



등록특허 10-2807011



(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2025년05월14일

(11) 등록번호 10-2807011

(24) 등록일자 2025년05월08일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

C10M 125/26 (2006.01) *C10M 125/02* (2006.01)

C10M 169/04 (2006.01) *C10N 20/06* (2006.01)

C10N 40/04 (2006.01)

(52) CPC특허분류

C10M 125/26 (2013.01)

C10M 125/02 (2013.01)

(21) 출원번호 10-2025-0014953

(22) 출원일자 2025년02월06일

심사청구일자 2025년02월06일

(56) 선행기술조사문헌

US08222190 B

(뒷면에 계속)

(73) 특허권자

국립한밭대학교 산학협력단

대전광역시 유성구 동서대로 125 (덕명동)

(72) 발명자

윤창민

대전광역시 유성구 동서대로179번길 62-12, 한울빌 301호

제갈석

대전광역시 유성구 온천북로 51 (이신팰리스) 801호

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

특허법인 플러스

전체 청구항 수 : 총 13 항

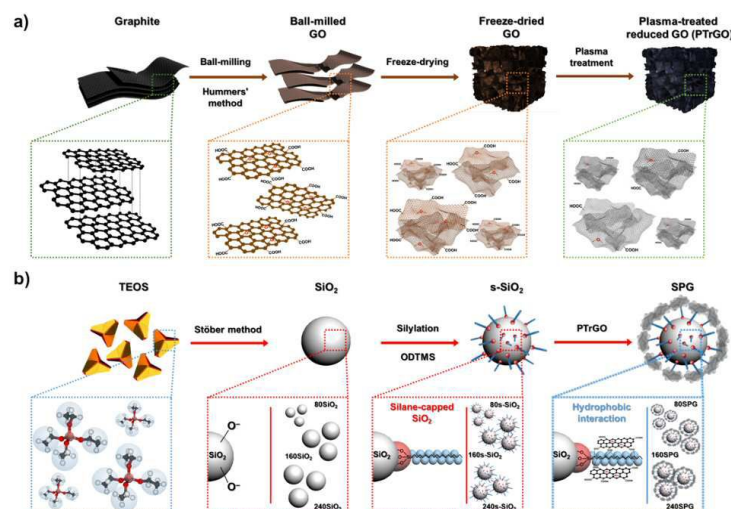
심사관 : 조혜진

(54) 발명의 명칭 전기 자동차의 감속기 오일로 사용되는 오일 조성물

(57) 요약

본 개시는 에스테르유를 주성분으로 하는 오일 혼합물 및 실리카 나노입자의 표면에 위치하는 복수의 알콕시실란기와 비공유 결합된 복수의 그래핀옥사이드를 포함하는 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자를 포함하는 오일 조성물을 제공하는 것으로, 상기 오일 조성물을 감속기 오일로 적용한 전기 자동차는 향상된 주행의 에너지 효율 및 우수한 안정성을 가질 수 있다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

C10M 169/04 (2013.01)
C10M 2207/2805 (2013.01)
C10N 2020/06 (2020.05)
C10N 2040/04 (2013.01)

(72) 발명자

김하영

대전광역시 동구 은어송로 23-27, B동 102호

김찬교

대전광역시 유성구 유성대로720번길 6 (장대동, 아인스빌) 402호

강다희

대전광역시 동구 충청로 136 (가양동, 대주파크빌)

(56) 선행기술조사문헌

KR1020240063260 A
JP2022544595 A
Carbon (79), 2014, pp.227-235
Lubricants (10), 2022, 273
Tribology International (199) 2024, 109946

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 나노흡열연료개발
과제수행기관명	세종대학교
연구기간	2022.11.25 ~ 2025.10.31

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	2410000080
과제번호	RS-2022-00156073
부처명	산업통상자원부
과제관리(전문)기관명	한국산업기술기획평가원
연구사업명	수요기업 맞춤형 고출력축전기(슈퍼커패시터) 성능고도화기술개발
연구과제명	수소차의 변동부하 조절용 리튬이온 커패시터 개발
과제수행기관명	비나텍주식회사
연구기간	2022.04.01 ~ 2025.12.31

공지예외적용 : 있음

명세서

청구범위

청구항 1

(A) 에스테르유를 포함하는 오일 혼합물; 및

(B) 실리카 나노입자의 표면에 위치하는 복수의 알콕시실란기와 비공유 결합된 복수의 그래핀옥사이드를 포함하는 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자;를 포함하는 오일 조성물.

청구항 2

제1 항에 있어서,

상기 실리카 나노입자의 표면에 위치하는 복수의 알콕시실란기는 직쇄 또는 분지쇄 C2-C30알킬기를 포함하는 것인 오일 조성물.

청구항 3

제1 항에 있어서,

상기 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자는 평균입경(D50)이 50 내지 300 nm인 오일 조성물.

청구항 4

제1 항에 있어서,

상기 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자는 표면에 코팅된 그래핀옥사이드가 플라즈마 처리로 환원된 그래핀 옥사이드인 오일 조성물.

청구항 5

제1 항에 있어서,

상기 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자는 실리카 입자의 총 표면 면적에 대해서, 그래핀옥사이드가 80 % 이상으로 코팅된 것인 오일 조성물.

청구항 6

제1 항에 있어서,

상기 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자는 포함된 총 원자량에 대해서, 실리콘 원자 함량이 30 at% 이하 및 탄소 원자 함량이 50 at% 이상을 포함하는 것인 오일 조성물.

청구항 7

제1 항에 있어서,

상기 오일 조성물은 총 중량에 중량에 대해서, 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자를 0.01 내지 5 중량%로 포함하는 것인 오일 조성물.

청구항 8

제1 항에 있어서,

상기 오일 조성물은 산화방지제, 분산제, 윤활제, 열 안정제, 기포방지제, 증점제, 분산제 및 유화제로 이루어진 군에서 선택되는 어느 하나 또는 둘 이상의 첨가제를 더 포함하는 것인 오일 조성물.

청구항 9

제1 항에 있어서,

상기 오일 조성물은 마찰계수가 0.080 이하인 오일 조성물.

청구항 10

제1 항에 있어서,

상기 오일 조성물은 열전도도가 0.245 W/m · k 이상인 오일 조성물.

청구항 11

제1 항에 있어서,

상기 오일 조성물은 하기 식 1로 계산된 분산 안정성 측정 결과가 0.50 이상인 오일 조성물:

[식 1]

분산 안정성 = 14일 방치 후, 오일 조성물에 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자가 분산되어 있는 하등액 높이(cm)/오일 조성물의 초기 높이(cm)

청구항 12

제1 항에 있어서,

상기 오일 조성물은 25 °C에서, 점도가 30.0 내지 50.0 Pa · s인 오일 조성물.

청구항 13

제1 항에 있어서,

상기 오일 조성물은 전기 자동차의 감속기 오일로 적용될 경우, 하기 조건으로 전기 자동차 주행 시, 전기 자동차 주行的 에너지 효율은 6.0 km/kWh 이상인 오일 조성물:

- (1) 주행 시, 기온 18 내지 22 °C
- (2) 주행 시, 습도 50 내지 60 %
- (3) 주행 속도 65 내지 75 km/h

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 개시는 전기자동차의 감속기 오일로 사용될 시, 전기 자동차의 전비를 향상시킬 수 있는 오일 조성물을 제공하는 것이다.

배경 기술

[0002] 전 세계적으로, 화석연료로 인한 환경오염 문제가 이슈화되고 있으며, 이를 해결하고자, 화석연료를 대체가 가능한 에너지 저장장치에 대한 관심이 증가하고 있다.

[0003] 상기 종래의 내연기관차는 화석연료가 고온 및 고압에서 연소하여, 질소산화물을 배출하고, 또한 화석연료가 일부 불완전 연소되어 탄화수소를 포함하는 매연을 발생시키므로, 심각한 환경오염 문제를 유발한다.

[0004] 또한 상기 종래의 내연기관차는 화석연료가 연소되면서 이산화탄소를 배출하므로, 전 세계적으로 이슈화되고 있는 과도한 탄소배출량에 따른 지구온난화 문제를 야기한다.

[0005] 따라서, 상기 종래의 내연기관차로 인한, 환경오염 문제를 해결하기 위해, 내연기관차를 대체할 핵심 교통 수단이 필요한 시점이다.

[0006] 상기 종래의 내연기관차가 가지는 환경오염 문제를 해결하기 위해서, 기술개발이 활성화되고 있는 기술은 전기 에너지를 이용한 전기 자동차 또는 하이브리드 자동차(화석연료 및 전기 에너지 동시에 사용)를 예시로 들 수 있다.

- [0007] 상기 종래의 전기 자동차는 이차전지가 내장되어 있어, 이차전지에 충전되어 있는 전기 에너지를 동력원으로 사용하므로, 상기에서 설명한 종래의 내연기관차의 환경오염 문제를 해결이 가능하다.
- [0008] 따라서, 상기 종래의 전기 자동차는 위에서 설명한 친환경적 요인으로, 수요가 지속적으로 증가하고 있지만, 아직까지는 여전히 내연기관차 대비, 짧은 주행거리 및 안정성 확보 문제 등의 문제로, 내연기관차를 대체할 수준으로, 경쟁력을 가지지 못하고 있다.
- [0009] 상기 종래의 전기 자동차는 내장된 이차전지에서 충전된 이차전지를 사용하므로, 내장된 이차전지의 충방전용량, 안정성 및 이차전지의 경량화 등이 중요한 과제이다.
- [0010] 이로써, 상기 종래의 전기 자동차는 안정성과 짧은 주행거리 문제를 해결하기 위해, 이차전지의 충방전용량의 증가에 대한 기술개발과 이차전지의 높은 충방전용량으로 인한 폭발 및 화재 등을 방지하는 기술개발이 활발히 진행되고 있다. 그러나 이에 비해 감속기 오일에 대한 연구는 여전히 미흡하고, 또한 잘 알려져 있지 않고 있다.
- [0011] 상기 전기 자동차의 감속기는 모터에 내장되어, 전기 자동차의 속력을 조절하는 중요 부품으로, 고속으로 회전하고 있는 모터에서 모터의 회전에너지가 온전히 전기 자동차의 동력으로 활용되기 위해서는 우수한 윤활 효과를 가져야 한다.
- [0012] 즉, 상기 전기 자동차에 사용되는 감속기 오일은 고속으로 회전하고 있는 모터에서 발생되고 있는 열 에너지 및 마찰을 감소시키고, 이러한 효과 요인은 전기 자동차의 안정성을 확보할 수 있으며, 또한 앞서 설명한 전기 자동차의 주행거리를 향상시킬 수 있는 중요한 기술이지만, 여전히 전기 자동차에 내장된 이차전지의 기술개발에 집중될 뿐, 감속기 오일의 기술 개발은 미흡한 실정이다.
- [0013] 종래의 전지 자동차에 사용되는 감속기 오일은 합성 에스테르유를 사용하고 있지만, 여전히 감속기의 윤활 효과가 부족하고, 특히 고속으로 회전하고 있는 모터에서 발생하는 높은 마찰열의 방열 효과가 미흡하여, 안정성 확보 문제가 남아있다.
- [0014] 또한, 상기 종래의 전지 자동차에 사용되는 감속기 오일은 앞서 설명한 방열 효과를 상승시키기 위해서, 나노입자를 추가 투입하는 기술이 공지되었지만, 여전히 효과적인 전비 향상을 확보하지 못하고 있으며, 추가 투입된 나노입자의 낮은 분산 안정성으로 인하여, 장기보관성, 윤활효과 및 방열효과를 충분히 확보하지 못하고 있는 실정이다.
- [0015] 따라서, 종래의 전기 자동차가 가지는 낮은 안정성 및 짧은 주행거리 문제를 해결할 수 있으며, 상기에서 설명한 종래의 감속기 오일보다 우수한 윤활효과, 우수한 분산 안정성 및 우수한 방열효과를 모두 가질 수 있는 새로운 감속기 오일이 필요한 실정이다.

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0016] 본 개시는 우수한 윤활효과 및 우수한 방열효과를 동시에 가지면서도, 우수한 분산 안정성을 가질 수 있는 오일 조성물을 제공하는 것일 수 있다.
- [0017] 또한 본 개시는 상기 오일 조성물을 전기 자동차의 감속기 오일로 사용하여, 전기 자동차가 향상된 전비 및 향상된 안정성을 가질 수 있다.

과제의 해결 수단

- [0018] 본 개시는 에스테르유를 주성분으로 하는 오일 혼합물 및 실리카 나노입자의 표면에 위치하는 복수의 알콕시실란기와 비공유 결합된 복수의 그래핀옥사이드를 포함하는 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자를 포함하는 오일 조성물을 제공하는 것일 수 있다.
- [0019] 본 개시의 일 양태로서, 상기 실리카 나노입자의 표면에 위치하는 복수의 알콕시실란기는 직쇄 또는 분지쇄 C2-C30알킬기를 포함하는 것일 수 있다.
- [0020] 본 개시의 일 양태로서, 상기 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자는 평균입경(D50)이 50 내지 300 nm일 수 있다.

- [0021] 본 개시의 일 양태로서, 상기 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자는 표면에 코팅된 그래핀옥사이드가 플라즈마 처리로 환원된 그래핀옥사이드일 수 있다.
- [0022] 본 개시의 일 양태로서, 상기 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자는 실리카 입자의 총 표면 면적에 대해서, 그래핀옥사이드가 80 % 이상으로 코팅된 것일 수 있다.
- [0023] 본 개시의 일 양태로서, 상기 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자는 포함된 총 원자량에 대해서, 실리콘 원자 함량이 30 at% 이하 및 탄소 원자 함량이 50 at% 이상을 포함하는 것일 수 있다.
- [0024] 본 개시의 일 양태로서, 상기 오일 조성물은 총 중량에 중량에 대해서, 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자를 0.01 내지 5 중량%로 포함하는 것일 수 있다.
- [0025] 본 개시의 일 양태로서, 상기 오일 조성물은 산화방지제, 분산제, 윤활제, 열 안정제, 기포방지제, 증점제, 분산제 및 유화제로 이루어진 군에서 선택되는 어느 하나 또는 둘 이상의 첨가제를 더 포함하는 것일 수 있다.
- [0026] 본 개시의 일 양태로서, 상기 오일 조성물은 본 개시에서 정의한 측정방법으로 측정된 마찰계수가 0.080 이하일 수 있다.
- [0027] 본 개시의 일 양태로서, 상기 오일 조성물은 본 개시에서 정의한 측정방법으로 측정된 열전도도가 0.245 W/m·k 이상일 수 있다.
- [0028] 본 개시의 일 양태로서, 상기 오일 조성물은 하기 식 1로 계산된 분산 안정성 측정 결과가 0.50 이상일 수 있다.
- [0029] [식 1]
- [0030] 분산 안정성 = 14일 방치 후, 오일 조성물에 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자가 분산되어 있는 하등액 높이(cm)/오일 조성물의 초기 높이(cm)
- [0031] 본 개시의 일 양태로서, 상기 오일 조성물은 본 개시에서 정의한 측정방법 및 25 °C의 온도에서 측정된 점도가 30.0 내지 50.0 Pa·s일 수 있다.
- [0032] 본 개시의 일 양태로서, 상기 오일 조성물은 전기 자동차의 감속기 오일로 적용될 경우, 하기 조건으로 전기 자동차 주행 시, 전기 자동차 주行的 에너지 효율이 6.0 km/kWh 이상일 수 있다.
- [0033] (1) 주행 시, 기온 18 내지 22 °C
- [0034] (2) 주행 시, 습도 50 내지 60 %
- [0035] (3) 주행 속력 65 내지 75 km/h

발명의 효과

- [0036] 본 개시의 일 양태로서, 상기 오일 조성물은 본 개시에서 정의한 측정방법으로 측정된 마찰계수가 0.080 이하, 0.075 이하, 0.070 이하, 0.067 이하 또는 0.066 이하로, 매우 낮은 마찰계수를 가지므로, 이를 감속기 오일로 적용한 전기 자동차는 향상된 전비를 가지면서, 과도한 마찰열로 인한 안정 문제를 해소할 수 있다.
- [0037] 본 개시의 일 양태로서, 상기 오일 조성물은 본 개시에서 정의한 측정방법으로 측정된 열전도도가 0.245 W/m·k 이상, 0.250 W/m·k 이상, 0.255 W/m·k 이상, 0.260 W/m·k 이상, 0.270 W/m·k 이상 또는 0.280 W/m·k 이상을 가지므로, 이를 감속기 오일로 적용한 전기 자동차는 상기에서 설명한 감속기에서 발생하는 과도한 열을 우수한 방열성으로 방열이 가능하므로, 더욱 향상된 안정성을 확보할 수 있다.
- [0038] 본 개시의 일 양태로서, 상기 오일 조성물은 본 개시에서 정의한 측정방법으로 측정된 분산 안정성이 0.50 이상, 0.70 이상, 0.75 이상, 0.80 이상 또는 0.85 이상을 가지므로, 종래의 나노입자를 포함하는 오일 조성물이 가지는 낮은 분산 안정성 문제를 해결할 수 있다.
- [0039] 따라서, 본 개시의 일 양태로서, 상기 오일 조성물은 감속기 오일로서, 투입된 전기 자동차의 에너지 효율이 6.0 km/kWh 이상, 6.1 km/kWh 이상, 6.2 km/kWh 이상, 6.5 km/kWh 이상 또는 6.9 km/kWh 이상의 우수한 주行的 에너지 효율을 가지므로, 종래의 전기 자동차가 가지는 짧은 주행거리 문제를 해결할 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0040] 하기 도 1은 제조에 1 내지 제조에 3의 산화 그래핀 코팅 실리카 나노입자 제조방법 개략도이며, 구체적으로 a) 플라즈마 환원된 그래핀옥사이드(Plasma-treated reduced Graphene Oxide, PTrGO) 제조 및 b) 실리카 나노입자 및 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자 제조방법의 개략도이다.
- 하기 도 2는 제조에 1에서 제조된 실리카 나노입자, 실란 표면 개질 실리카 나노입자 및 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자의 SEM 사진 및 TEM 사진이다.
- 하기 도 3은 제조에 2에서 제조된 실리카 나노입자, 실란 표면 개질 실리카 나노입자 및 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자의 SEM 사진 및 TEM 사진이다.
- 하기 도 4는 제조에 3에서 제조된 실리카 나노입자, 실란 표면 개질 실리카 나노입자 및 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자의 SEM 사진 및 TEM 사진이다.
- 하기 도 5는 제조에 2에서 제조된 실리카 나노입자(SiO_2), 실란 표면 개질 실리카 나노입자(s- SiO_2) 및 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자(SPG)와, 그 외, 산화 그래핀(GO) 및 플라즈마 환원된 그래핀옥사이드(PTrGO)의 FT-IR 스펙트럼이다.
- 하기 도 6은 제조에 2에서 제조된 실리카 나노입자(SiO_2), 실란 표면 개질 실리카 나노입자(s- SiO_2) 및 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자(SPG)와, 그 외, 그래핀옥사이드(GO) 및 플라즈마 환원된 그래핀옥사이드(PTrGO)의 라만 스펙트럼이다.
- 하기 도 7은 실시예 1 내지 실시예 4, 비교예 1 및 비교예 2에서 제조된 오일 조성물의 마찰계수 측정값을 나타낸 것이다.
- 하기 도 8은 실시예 1 내지 실시예 4, 비교예 1 및 비교예 2에서 제조된 오일 조성물의 열전도도 측정값을 나타낸 것이다.
- 하기 도 9는 실시예 1 내지 실시예 4, 비교예 1 및 비교예 2에서 제조된 오일 조성물의 분산 안정성 측정값을 나타낸 것이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0041] 본 명세서에서 달리 정의되지 않는 한, 모든 기술적 용어 및 과학적 용어는 본 개시가 속하는 당업자에 의해 일반적으로 이해되는 의미와 동일한 의미를 갖는다.
- [0042] 본 명세서에서 설명에 사용되는 용어는 단지 특정 구체예를 효과적으로 기술하기 위함이고 본 개시를 제한하는 것으로 의도되지 않는다.
- [0043] 본 명세서에서 사용되는 단수 형태는 문맥에서 특별한 지시가 없는 한 복수 형태도 포함하는 것으로 의도할 수 있다.
- [0044] 또한, 본 명세서에서 특별한 언급 없이 사용된 단위는 중량을 기준으로 하며, 일 예로 % 또는 비의 단위는 중량 %이고, 온도는 특별한 정의가 없는 경우 $^{\circ}\text{C}$ 을 의미한다.
- [0045] 본 명세서에서 사용되는 수치 범위는 하한치와 상한치와 그 범위 내에서의 모든 값, 정의되는 범위의 형태와 폭에서 논리적으로 유도되는 증분, 이중 한정된 모든 값 및 서로 다른 형태로 한정된 수치 범위의 상한 및 하한의 모든 가능한 조합을 포함한다. 본 명세서에서 특별한 정의가 없는 한 실험 오차 또는 값의 반올림으로 인해 발생할 가능성이 있는 수치범위 외의 값 역시 정의된 수치범위에 포함된다.
- [0046] 본 명세서 전체에서 어떤 구성요소를 "포함한다", "구비한다", "함유한다", 또는 "가진다"는 것은 특별히 반대되는 기재가 없는 한 다른 구성요소를 제외하는 것이 아니라 다른 구성요소를 더 포함할 수 있다는 것을 의미하며, 추가로 열거되어 있지 않은 요소, 재료 또는 공정을 배제하지 않는다.
- [0047] 전 세계적으로, 화석연료로 인한 환경오염 문제가 이슈화되고 있으며, 특히 내연기관차가 발생하는 질소 산화물 및 탄화수소 화합물과, 다량의 탄소배출로 인한 환경오염 문제를 해결하고자, 전기 자동차에 대한 수요 및 관심이 증가하고 있다.
- [0048] 종래의 전기 자동차는 이차전지가 내장되어, 이차전지에 충전된 전기 에너지를 동력으로 사용하므로, 탄소배출량이 거의 없어, 친환경적인 효과가 있으나, 여전히 낮은 주행거리 및 낮은 안정성 문제로, 종래의 내연기관차

보다 경쟁력이 낮다.

- [0049] 상기 종래의 전기 자동차가 가지는 낮은 에너지 효율 및 안정성 문제를 해결하고자, 내장된 이차전지에 대한 기술개발이 집중되고 있으나, 사용되는 오일 조성물에 대한 기술개발은 여전히 부족한 현실이다.
- [0050] 상기 전기 자동차에 사용되는 감속기 오일은 고속으로 회전하고 있는 모터에서 발생되고 있는 열 에너지 및 마찰을 감소시켜, 전기 자동차의 안정성을 확보할 수 있으며, 또한 앞서 설명한 전기 자동차의 주행거리를 향상시킬 수 있는 중요한 기술이다.
- [0051] 종래의 전지 자동차에 사용되는 감속기 오일은 합성 에스테르유를 사용하고 있지만, 여전히 감속기의 윤활 효과가 부족하고, 특히 고속으로 회전하고 있는 모터에서 발생하는 높은 마찰열의 방열 효과가 미흡하여, 안정성 확보 문제가 남아있다.
- [0052] 또한, 상기 종래의 전지 자동차에 사용되는 감속기 오일은 앞서 설명한 방열 효과를 상승시키기 위해서, 나노입자를 추가 투입하는 기술이 공지되었지만, 여전히 안정성을 확보하지 못하고 있으며, 추가 투입된 나노입자의 낮은 분산 안정성으로 인하여, 장기보관성, 윤활효과 및 방열효과를 충분히 확보하지 못하고 있는 실정이다.
- [0053] 본 개시의 발명자들은 종래의 전기 자동차가 가지는 문제를 해결하고자, 감속기에 사용하는 감속기 오일에 대한 연구를 진행하였으며, 오일에 새로운 나노입자를 포함하여, 이를 감속기 오일로 사용한 전기 자동차가 우수한 전비(주행 거리 상승) 및 우수한 안정성을 가질 수 있음을 발견하고 본 개시를 완성하였다.
- [0054] 이하 본 개시의 일 양태에 따른, 오일 조성물에 대해서 설명한다.
- [0055] 본 개시의 일 양태에 따른, 상기 오일 조성물은 (A) 에스테르유를 주성분으로 하는 오일 혼합물 및 (B) 실리카 나노입자의 표면에 위치하는 복수의 알콕시실란기와 비공유 결합된 복수의 그래핀옥사이드를 포함하는 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자를 포함하는 것일 수 있다.
- [0056] 상기 오일 조성물은 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자를 포함하여, 낮은 마찰 계수 및 높은 열전도도를 가질 수 있을 뿐 아니라, 향상된 분산 안정성을 가지므로, 이를 전기 자동차의 감속기 오일로 유용하게 사용할 수 있다.
- [0057] 본 개시의 일 양태로서, 상기 오일 조성물은 마찰계수가 0.080 이하, 0.075 이하, 0.070 이하, 0.067 이하, 0.066 이하, 0.050 이상, 0.055 이상, 0.60 이상일 수 있다. 예를 들면, 0.050 내지 0.080, 0.050 내지 0.075, 0.050 내지 0.070 또는 0.050 내지 0.067일 수 있다.
- [0058] 상기 오일 조성물은 상기에서 설명한 범위의 매우 낮은 마찰계수를 가지므로, 이를 감속기 오일로 적용한 전기 자동차는 향상된 전비를 가지면서, 과도한 마찰열로 인한 안정성 문제를 해소할 수 있다.
- [0059] 상기 오일 조성물의 마찰계수 측정방법은 왕복모드 시험평가장비(Tribology TE-77, Phoenix)를 사용하여 측정된 것일 수 있으나, 통상의 기술자가 인식 가능한 측정방법이면 이를 제한하는 것은 아니며, 아래의 실시예에 구체적으로 기술하였으므로, 자세한 설명은 생략하도록 한다.
- [0060] 본 개시의 일 양태로서, 상기 오일 조성물은 열전도도가 0.245 W/m·k 이상, 0.250 W/m·k 이상, 0.255 W/m·k 이상, 0.260 W/m·k 이상, 0.270 W/m·k 이상, 0.280 W/m·k 이상 또는 0.300 W/m·k 이하일 수 있다. 예를 들면, 0.245 내지 0.300 W/m·k, 0.250 내지 0.300 W/m·k, 0.255 내지 0.300 W/m·k 또는 0.260 내지 0.300 W/m·k, 0.270 내지 0.300 W/m·k일 수 있다.
- [0061] 상기 오일 조성물은 상기에서 설명한 범위의 높은 열전도도를 가지므로, 이를 감속기 오일로 적용한 전기 자동차는 상기에서 설명한 감속기에서 발생하는 과도한 열을 우수한 방열성으로 방열이 가능하므로, 더욱 향상된 안정성을 확보할 수 있다.
- [0062] 상기 오일 조성물의 열전도도 측정방법은 시험평가장비(THW-L2, ThermTest)를 사용하여 실험을 진행하였으며, Transient Plane Source(TPS) 방법으로 측정된 것일 수 있으나, 통상의 기술자가 인식 가능한 측정방법이면, 이를 반드시 제한하는 것은 아니다.
- [0063] 본 개시의 일 양태로서, 상기 오일 조성물은 하기 식 1로 계산된 분산 안정성이 0.50 이상, 0.60 이상, 0.70 이상, 0.75 이상, 0.80 이상, 0.85 이상, 0.95 이하 또는 0.90 이하를 가질 수 있다. 예를 들면, 0.50 내지 0.95, 0.60 내지 0.95, 0.70 내지 0.95, 0.75 내지 0.95, 0.80 내지 0.95 또는 0.85 내지 0.95일 수 있다.
- [0064] [식 1]

- [0065] 분산 안정성 = 14일 방치 후, 오일 조성물에 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자가 분산되어 있는 하등액 높이(cm)/오일 조성물의 초기 높이(cm)
- [0066] 상기 오일 조성물은 상술한 낮은 마찰계수 및 높은 열전도도를 가지면서도, 분산된 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자가 장기간 우수한 분산 안정성을 가지므로, 우수한 저장 안정성 및 장기간 우수한 성능을 유지할 수 있어 선호될 수 있다.
- [0067] 본 개시의 일 양태로서, 상기 오일 조성물은 25 °C의 온도 및 본 개시에서 정의한 측정방법으로 측정된 점도가 30.0 내지 50.0 Pa·s, 30.0 내지 45.0 Pa·s 또는 30.0 내지 40.0 Pa·s일 수 있다.
- [0068] 상기 오일 조성물은 종래의 오일 조성물 대비, 유사한 점도 또는 낮은 점도를 가져, 우수한 사용성을 가질 수 있을 뿐 아니라, 이를 감속기 오일로 적용함에 따른 점도 상승도 크지 않아, 장기간 우수한 윤활 효과를 가질 수 있어 선호될 수 있다.
- [0069] 상기 오일 조성물의 점도 측정방법은 컵과 실린더가 포함된 레오미터 장비(MCR 102e, Anton Paar)를 사용하여 측정할 수 있으나, 통상의 기술자가 인식 가능한 측정방법이면, 이를 반드시 제한하는 것은 아니며, 후술할 실시예에서 구체적으로 기술하였으므로, 자세한 설명은 생략하도록 한다.
- [0070] 본 개시의 일 양태로서, 상기 오일 조성물을 감속기 오일로 투입된 전기 자동차는 기온 18 내지 22 °C, 습도 50 내지 60 % 및 65 내지 75 km/h의 속력 조건으로 주행 시, 에너지 효율이 6.0 km/kWh 이상, 6.1 km/kWh 이상, 6.2 km/kWh 이상, 6.5 km/kWh 이상, 6.9 km/kWh 이상, 8.0 km/kWh 이하, 7.5 km/kWh 이하 또는 7.0 km/kWh 이하일 수 있다. 예를 들면, 6.0 내지 8.0 km/kWh, 6.1 내지 8.0 km/kWh, 6.2 내지 8.0 km/kWh, 6.5 내지 8.0 km/kWh, 6.9 내지 8.0 km/kWh일 수 있다.
- [0071] 상기 오일 조성물은 상기에서 설명한 우수한 윤활 효과 및 우수한 방열 효과를 가지고, 또한 우수한 분산 안정성을 가지므로, 이를 감속기 오일로 적용한 전기 자동차가 향상된 에너지 효율을 가져, 전기 자동차의 주행거리를 증가시킬 수 있다.
- [0072] 상기 전기 자동차의 에너지 효율(전비) 측정방법에서 있어서, 기온, 습도 및 속력 등의 주행조건들은 상기에서 설명한 범위 내에 하나의 수치 값을 의미하는 것이 아니며, 상기에서 설명한 범위 내의 모든 수치 값들을 만족한 것일 수 있다.
- [0073] 즉, 전기 자동차의 에너지 효율(전비) 측정방법은 동일한 주행 조건들을 달성하기 위해서, 기온, 습도 및 속력 등의 주행조건들을 상기에서 설명한 범위를 만족하도록 조절하여 실험한 것일 수 있다.
- [0074] 상기 전기 자동차의 에너지 효율(전비) 측정방법은 후술할 실시예에서 자세히 설명하였으므로, 자세한 설명은 생략하도록 한다.
- [0075] 위에서 설명한 바와 같이, 상기 오일 조성물은 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자를 포함하여, 상기에서 설명한 바와 같이, 우수한 윤활 효과 및 우수한 방열 효과를 가지면서도, 우수한 분산 안정성을 가지므로, 이를 전기 자동차의 감속기 오일로 유용하게 사용할 수 있다.
- [0076] 본 개시의 일 양태로서, 상기 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자는 실리카 나노입자의 표면에 위치하는 복수의 알콕시실란기와 비공유 결합된 복수의 그래핀옥사이드를 포함하는 것일 수 있다.
- [0077] 상기 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자는 알콕시실란기를 먼저 표면에 개질한 후, 그래핀옥사이드를 표면에 코팅하므로, 실리카 나노입자의 형태를 유지하면서, 실리카 나노입자의 표면에 고르게 그래핀옥사이드를 코팅할 수 있다.
- [0078] 따라서, 상기 그래핀옥사이드가 코팅된 실리카 나노입자는 실리카 나노입자가 가지는 구형을 유지하면서도, 표면에 그래핀옥사이드를 포함하므로, 우수한 불베어링 효과 및 우수한 표면 소수성을 가질 수 있어, 이를 포함하는 오일 조성물은 윤활 효과, 방열 효과 및 분산 안정성을 동시에 향상시킬 수 있어, 선호될 수 있다.
- [0079] 본 개시의 일 양태로서, 상기 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자는 실리카 나노입자를 제조하는 단계, 상기 실리카 나노입자 및 알콕시실란계 화합물을 포함하여 실란 표면 개질된 실리카 나노입자(s-SiO₂)를 제조하는 단계 및 상기 실란 표면 개질된 실리카 나노입자 및 그래핀옥사이드를 포함하여, 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자(SPG)를 제조하는 단계를 포함하는 것일 수 있다.
- [0080] 상기에서 설명한 방법으로 제조되는 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자는 앞서 설명한 바와 같이, 실리카 나

노입자의 형태를 유지하면서도, 표면에 그래핀옥사이드를 포함할 수 있어 선호될 수 있다.

- [0081] 상기 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자는 상기에서 설명한 바와 같이, 실리카 나노입자의 표면에 알콕시실란계 화합물을 반응하여, 표면에 복수의 알콕시실란기를 포함하는 실란 표면 개질된 실리카 나노입자($s\text{-SiO}_2$)를 먼저 제조하는 것일 수 있다.
- [0082] 상기 알콕시실란계 화합물은 옥타데실트리메톡시실란(Octadecyltrimethoxysilane), 헥사데실트리메톡시실란(HTMS), 도데실트리메톡시실란(DTMS) 및 펜타데실트리메톡시실란(PTMS) 등에서 선택되는 어느 하나 또는 둘 이상일 수 있으며, 또한 상기에서 설명한 그래핀옥사이드의 우수한 코팅성을 가지는 측면에서, 옥타데실트리메톡시실란을 포함하거나, 옥타데실트리메톡시실란을 단독으로 사용하는 것일 수 있으나, 실리카 나노입자의 표면에 그래핀옥사이드를 코팅할 수 있는 것이라면, 이를 반드시 제한하는 것은 아니다.
- [0083] 즉, 본 개시의 일 양태로서, 상기 실리카 나노입자의 표면에 위치하는 복수의 알콕시실란기는 직쇄 또는 분지쇄 C2-C30알킬기를 포함하는 것일 수 있으며, 또는 직쇄 또는 분지쇄 C6-C30알킬기 또는 직쇄 C12-C30알킬기를 함유하는 것일 수 있다.
- [0084] 상기 범위의 탄소수를 가지는 알킬기를 함유하는 실란 표면 개질된 실리카 나노입자는 실리카 입자의 형태를 유지하면서도, 그래핀옥사이드 코팅성을 가질 수 있어 선호될 수 있으나, 이를 반드시 제한하는 것은 아니다.
- [0085] 본 개시의 일 양태로서, 상기 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자는 평균입경(D50)이 50 내지 300 nm, 80 내지 250 nm, 100 내지 250 nm, 120 내지 200 nm 또는 150 내지 200 nm일 수 있다.
- [0086] 상기 범위의 평균입경을 가지는 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자를 포함하는 오일 조성물은 낮은 마찰계수, 높은 열전도도 및 우수한 분산 안정성을 동시에 가질 수 있어 선호될 수 있으나, 오일 조성물의 물성을 저해하는 것이 아니라면, 이를 반드시 제한하는 것은 아니다.
- [0087] 또한 본 개시의 일 양태로서, 상기 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자는 평균입경(D50)이 원료가 되는 실리카 나노입자 대비, 살짝 증가할 수 있으나, 크게 증가되지 않을 수 있기 때문에, 상기 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자의 평균입경 범위에 실리카 나노입자의 평균입경을 가질 수 있다.
- [0088] 일 예로서, 상기 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자는 원료가 되는 실리카 나노입자의 평균입경(D50)을 100 %로 할 때, 110 % 이하, 105 % 이하, 102 % 이하, 또는 101 % 이하일 수 있으며, 하한을 한정하는 것은 아니나, 100.01 % 이상 또는 100.1 % 이상일 수 있다.
- [0089] 본 개시의 일 양태로서, 상기 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자는 표면에 코팅된 그래핀옥사이드가 플라즈마 처리로 환원된 그래핀옥사이드일 수 있다.
- [0090] 상기 플라즈마 처리로 환원된 그래핀옥사이드를 포함하는 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자는 더욱 향상된 분산 안정성과, 향상된 열전도도를 가질 수 있어 선호될 수 있다.
- [0091] 본 개시의 일 양태로서, 상기 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자는 실리카 입자의 총 표면 면적에 대해서, 그래핀옥사이드가 80 % 이상, 85 % 이상, 90 % 이상, 95 % 이상 또는 실리카 나노입자의 표면에 코팅된 그래핀옥사이드들의 공극을 제외하고는 100 %로 코팅된 것일 수 있다.
- [0092] 상기 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자의 그래핀옥사이드 코팅 면적은 후술할, SEM 및 TEM으로 관측한 것일 수 있으며, 측정방법은 후술할 실시예에 자세히 작성하였으므로, 자세한 설명은 생략하도록 한다.
- [0093] 본 개시의 일 양태로서, 상기 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자는 포함된 총 원자량에 대해서, 실리콘 원자 함량이 30 at% 이하, 27 at% 이하, 25 at% 이하 또는 20 at% 이하를 가질 수 있으며, 하한을 한정하는 것은 아니나, 10 at% 이상 또는 15 at% 이상을 가질 수 있다.
- [0094] 또한 본 개시의 일 양태로서, 상기 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자는 포함된 총 원자량에 대해서, 탄소 원자량이 50 at% 이상, 55 at% 이상, 60 at% 이상, 65 at% 이상 또는 80 at% 이하일 수 있다.
- [0095] 상기 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자는 실란을 실리카 표면에 전면적으로 코팅하였으므로, 상기에서 설명한 실리콘 원자 및 탄소 원자 함량을 가질 수 있다.
- [0096] 또한 상기 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자는 플라즈마 처리로 환원된 그래핀옥사이드를 표면에 코팅함으로써, 더욱 높은 함량의 탄소 원자를 가지면서, 산소원자의 함량을 낮출 수 있다.

- [0097] 즉, 상기 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자는 표면의 플라즈마 환원된 그래핀옥사이드를 채택할 수 있으며, 이때, 실리카 나노입자의 표면에 그래핀옥사이드 환원율이 70 % 이상, 75 % 이상 또는 80 % 이상이므로, 간단한 공정만으로도, 상기에서 설명한 탄소의 함량을 가질 수 있다.
- [0098] 따라서, 상기 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자를 포함하는 오일 조성물은 상기에서 설명한 범위의 다량의 탄소 원자량, 즉, 우수한 표면 소수성을 가지므로, 더욱 향상된 분산 안정성을 가질 수 있으며, 앞서 설명한 바와 같이, 실리카 나노입자의 구형을 유지할 수 있으므로, 더욱 낮은 마찰계수를 가지고, 마찰계수를 장기간 유지할 수 있다.
- [0099] 본 개시의 일 양태로서, 상기 오일 조성물은 총 중량에 중량에 대해서, 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자를 0.01 내지 5 중량%, 0.01 내지 2 중량%, 0.01 내지 1 중량% 또는 0.01 내지 0.5 중량%로 포함하는 것일 수 있다.
- [0100] 상기 범위의 함량으로, 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자를 포함하는 오일 조성물은 과도한 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자를 포함하지 않아 우수한 경제성을 가지면서도, 우수한 윤활 효과 및 우수한 방열 효과를 가질 수 있어 선호될 수 있으나, 이는 작업자의 선택 사항이므로, 제조되는 오일 조성물이 목표로 하는 물성을 만족하는 것이라면, 이를 반드시 제한하는 것은 아니다.
- [0101] 본 개시의 일 양태로서, 상기 오일 조성물에 포함된 오일 혼합물은 통상의 기술자가 인식 가능한 것이라면, 특별히 제한하는 것은 아니며, 일 예로, 광유, 합성유, 유지 및 합성 에스테르유 등에서 선택되는 어느 하나 또는 둘 이상일 수 있으며, 제조되는 오일 조성물이 우수한 윤활 효과, 방열 및 내식성을 가지는 측면에서 합성 에스테르유를 주성분으로 포함하는 것이 선호될 수 있다.
- [0102] 상기 합성 에스테르유는 비제한적인 일 예로서, 다이올 에스테르, 폴리올 에스테르, 디베이스 에스테르, 포스페이트 에스테르 및 포스페이트 에스테르 등에서 선택되는 어느 하나 또는 둘 이상일 수 있으며, 이미 상용화된 제품이 많이 공지되었으므로, 자세한 설명은 생략하도록 한다.
- [0103] 본 개시의 일 양태로서, 상기 오일 조성물은 총 중량에 대해서, 오일 혼합물을 90 중량% 이상, 95 중량% 이상 또는 99 중량% 이상을 포함하는 것일 수 있으며, 상한을 한정하는 것은 아니나, 99.99 중량% 이하 또는 99.9 중량% 이하일 수 있다.
- [0104] 상기 범위의 함량으로 오일 혼합물을 포함하는 오일 조성물은 낮은 생산 단가로 우수한 경제성을 확보하면서도, 우수한 윤활 효과를 가질 수 있어 선호될 수 있지만, 제조되는 오일 조성물의 물성을 저해하는 것이 아니라면, 이를 반드시 제한하는 것은 아니다.
- [0105] 본 개시의 일 양태로서, 상기 오일 조성물은 산화방지제, 분산제, 윤활제, 열 안정제, 기포방지제, 증점제, 분산제 및 유화제로 이루어진 군에서 선택되는 어느 하나 또는 둘 이상의 첨가제를 더 포함하는 것일 수 있다.
- [0106] 상기 첨가제를 더 포함하는 오일 조성물은 내열성, 분산 안정성, 열화 방지성 등을 더욱 향상시킬 수 있으나, 제조되는 오일 조성물의 물성을 저해하는 것이 아니라면, 이를 반드시 제한하는 것은 아니다.
- [0107] 따라서, 본 개시의 일 양태에 따른, 오일 조성물은 우수한 분산 안정성을 가지면서도, 낮은 마찰계수 및 높은 열전도도를 가져, 이를 감속기 오일로 사용한 전기 자동차는 더욱 향상된 주행의 에너지 효율(전비) 및 우수한 안정성을 가질 수 있으므로, 종래의 전기 자동차가 가지는 문제점을 해결하여, 전기 자동차가 시장에서 더욱 높은 경쟁력을 확보할 수 있을 것으로 전망할 수 있다.
- [0109] **그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자 제조**
- [0110] [제조예 1]
- [0111] (실리카 나노입자 제조)
- [0112] 실리카 나노입자는 Stober method로 제조하였다. 구체적으로 250 mL 용량의 베플에 증류수 0.7 mL와 에탄올 40 mL 및 28 중량% 농도의 암모니아수 2.0 mL를 투입한 후, 15 분동안 교반하여 혼합용액을 제조하였다. 이후, 제조된 혼합용액에 테트라에톡시실란(Tetraethyl Orthosilicate, TEOS) 1.1 mL를 적가하였고, 이를 25 °C에서 6 시간 동안 교반을 지속하여, 실리카 나노입자를 합성하였다. 반응이 완료된 후, 합성된 실리카 나노입자는 원심 분리(9,500 rpm, 20분)를 통해 분리하고, 에탄올과 증류수를 이용하여 4회 세척한 후 건조기에서 80 °C로 12시간 건조하여, 실리카 나노입자를 수득하였다. 상기 수득된 실리카나노입자는 아래의 측정결과, 결과적으로 평균

입경(D50)이 80 nm인 것을 확인하였다.

[0113] (표면 실란 개질)

[0114] 100 mL의 증류수에 상기에서 수득된 실리카 나노입자 1.0 g을 투입한 후, 15 분간 초음파 처리하여 균일하게 분산시켰다. 이후, 분산된 용액에 에탄올 100 mL을 추가한 뒤, 교반을 지속하면서, 옥타데실트리메톡시실란(Octadecyltrimethoxysilane, ODTMS) 3mL을 서서히 첨가하고 12시간 동안 교반하여 실리카 나노입자 표면에 실란화 반응(Silylation)을 유도하였다. 실란화 반응 후, 상기 실리카 나노입자 제조의 세척과 동일하게 에탄올 및 탈이온수로 순차적으로 세척하고, 건조하여 실란 표면 개질된 실리카 나노입자(80s-SiO₂)를 수득하였다.

[0115] (산화 그래핀 코팅 실리카 나노입자 제조)

[0116] 산화 그래핀은 Hummers' method를 사용하여 제조하였다. 구체적으로, 흑연(시드마알드리치 사, saint louis)을 평균입경(D50)이 1 mm, 2 mm 및 5 mm인 지르코니아 볼을 혼합한 후, 혼합된 지르코니아 볼을 사용한 볼 밀링 공정으로 48 시간 동안 분쇄하였다. 이후, 볼 밀링된 흑연 2.0 g을 98 중량% 농도의 진한 황산 6 mL, 과황산칼륨(K₂S₂O₈) 0.5 g, 및 오산화인(P₂O₅) 0.5 g을 혼합한 용액에 투입한 뒤 80 °C에서 6 시간 동안 강하게 교반하여, 흑연 용액을 제조하였다. 이후 흑연 용액은 증류수로 희석 후 진공 여과를 통해 회수 및 25 °C에서 건조되었다. 건조된 흑연 1.0 g 및 질산나트륨 0.5 g을 95 중량% 농도의 진한 황산 22.0 mL에 첨가한 후, 4 °C에서 15 분 동안 교반하였다. 이후, 온도를 35 °C로 증가시키면서 과망산칼륨 3.0 g을 천천히 적가하여 슬러리를 형성하였다. 생성된 슬러리에 탈이온수 45 mL를 첨가한 뒤, 온도를 15 °C로 유지하였고, 탈이온수 140 mL, 과산화수소 1.2 mL 및 35.0 중량% 농도의 염산 35.7 mL로 구성된 또 다른 용액을 위의 혼합 용액에 첨가하고, 이를 12 시간 동안 방치하였다. 이후, 상기 혼합액을 탈이온수로 여러번 세척하였고, 이를 원심 분리 및 건조하여, 그래핀옥사이드(Graphene Oxide, GO)를 수득하였다.

[0117] 상기 제조된 그래핀옥사이드를 증류수에 0.5 mg/mL 농도로 희석한 뒤, 상기 희석된 용액을 동결건조기(일신바이오메이스 사, TFD 8501)를 사용하여, 48 시간 동안 동결건조하였다. 상기 동결건조된 그래핀옥사이드를 진공오븐으로 수분을 제거한 후, 플라즈마 장치(APP 사, MyPL-100P)로 대기압 플라즈마 처리하여 플라즈마 환원된 그래핀옥사이드(Plasma-treated reduced Graphene Oxide, PTrGO)를 제조하였다. 이때, 그래핀옥사이드의 플라즈마 처리는 아르곤 2.5 L/min 및 산소 20 sccm의 유량 하에, 200 W의 플라즈마 전력을 적용하여, 음극선관에서 13.56 MHz 무선 주파수의 방전으로 생성된 플라즈마 커튼을 사용하였다.

[0118] 이후, 탈이온수 및 상기 플라즈마 환원된 그래핀옥사이드 0.1 g을 에탄올 35 mL에 분산하여, 3 mg/mL 농도의 분산용액을 제조한 후, 상기에서 제조된 실란 표면 개질된 실리카 나노입자 0.5 g를 추가로 투입하였다. 이후, 6 시간 동안 교반을 진행하여 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자를 제조하였고, 이를 원심분리하고, 에탄올로 3회 세척 후, 80 °C에서 12 시간 건조하여, 그래핀옥사이드가 코팅된 실리카 나노입자(160-SPG)를 수득하였다.

[0120] [제조예 2]

[0121] 상기 제조예 1에서, 실리카 나노입자 제조에 있어서, 옥타데실트리메톡시실란(Octadecyltrimethoxysilane, ODTMS) 1.3 mL, 28 중량% 농도의 암모니아수 2.1 mL 및 증류수 0.9 mL를 사용하는 것을 제외하고는 동일하게 하여, 평균입경(D50)이 160 nm의 실리카 나노입자를 제조하였다.

[0122] 이후 상기 제조된 실리카 나노입자를 상기에서 설명한 제조예 1과 동일하게 하여, 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자(160-SPG)를 수득하였다.

[0124] [제조예 3]

[0125] 상기 제조예 1에서, 실리카 나노입자 제조에 있어서, 옥타데실트리메톡시실란(Octadecyltrimethoxysilane, ODTMS) 1.5 mL, 28 중량% 농도의 암모니아수 2.2 mL 및 증류수 1.8 mL를 사용하는 것을 제외하고는 동일하게 하여, 평균입경(D50)이 240 nm의 실리카 나노입자를 제조하였다.

[0126] 이후 상기 제조된 실리카 나노입자를 상기에서 설명한 제조예 1과 동일하게 하여, 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자(240-SPG)를 수득하였다.

[0128] [제조예 4]

[0129] 상기 제조예 2에서, 플라즈마 환원된 그래핀옥사이드를 사용하는 대신, 플라즈마 처리되지 않는 그래핀옥사이드를 사용하는 것을 제외하고는 동일하게 하여, 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자를 수득하였다.

[0131] 실험예 1: 형태학적 특성 측정

[0132] 상기 제조예 1 내지 3에서 제조된 실리카 나노입자, 실란 표면 개질된 실리카 나노입자 및 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자를 전계방사 주사전자현미경(FE-SEM, JEOL사, S-4800) 및 투과 전자현미경(TEM; Hitachi, HF5000)을 사용하여 촬영하였으며, 촬영된 실리카 나노입자의 SEM 이미지에서 10 개의 실리카 나노입자 입경을 측정한 후, 평균을 산출하여 실리카 나노입자의 평균입경(D50)을 측정하였다.

[0133] 상기 제조예 1에서 제조된 실리카 나노입자, 실란 표면 개질된 실리카 나노입자 및 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자(80-SPG)의 SEM 이미지 및 TEM 이미지는 하기 도 2에 나타내었으며, 이때, 하기 도 2에서, 제조예 1에서 제조된 실리카 나노입자의 SEM 이미지는 a), 실란 표면 개질된 실리카 나노입자의 SEM 이미지는 b) 및 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자(80-SPG)의 SEM 이미지는 c)로 나타내었고, 제조예 1에서 제조된 실리카 나노입자의 TEM 이미지는 d), 실란 표면 개질된 실리카 나노입자의 TEM 이미지는 e) 및 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자(80-SPG)의 TEM 이미지는 f)로 나타내었다.

[0134] 상기 도 2와 같이, 제조예 2에서 제조된 실리카 나노입자, 실란 표면 개질된 실리카 나노입자 및 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자(160-SPG)의 SEM 및 TEM 이미지는 하기 도 3에 나타내었고, 제조예 3에서 제조된 실리카 나노입자, 실란 표면 개질된 실리카 나노입자 및 환원 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자(240-SPG)의 SEM 및 TEM 이미지는 하기 도 4에 나타내었다.

[0136] 하기 도 2 내지 도 4를 보면, 제조예 1 내지 3에서 제조된 실리카 나노입자는 구형 모양을 가지는 것을 확인할 수 있으며, 이로 인하여, 이를 포함하는 오일 조성물에 볼베어링 효과로 마찰력을 더욱 저하가 가능할 것으로 판단할 수 있다. 또한 상기 제조예 1 내지 3에서, 제조된 실리카 나노입자는 간단하게 평균입경(D50)을 조절할 수 있으며, 또한 하기 도 2 내지 도 4를 확인하면, 실리카 나노입자가 실란 표면 개질되고, 또한 그래핀옥사이드 코팅 후, 실리카 입자의 구형을 유지하는 것을 확인하였다.

[0137] 즉, 상기 제조예 1 내지 3에서 제조된 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자는 실리카 나노입자의 구형 모양 및 평균입경(D50)을 크게 변형하지 않을 수 있으며, 하기 도 2 내지 4의 SEM 및 TEM 이미지와 같이, 실리카 나노입자가 전 표면적으로 실란화 개질될 뿐 아니라, 그래핀옥사이드가 실리카 나노입자의 표면 총 면적에 대해서, 약 90 % 이상으로 코팅된 것을 확인하였다.

[0139] 실험예 2: X-선 분광법(EDS, Energy Dispersive Spectroscopy) 측정

[0140] 상기 제조예 1 내지 3에서 제조된 실리카 나노입자, 실란 표면 개질된 실리카 나노입자 및 산화 그래핀 코팅 실리카 나노입자와, 그 외 그래핀옥사이드 및 플라즈마 환원된 그래핀옥사이드(Plasma-treated reduced Graphene Oxide, PTrGO)를 상기에서 설명한 SEM/TEM 측정에서, EDS 모드를 사용하여 측정하였으며, 구체적으로 측정샘플에 조사하고, 10.0 μ A 및 가속전압 10.0 kV의 전자빔을 조사하여, 측정샘플에서 방출된 X-ray의 EDS 측정결과로부터, 계산된 측정샘플의 Si, C 및 O의 원자함량을 하기 표 1에 나타내었다.

표 1

[0142]

	원자	Si	C	O
	단위	at%		
제조예 1	SiO ₂	36.2	5.5	58.3
	s-SiO ₂	28.2	25.9	45.9
	80-SPG	20.2	67.6	12.2
제조예 2	SiO ₂	33.9	5.0	61.1
	s-SiO ₂	26.4	21.2	52.4
	160-SPG	18.8	62.7	18.5
제조예 3	SiO ₂	31.6	5.2	63.2
	s-SiO ₂	22.8	20.1	57.1
	240-SPG	18.2	58.3	23.5
GO		-	59.6	40.4
PTrGO		-	92.1	7.9

- [0144] 상기 표 1을 보면, 제조예 1 내지 제조예 3에서, 실리카 나노입자가 실란 표면 개질되면, 탄소수가 증가되어, 성공적으로 실란 처리된 것을 확인할 수 있으며, 또한 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자(SPG)에서 탄소원자 함량이 증가하는 것을 확인하였다.
- [0145] 또한 상기 표 1을 보면, 플라즈마 환원된 산화 그래핀은 일반적인 산화 그래핀 대비, 탄소 함량이 증가하는 것을 확인하였으므로, 제조된 1 내지 3에서 제조된 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자가 더욱 향상된 소수성을 가지는 것을 확인하였다.
- [0147] 실험예 3: 푸리에 변환 적외선 분광법(Fourier-transform infrared spectroscopy)
- [0148] 제조예 2에서 제조된 실리카 나노입자, 실란 표면 개질된 실리카 나노입자 및 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자와, 그 외 그래핀옥사이드 및 플라즈마 환원된 그래핀옥사이드(Plasma-treated reduced Graphene Oxide, PTrGO)를 푸리에 변환 적외선 분광기(FT-IR; Thermo Scientific, Nicolet iS10 spectrometer)을 사용하여 측정하였고, 그 결과를 하기 도 5에 나타내었다.
- [0150] 실험예 4: 라만 분광법(Raman spectroscopy)
- [0151] 제조예 2에서 제조된 실리카 나노입자, 실란 표면 개질된 실리카 나노입자 및 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자와, 그 외 그래핀옥사이드 및 플라즈마 환원된 그래핀옥사이드(Plasma-treated reduced Graphene Oxide, PTrGO)를 라만 분광기(Raman, Ocean Optics, QE Pro)를 사용하여 측정하였고, 그 결과를 하기 도 6에 나타내었다.
- [0153] 하기 도 5를 확인하면, 실리카 나노입자(SiO_2)의 FR-IR 스펙트럼에서, Si-O-Si 피크가 검출되었고, 또한 실란 표면 개질된 실리카 나노입자(s- SiO_2)의 FT-IR 피크에서, Si-O-Si 피크와 같이, Si-O-C 및 C-H 피크가 검출되어, 실리카 나노입자를 유지하며, 표면에 실란이 개질된 것을 확인하였다.
- [0154] 또한 하기 도 5에서, 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자의 FT-IR 스펙트럼을 확인하면, 실란의 특징적인 피크는 감소하면서, 플라즈마 환원된 그래핀옥사이드(PTrGO) 피크가 증가하는 것을 확인하였고, 하기 도 6의 라만 스펙트럼으로, 그래핀의 구조를 분석한 결과, 플라즈마 환원된 그래핀옥사이드(PTrGO)의 D 대 G밴드의 강도 비율(I_D/I_G)을 보였으므로, 제조예 2의 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자는 표면에 플라즈마 환원된 그래핀옥사이드가 코팅된 것을 확인하였다.
- [0155] 따라서, 상기 제조예 2에서 제조된 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자(160-SPG)는 실리카 나노입자의 형태를 유지하며, 표면에 환원된 그래핀옥사이드가 잘 코팅된 것을 확인하였고, 또한 제조예 1 및 제조예 2에서 제조된 산화 그래핀 코팅 실리카 나노입자도 동일하게 플라즈마 환원된 그래핀옥사이드가 잘 코팅된 것을 시사할 수 있다.
- [0157] **오일 조성물 제조**
- [0158] [실시예 1]
- [0159] 혼합기에 투입물 총 량에 대해서, 에스테르유 주성분으로 하는 오일 혼합물(현대모비스 사, ATF SP4M-1) 99.9 중량% 및 상기 제조예 1에서 제조된 산화 그래핀 코팅 실리카 나노입자(80-SPG) 0.1 중량%를 투입한 후, 충분히 교반하여, 오일 조성물을 제조하였다.
- [0161] [실시예 2]
- [0162] 상기 실시예 1에서, 제조예 1에서 제조된 환원 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자(80-SPG) 대신, 제조예 2에서 제조된 환원 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자(160-SPG)를 투입한 것을 제외하고는 동일하게 하여, 오일 조성물을 제조하였다.
- [0164] [실시예 3]
- [0165] 상기 실시예 1에서, 제조예 1에서 제조된 환원 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자(80-SPG) 대신, 제조예 3에서 제조된 환원 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자(240-SPG)를 투입한 것을 제외하고는 동일하게 하여, 오일 조성물을 제조하였다.
- [0167] [실시예 4]
- [0168] 상기 실시예 1에서, 제조예 1에서 제조된 환원 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자(160-SPG) 대신, 제조예 4

에서 제조된 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자를 투입한 것을 제외하고는 동일하게 하여, 오일 조성물을 제조하였다.

[0170] [비교예 1]

[0171] 상기 실시예 1에서, 사용된 에스테르유 주성분으로 하는 오일 혼합물만을 사용하였고, 이를 DLO(Decelerator oil)로 명명하였다.

[0173] [비교예 2]

[0174] 상기 실시예 2에서, 제조예 1에서 제조된 환원 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자(80-SPG) 대신, 제조예 2에서 제조된 실리카 나노입자(160-SiO₂)를 사용한 것을 제외하고는 동일하게 하여, 오일 조성물을 제조하였다.

[0176] 실험예 5: 마찰계수 측정

[0177] 상기 실시예 1 내지 4 및 비교예 1 내지 2의 오일 조성물을 왕복모드 시험평가장비(Tribology TE-77, Phoenix)를 사용하여 실험을 진행하였으며, 상온조건에서 load는 200 N, reciprocating 주파수는 5 Hz로 진행하였다. 측정은 30분 동안 진행하였고, 5 mm 스트로크를 사용하여 마찰계수를 측정하였으며, 그 결과를 하기 표 2 및 하기 도 7에 나타내었다.

[0179] 실험예 6: 열전도도 측정

[0180] 상기 실시예 1 내지 4 및 비교예 1 내지 2의 오일 조성물을 시험평가장비(THW-L2, ThermTest)를 사용하여 실험을 진행하였으며, Transient Plane Source(TPS) 방법으로 측정하였다. 이후, 측정된 열전도도 결과를 하기 표 2 및 하기 도 8에 나타내었다.

[0182] 실험예 7: 분산안정성 측정

[0183] 상기 실시예 1 내지 4 및 비교예 1 내지 2의 오일 조성물을 14일 동안 정치한 후, 정치된 오일 조성물을 하기 식 1로 계산하여 분산 안정성(R)을 측정하였고, 그 결과를 하기 표 2 및 도 9에 나타내었다.

[0184] [식 1]

[0185] 분산 안정성 = 14일 방치 후, 오일 조성물에 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자가 분산되어 있는 하등액 높이(cm)/오일 조성물의 초기 높이(cm)

[0187] 실험예 8: 전기 자동차 주행 거리 측정

[0188] 상기 실시예 1 내지 4 및 비교예 1 내지 2의 오일 조성물을 전기 자동차(Hyundai 사, Ioniq 6)의 감속기 오일로 사용한 후, 전기 자동차를 기온 18 내지 22 °C, 습도 50 내지 60 % 및 주행 속도 65 내지 75 km/h로 주행하여, 전기 자동차의 주행의 에너지 효율(전비, km/kWh)를 측정하였고, 그 결과를 하기 표 2에 나타내었다.

[0190] 실험예 9: 점도 측정

[0191] 25 °C 에서, 상기 실시예 1 내지 4 및 비교예 1 내지 2의 오일 조성물을 컵과 실린더가 포함된 레오미터 장비(Anton Paar 사, MCR 102e)를 사용하여 점도를 측정하였다. 구체적으로 상기 레오미터 장비의 실린더 지름은 17 mm, 높이는 25 mm이고, 컵의 지름은 18 mm 규격을 사용하였다. 상기 레오미터 장비의 컵과 실린더의 간격은 1 mm로 설정하였으며, 상기 실시예 및 비교예에서 제조한 오일 조성물을 컵에 넣은 뒤 전단응력(s⁻¹)을 10 내지 1000 s⁻¹까지 변화시키면서 측정하였다. 이후, 상기 해당 전단응력 범위에서 측정된 점도 측정값을 평균내어 최종 점도 측정값을 도출하였다.

표 2

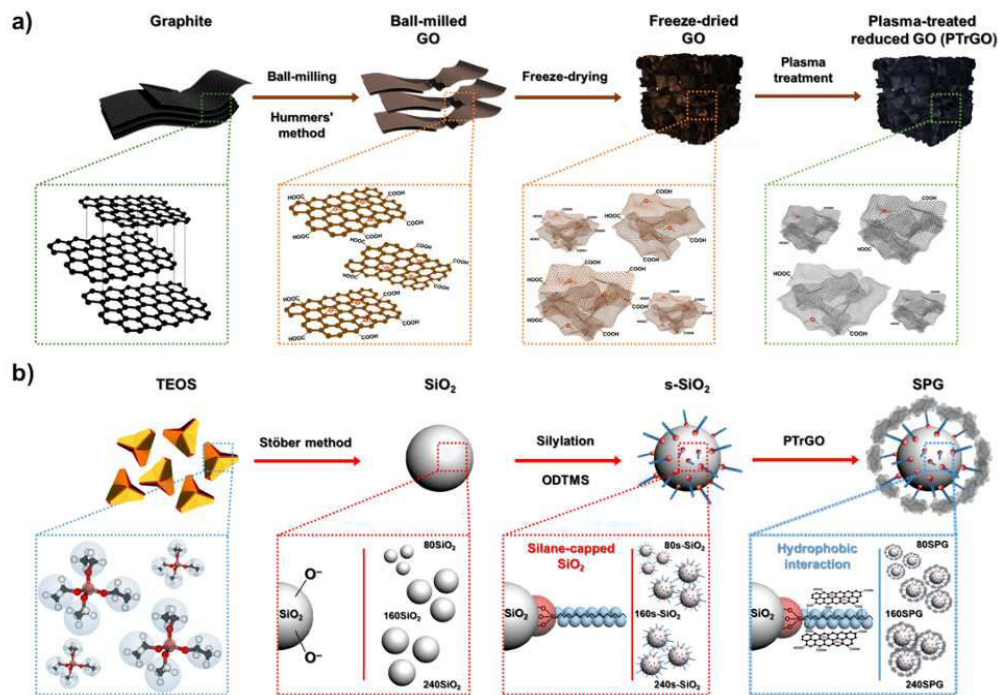
[0193]

	점도 (Pa · s)	마찰계수	열전도도 (W/m · k)	분산 안정성	전기 자동차 전비 (km/kWh)
실시예 1	35.449	0.066	0.280	0.84	6.0
실시예 2	37.095	0.067	0.278	0.81	6.9
실시예 3	41.699	0.075	0.256	0.72	6.2
실시예 4	38.420	0.069	0.245	0.50	6.1
비교예 1	38.420	0.080	0.240	-	5.5
비교예 2	36.942	0.065	0.243	0.57	6.1

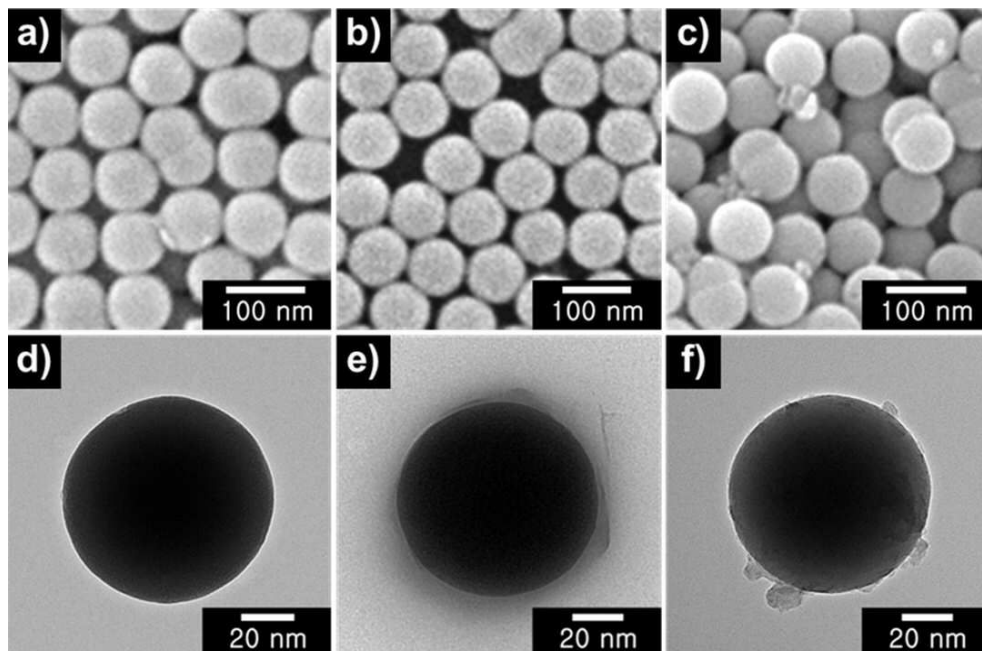
- [0194] 상기 표 2에서, 실시예 1 내지 4의 오일 조성물은 점도가 30 내지 50 Pa·s로 점도가 크게 상승되지 않으면서도, 마찰계수가 0.08 이하 및 열전도도가 0.245/m·k 이상을 가지는 것을 확인하였다.
- [0195] 하기 도 7을 보면, 실시예 1 내지 4에서 제조된 오일 조성물은 비교예 1의 오일 조성물 대비, 약 6.3 % 이하, 약 10 % 이하, 약 15 % 이하로 마찰계수가 저하된 것을 확인할 수 있다.
- [0196] 하기 도 8을 보면, 실시예 1 내지 4에서 제조된 오일 조성물은 열전도도가 0.245 W/m·k 이상을 가지고, 비교예 1의 오일 조성물 대비, 2.0 % 이상, 5.0 % 이상, 6.0 % 이상, 10.0 % 이상, 15.0 % 이상 또는 16.0 % 이상으로, 열전도도가 상승된 것을 확인하였다.
- [0197] 즉, 상기 실시예 1 내지 4에서 제조된 오일 조성물은 비교예 1의 오일 조성물 대비, 마찰계수를 저하시키는 윤활 효과가 우수하므로, 이를 전기 자동차의 감속기 오일로 적용할 시, 전기 자동차의 전비가 상승되는 것을 확인할 수 있다.
- [0198] 또한, 상기 실시예 1 내지 4에서 제조된 오일 조성물은 비교예 1 및 비교예 2에서 제조된 오일 조성물 대비, 앞서 설명한 바와 같이, 높은 열전도도를 가지므로, 이를 전기 자동차의 감속기 오일로 적용할 시, 고속 회전으로 모터에서 발생하는 높은 열 에너지를 쉽게 방지할 수 있다.
- [0199] 상기 표 2를 확인하면, 실시예 1 내지 4의 오일 조성물은 상기에서 설명한 낮은 마찰계수를 가지면서도, 향상된 열전도도를 가질 수 있을 뿐 아니라, 오일 조성물에 분산된 환원 그래핀옥사이드 코팅 실리카 나노입자가 우수한 장기 분산 안정성을 가지고, 특히 실시예 1 내지 3의 오일 조성물이 더욱 향상된 분산 안정성을 가지는 것을 확인하였다.
- [0200] 따라서, 상기 실시예 1 내지 3의 오일 조성물은 장기 보관성이 우수하고, 초기 성능이 저하되지 않을 수 있다.
- [0201] 이로써, 본 개시의 일 양태에 따른, 상기 오일 조성물은 우수한 윤활 효과 및 우수한 방열효과를 동시에 가지면서도, 우수한 장기 분산 안정성을 가질 수 있으므로, 전기 자동차의 감속기 오일로 용이하게 사용할 수 있다.
- [0202] 이상 본 개시의 실시예를 설명하였으나, 본 개시는 상기 실시예들에 한정되는 것이 아니라 서로 다른 다양한 형태로 제조될 수 있으며, 본 개시가 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자는 본 개시의 기술적 사상이나 필수적인 특징을 변경하지 않고서 다른 구체적인 형태로 실시될 수 있다는 것을 이해할 수 있을 것이다. 그러므로 이상에서 기술한 실시예들은 모든 면에서 예시적인 것이며 한 정적이 아닌 것으로 이해해야만 한다.

도면

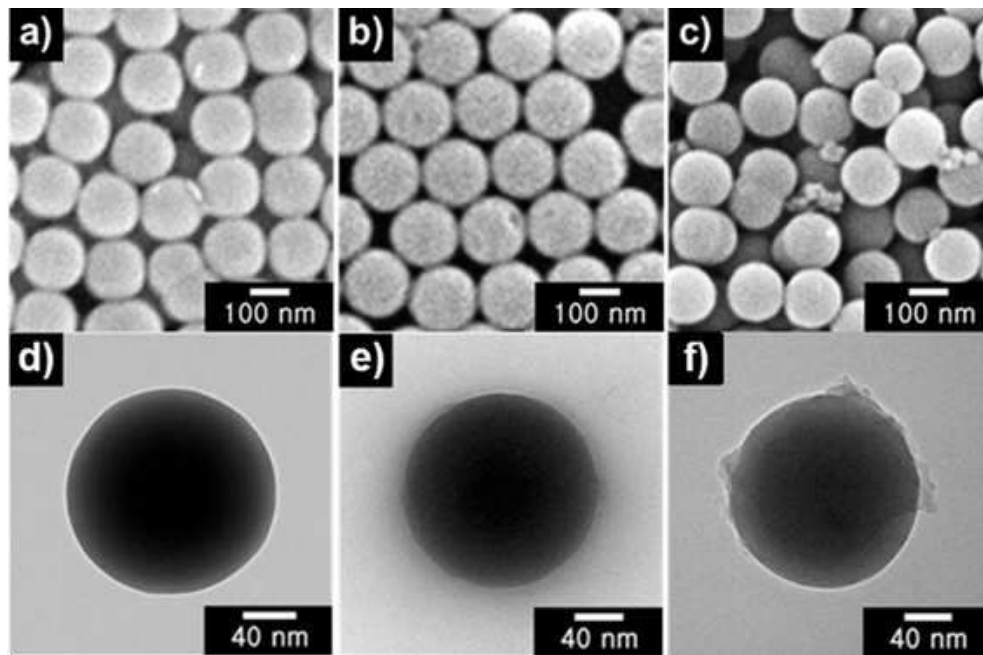
도면1



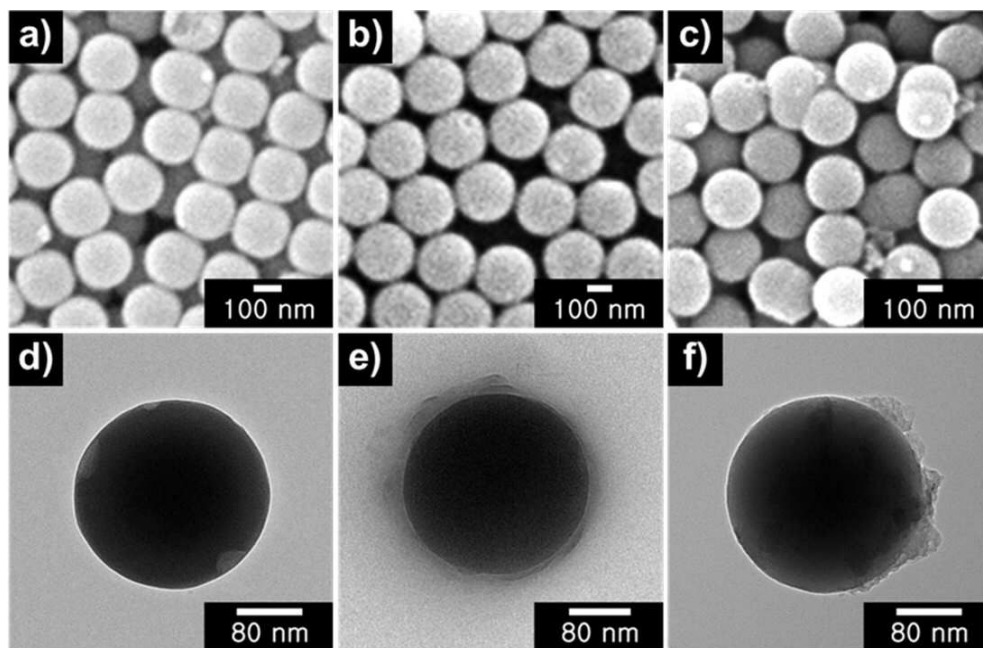
도면2



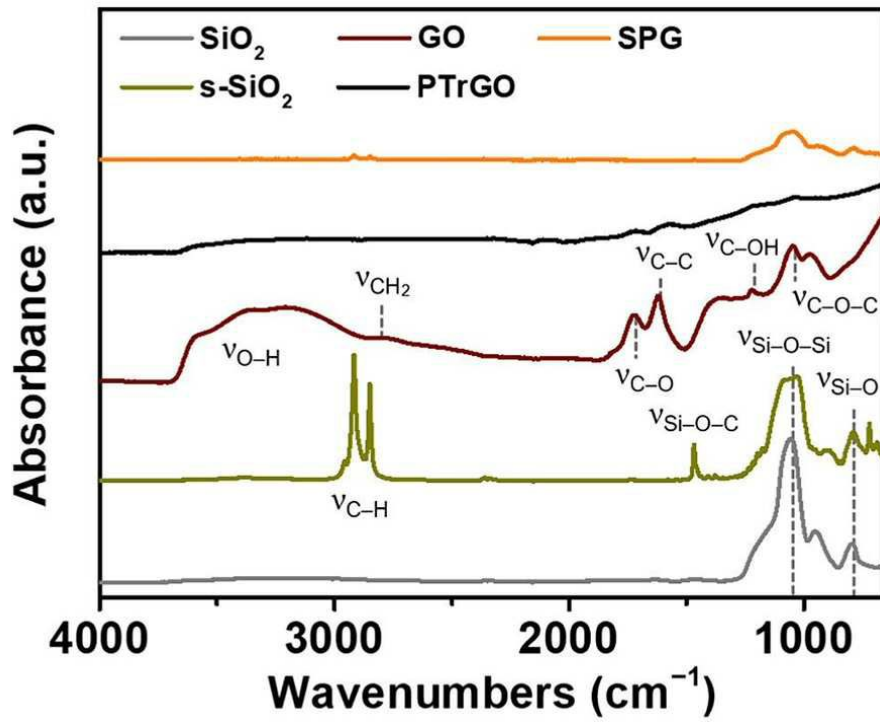
도면3



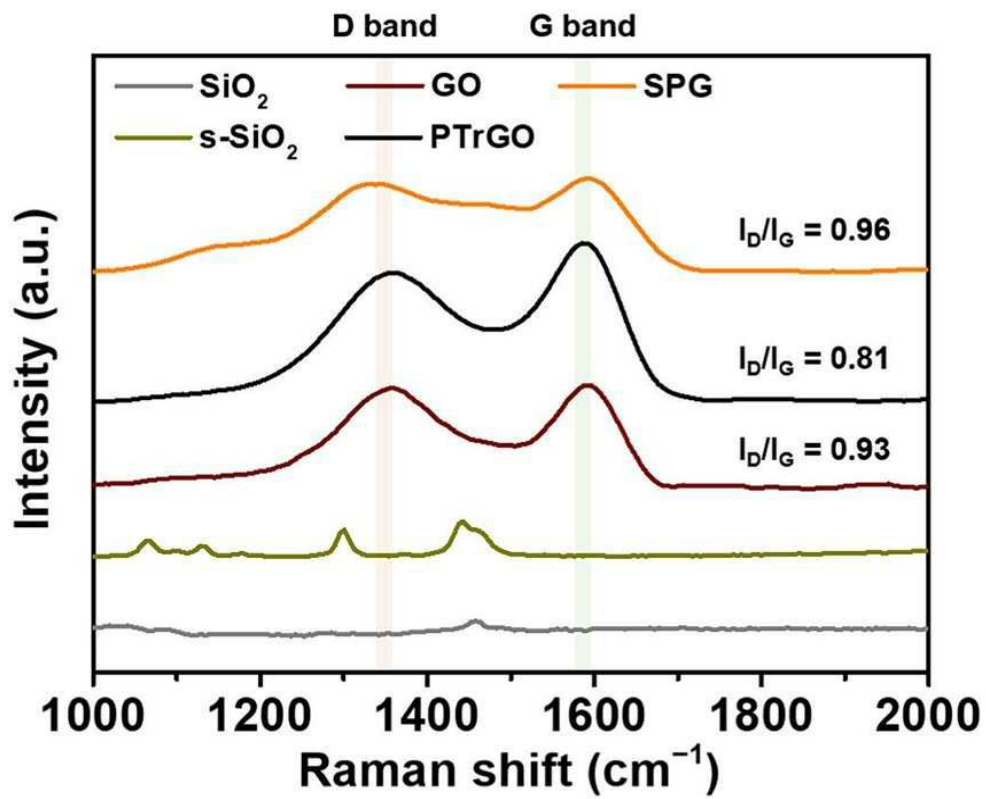
도면4



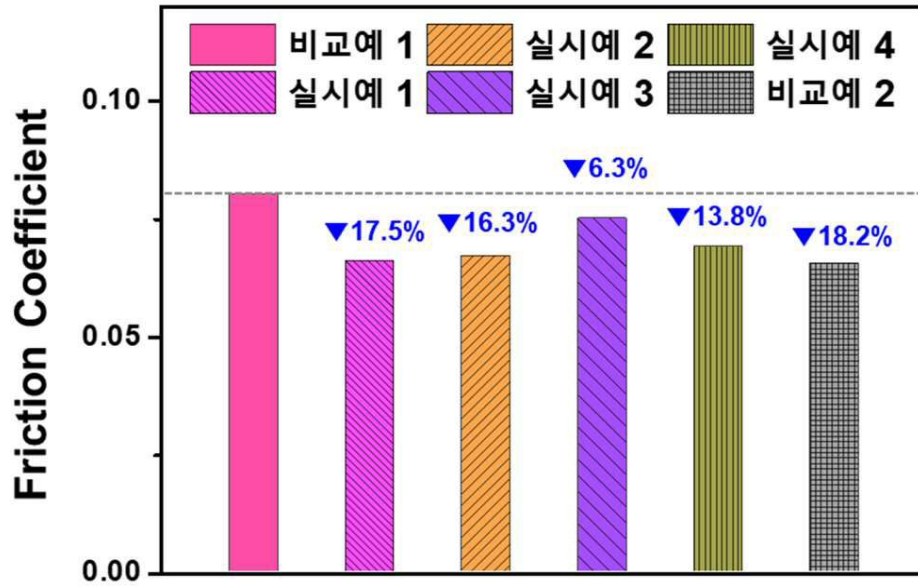
도면5



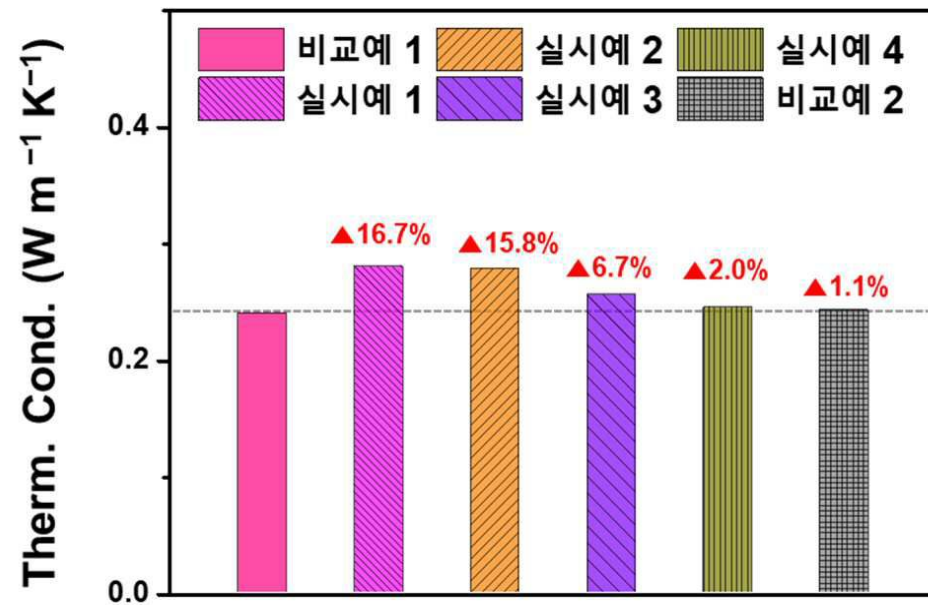
도면6



도면7



도면8



도면9

