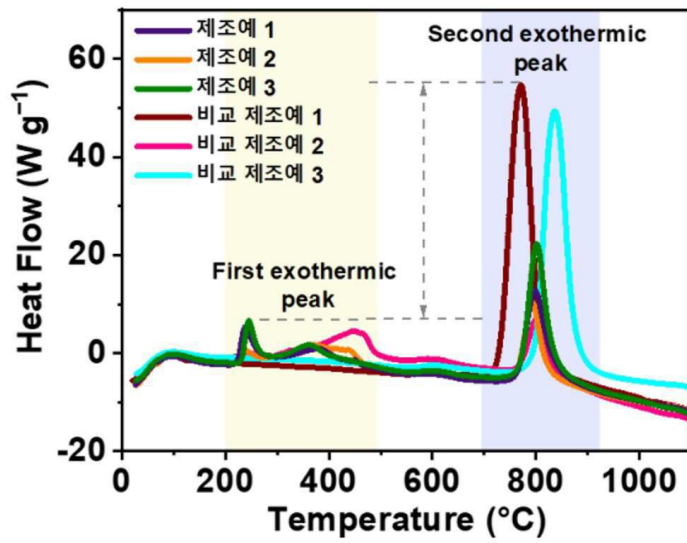
도면2



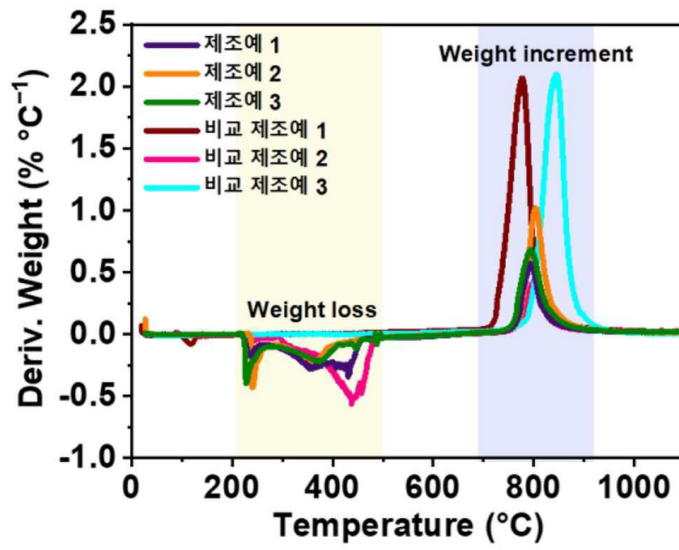
도면3



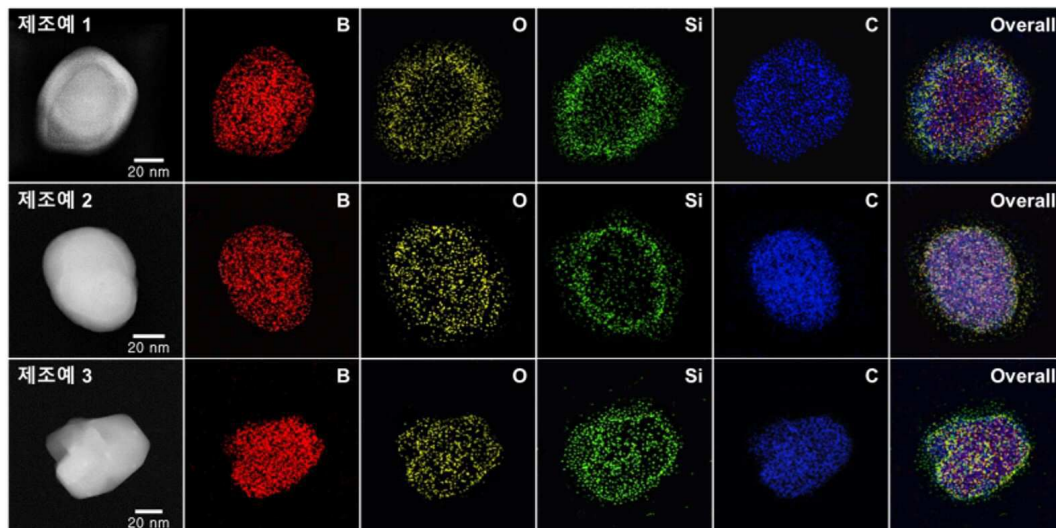
도면4



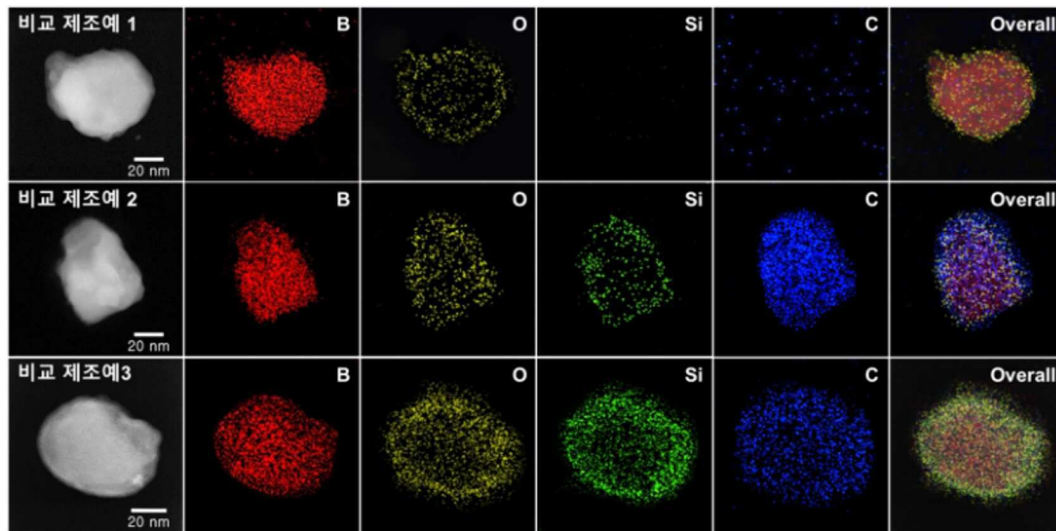
도면5



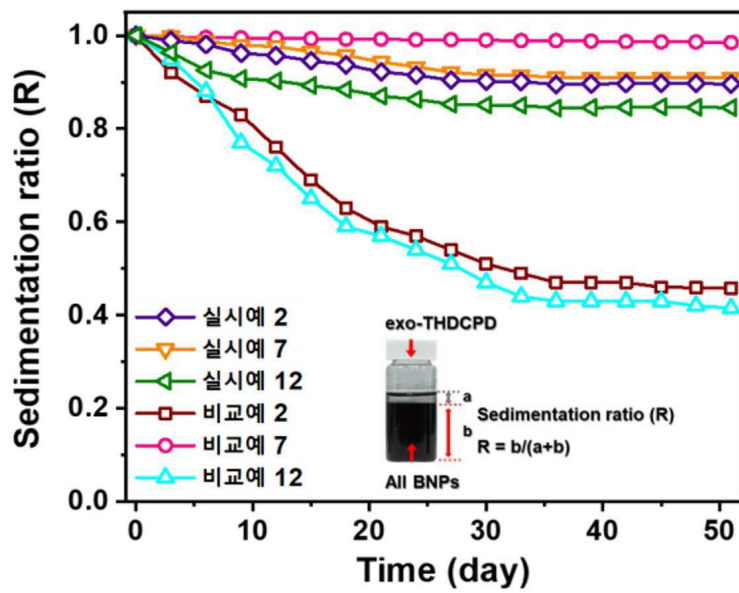
도면6



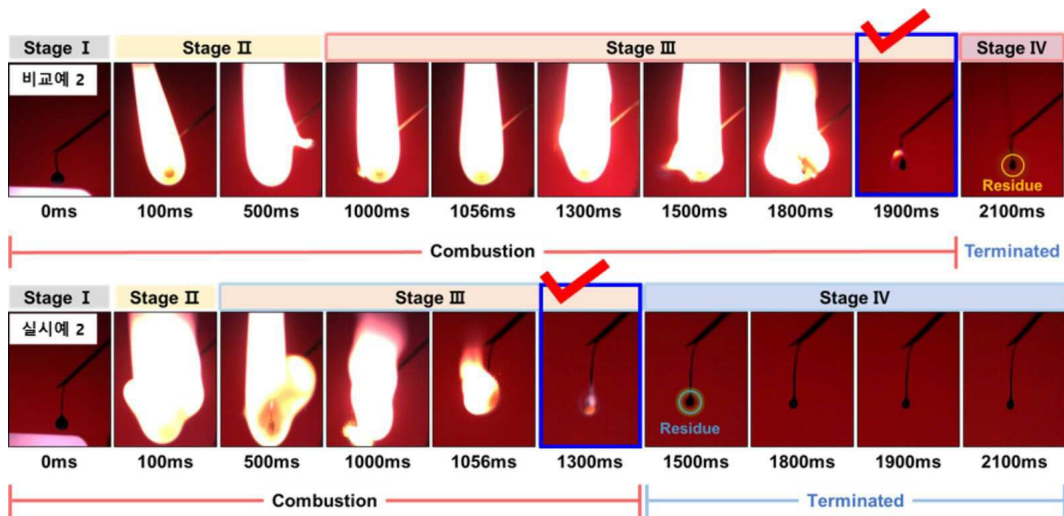
도면7



도면8



도면9



【심사관 직권보정사항】

【직권보정 1】

【보정항목】 청구범위

【보정세부항목】 청구항 7

【변경전】

제 1항내지 제 6항에서 선택되는 어느 한 항의 연료첨가제; 및

고에너지 밀도(High energy density; HED) 연료;를 포함하는 극초음속 추진체 연료 조성물.

【변경후】

제 1항 내지 제 6항에서 선택되는 어느 한 항의 연료첨가제; 및

고에너지 밀도(High energy density; HED) 연료;를 포함하는 극초음속 추진체 연료 조성물.