



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2017년03월22일
(11) 등록번호 10-1715317
(24) 등록일자 2017년03월06일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C08L 23/06 (2006.01) B29B 11/10 (2006.01)
C08J 9/16 (2006.01) C08K 7/02 (2006.01)
C08K 7/22 (2006.01) C08L 23/08 (2006.01)

(52) CPC특허분류
C08L 23/06 (2013.01)
B29B 11/10 (2013.01)

(21) 출원번호 10-2015-0139556
(22) 출원일자 2015년10월05일
심사청구일자 2015년10월05일

(56) 선행기술조사문헌
KR1020150083332 A*
JP2009527593 A
KR101350949 B1
YanJun Xu et al. Creep Analysis of Bamboo High-Density Polyethylene Composites: Effect of Interfacial Treatment and Fiber Loading Level. Polymer Composites. Wiley Online Library. 11 April 2011, Vol. 3*
*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
주식회사 서연이화
서울특별시 강남구 테헤란로 208, 11층 (역삼동, 안제타워)
공주대학교 산학협력단
충청남도 공주시 공주대학로 56 (신관동)

(72) 발명자
지상규
세종특별자치시 만남로 92, 806동 404호 (고운동, 가락마을 8단지)
김연철
충청남도 천안시 서북구 월봉4로 120-16, 512동 503호 (쌍용동, 월봉일성아파트)
이종원
경기도 평택시 고덕면 서동대로 2651, 302동 150 3호 (태평아파트)

(74) 대리인
특허법인 정안

전체 청구항 수 : 총 6 항

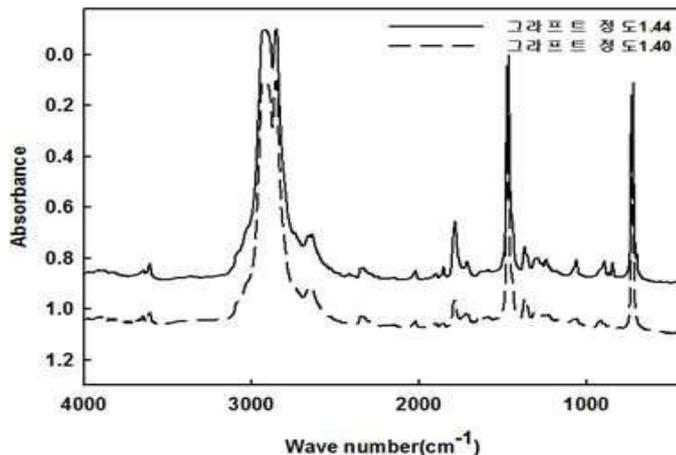
심사관 : 박지한

(54) 발명의 명칭 발포체 조성물 및 그 제조방법

(57) 요약

본 발명은 발포체 조성물 및 그 제조방법에 관한 것으로, 구체적으로 열팽창성 마이크로 캡슐이 적용된 고밀도폴리에틸렌-양마 섬유 발포체 조성물에 관한 것이다. 상기 발포체 조성물은 자동차 내장 부품 소재에 적용하기 위해 친환경 경량화가 가능하며, 이러한 발포체 조성물은 고밀도 폴리에틸렌(high density polyethylene, HDPE)-양마 섬유((Kenaf fiber, KF) 복합체 및 HDPE-양마 섬유 복합체에 열팽창성 마이크로캡슐(thermal expandable microcapsule, EMC)이 적용된 발포체 조성물에 관한 것으로서, 더욱 상세하게는 HDPE-양마 섬유 복합체의 상용성을 최적화하여 기계적 물성을 향상시킬 수 있고, 발포체인 EMC가 HDPE-양마 섬유 복합체의 발포를 위해 적용될 때 발포 효율이 최대화될 수 있도록 그래프트율이 1.40을 초과하는 상용화제인 PE-g-MAH를 포함한다.

대표도



(52) CPC특허분류

C08J 9/16 (2013.01)

C08K 7/02 (2013.01)

C08K 7/22 (2013.01)

C08L 23/0869 (2013.01)

C08L 2207/062 (2013.01)

공지예외적용 : 있음

명세서

청구범위

청구항 1

고밀도 폴리에틸렌(high density polyethylene, HDPE) 및 천연섬유를 포함하는 복합소재, 상용화제인 폴리에틸린-g-무수말레인산(PE-g-MAH) 및 열팽창성 마이크로캡슐(EMC)를 포함하며,

상기 상용화제인 폴리에틸린-g-무수말레인산은 그래프트율이 40% 초과 50% 미만인 발포체 조성물.

청구항 2

제 1항에 있어서,

상기 천연섬유는 마섬유, 사이잘(sisal) 및 대나무(Bamboo Fiber) 섬유로 이루어진 군으로부터 선택된 어느 하나 이상의 것인 발포체 조성물.

청구항 3

삭제

청구항 4

제 1항에 있어서,

상기 천연섬유는 발포체 조성물의 전체 중량을 기준으로, 15 내지 50 중량%인 것인 발포체 조성물.

청구항 5

제 1항에 있어서,

상기 열팽창성 마이크로캡슐(EMC)는 발포체 조성물의 전체 중량을 기준으로, 1 내지 10 중량%이며,

상기 발포체 조성물의 비중이 0.8 이하인 발포체 조성물.

청구항 6

삭제

청구항 7

제1항, 제2항, 제4항 및 제5항 중 어느 한 항에 따른 발포체 조성물을 포함하는 자동차 부품 소재.

청구항 8

1) 폴리에틸린-g-무수말레인산(PE-g-MAH)을 이축압출기를 이용하여 반응 압출하는 단계; 및

2) 상기 1) 단계의 폴리에틸린-g-무수말레인산(PE-g-MAH), 고밀도 폴리에틸렌(high density polyethylene, HDPE) 및 천연섬유를 포함하는 복합소재 및 열팽창성 마이크로캡슐(EMC)를 혼합하는 단계를 포함하며,

상기 상용화제인 폴리에틸린-g-무수말레인산은 그래프트율이 40% 초과 50% 미만인 발포체 조성물의 제조방법.

발명의 설명

기술분야

본 발명은 발포체 조성물 및 그 제조방법에 관한 것으로, 구체적으로 고밀도 폴리에틸렌(high density polyethylene, HDPE)-천연섬유 발포체 조성물에 관한 것이다. 상기 발포체 조성물은 폴리올레핀 중 발포가 상대

[0001]

적으로 용이한 고밀도 폴리에틸렌(HDPE)에 열팽창성 마이크로캡슐(Thermal expandable micro capsule, EMC)를 적용하여 발포에 따른 경량화를 구현하고 기계적 물성의 저하를 방지하기 위해 보강제로 친환경 천연섬유를 적용한 것으로, 자동차 내장재용 친환경 경량 소재로 사용 가능한 발포체 조성물에 관한 것이다.

배경 기술

- [0002] 자동차의 친환경화는 크게 2가지 측면으로 구분할 수 있는데, 첫째, 자동차 내/외장 부품소재의 경량화가 있으며, 둘째로는 총 탄소 관리 측면에서 생산, 폐기시에 CO₂ 발생량이 적은 천연소재를 사용하여 부품을 제조하는 방법이 있다. 결국, 천연소재를 사용한 경량부품을 제조하여 연비향상, 배기가스 배출량 감소를 시킬 수 있다면 가장 친환경화를 이루는 부품이라 할 수 있으며, 이를 만족시킬 수 있는 대표적인 소재는 천연섬유강화 복합소재(Natural fiber reinforced plastics, NFRP) 이다.
- [0004] 기존 다양한 산업에 널리 상용하고 있는 복합소재는 열가소성 및 열경화성 수지를 매트릭스로 하고 유리섬유를 보강제로 하는 유리섬유강화 복합소재(Glass fiber reinforced plastics)는 1940년대에는 불포화 폴리에스터에 유리섬유를 함께 적용하면서 활용되기 시작하였고 지금까지 자동차를 비롯하여 선박 등 수송산업, 스포츠 밀 레저, 전자재료, 국방소재 등 다양한 산업분야에 활용되고 있다. 하지만 유리섬유강화 복합소재의 보강제로 사용되고 있는 유리섬유는 자연환경 내에서 쉽게 분해되지 않을뿐더러 비중이 높아 자동차 부품에 적용시 연비감소 및 이산화탄소 배출 증가라는 문제점을 가지고 있다. 또한 작업시 유리분진이 발생하여 작업자의 인체에 유해하며, 재활용도 어렵기 때문에, 환경에 대한 사회적 인식의 변화 및 이에 따른 환경 규제의 강화와 함께 이러한 소재의 활용이 점점 제한을 받고 있는 추세이다.
- [0006] 이러한 단점들을 해결하고자 1989년 독일의 Deutsches Zentrum für Luft und Raumfahrt Institute of Structural Mechanics는 Kenaf(양마), flax(아마), hemp(대마), ramie(모시) 등의 천연섬유(natural fiber)를 고분자수지의 보강섬유로 도입한다는 획기적인 방법을 제안했고, 기존에 사용되던 유리섬유 복합소재에 버금가는 물성을 구현하여 천연섬유 고분자 복합소재의 근간을 마련하였다. 현재 실용화에 대한 연구를 주로 실행하고 있는 기업체들은 천연섬유 복합재료를 자동차의 내장재와 외장재로 적용하여 고성능 바이오 복합재료를 개발하기 위해 노력하고 있다.
- [0008] 대표적으로 독일 Mercedes-benz사는 천연섬유 복합재료를 승용차의 내장재 및 외장재에 실제로 적용하고 있으며, 버스, 전철 등에 이를 적용하는 과생 연구도 활발히 추진 중이다. 아시아에서는 주로 한국, 일본, 중국, 인도에서 연구가 진행되고 있으며 이중 일본이 가장 활발하게 연구개발과 실용화를 추진하고 있다. 천연섬유 복합재료의 실용화에 대해서는 일본의 Toyota 자동차회사에서는 Kenaf와 폴리유산(PLA)으로 만들어진 천연섬유 복합재료를 2005년 처음으로 승용차 내장재로 적용하였고, 2007년에는 Kenaf를 활용한 i-Unit concept라는 자동차를 전시회에 발표하였다.
- [0010] 국내에서는 특허출원 제10-2007-702184호는 열가소성섬유로 이루어진 기지재와 열가소성 유기섬유 및 천연섬유를 보강섬유로 사용하여 이들을 다양한 조성비로 혼합하여 멀티층을 이루고, 경량화된 복합판재를 제공하는 천연섬유를 함유한 자동차 내장재용 경량복합판재에 관한 것들이며, 한국특허출원 제10-2009-0041887호는 연속상의 열가소성 폴리올레핀 발포시트 및 열경화성 폴리올레핀 발포시트에 합성섬유와 천연섬유를 혼합하고 열롤러를 이용하여 밀도를 향상시킨 박막시트 형태의 보강층을 포함한 경량성 다층 구조물 및 이의 제조방법에 관한 것으로, 천연섬유 복합재료를 자동차의 내장재와 외장재로 적용하여 고성능 바이오 복합재료를 개발하고 있다.
- [0012] 이와 같은 자동차 부품소재의 친환경 소재의 적용과 더불어 경량화를 위한 주요 요구기술 개발 노력이 필요하며, 주요 요소기술 중의 하나가 폴리올레핀 발포기술로써, 폴리올레핀 중에서도 발포에 상대적으로 용이한 HDPE에 대한 기술개발 및 응용이 추진 중에 있다. HDPE는 현재 세계적으로 가장 많이 보급되어 사용되는 플라스틱 재료 중 하나로써 인체에 무해하고 화학약품에 대한 안정성이 우수하며, 저가이면서도 가공이 용이하고 기계적 물성 또한 우수하기 때문에 우리들의 일상 생활용품은 물론 산업용으로도 널리 사용되고 있다.
- [0014] 한편, 천연섬유의 일종인 마섬유(kenaf, Jute, Hemp, Flax)는 기존 복합재료의 보강제로 사용되고 있는 유리섬유에 견줄만한 물성을 가지고 있을 뿐만 아니라, 밀도가 낮기 때문에 경량소재 제조에 적합하며, 자연에서 쉽게 분해가 되기 때문에 환경친화적인 재료라고 할 수 있다.
- [0016] 다만, 천연섬유가 HDPE에 보강제로 사용될 때 앞에서 언급한 바와 같이 두 소재간의 상용성이 가장 큰 문제로 작용할 수 있다. 비극성 소재인 HDPE와 극성 소재인 천연섬유 사이의 상용성이 저하되면 기계적 물성 감소와 함께 두 소재가 개별적으로 작용하여 발포에 부정적인 요소로 작용하게 된다.

[0018] 이와 같은 문제 해결을 위해, 상업적으로 생산되어 판매되고 있는 PE-g-MAH를 구매하여 상용화제로 적용한 결과 상대적으로 낮은 함량의 마섬유(15wt% 이하)가 적용된 HDPE/Kenaf 복합체의 경우 상용성 개선에 충분한 효과가 있으나 그 이상의 고 마섬유 함량의 복합체에서는 상용성 개선이 충분하지 못하여 기계적 물성과 발포거동 향상이 충분하지 못하게 나타났다.

[0019] 이에, 친환경 소재를 자동차 부품 소재로 적용하며, 자동차 부품 소재로 사용하기 위한 충분한 기계적 물성 및 발포 거동을 향상시킨 소재에 대한 연구가 필요한 실정이다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0020] 본 발명은 발포체 조성물 및 그 제조방법에 관한 것이다.

[0022] 본 발명의 목적은 기계적 물성 및 발포율이 자동차 부품소재로 적용하기 충분한 천연섬유가 20 중량% 이상 포함된 고밀도폴리에틸렌-천연섬유 발포체 조성물에 관한 것이다.

[0024] 본 발명의 또 다른 목적은 발포체 조성물의 비중이 기존 HDPE 대비 15% 이상 낮은 0.8g/10min 이하로 조절이 가능한 EMC가 적용된 고밀도폴리에틸렌-천연섬유 발포체 조성물로 친환경 경량화가 가능한 자동차 부품 소재에 적용하는 것에 관한 것이다.

[0026] 본 발명의 일 구현예로 고밀도 폴리에틸렌(high density polyethylene, HDPE) 및 천연섬유를 포함하는 복합소재, 상용화제인 폴리에틸렌-g-무수말레인산(PE-g-MAH) 및 열팽창성 마이크로캡슐(EMC)를 포함하는 것인 발포체 조성물에 관한 것이다.

[0028] 본 발명의 일 구현예로 상용화제인 폴리에틸렌-g-무수말레인산(PE-g-MAH)는 그래프트율이 40% 초과 50% 미만인 발포체 조성물에 관한 것이다.

[0030] 본 발명의 일 구현예로 천연섬유는 발포체 조성물의 전체 중량을 기준으로, 15 내지 50 중량%인 것인 발포체 조성물에 관한 것이다.

[0032] 본 발명의 일 구현예로 열팽창성 마이크로캡슐(EMC)는 발포체 조성물의 전체 중량을 기준으로, 1 내지 10 중량%이며, 상기 발포체 조성물의 비중이 0.8 이하인 발포체 조성물에 관한 것이다.

[0034] 삭제

과제의 해결 수단

[0035] 본 발명의 실시예들은 당해 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 본 발명을 더욱 완전하게 설명하기 위하여 제공되는 것이며, 하기 실시예는 여러 가지 다른 형상으로 변형될 수 있으며, 본 발명의 범위가 하기 실시예에 한정되는 것은 아니다. 오히려, 이들 실시예는 본 개시를 더욱 충실하고 완전하게 하고, 당업자에게 본 발명의 사상을 완전하게 전달하기 위하여 제공되는 것이다.

[0037] 또한, 도면에서 각 층의 두께나 크기는 설명의 편의 및 명확성을 위하여 과장된 것이며, 도면상에서 동일 부호는 동일한 요소를 지칭한다. 본 명세서에서 사용된 바와 같이, 용어 "및/또는"은 해당 열거된 항목 중 어느 하나 및 하나 이상의 모든 조합을 포함한다.

[0039] 본 명세서에서 사용된 용어는 특정 실시예를 설명하기 위하여 사용되며, 본 발명을 제한하기 위한 것이 아니다. 본 명세서에서 사용된 바와 같이, 단수 형상은 문맥상 다른 경우를 분명히 지적하는 것이 아니라면, 복수의 형상을 포함할 수 있다. 또한, 본 명세서에서 사용되는 경우 "포함한다(comprise)" 및/또는 "포함하는(comprising)"은 언급한 형상들, 숫자, 단계, 동작, 부재, 요소 및/또는 이들 그룹의 존재를 특정하는 것이며, 하나 이상의 다른 형상, 숫자, 동작, 부재, 요소 및/또는 그룹들의 존재 또는 부가를 배제하는 것이 아니다.

[0041] 본 발명의 일 실시예로 고밀도 폴리에틸렌(high density polyethylene, HDPE) 및 천연섬유를 포함하는 복합소재, 상용화제인 폴리에틸렌-g-무수말레인산(PE-g-MAH) 및 열팽창성 마이크로캡슐(EMC)를 포함하는 것인 발포체 조성물에 관한 것이다.

[0043] 상기 폴리에틸렌은 분자구조에 따라 밀도 조절이 가능하며, HDPE, 저밀도폴리에틸렌(low density polyethylene,

LDPE), 선형저밀도폴리에틸렌(linear low density polyethylene, LLDPE) 등으로 나눌 수 있고, HDPE의 경우 장쇄분지가 없는 선형의 분자구조로 결정화도가 높아 기계적 특성이 양호하여 자동차 내장재로 사용이 증가하고 있다.

- [0045] 상기 열팽창성 마이크로캡슐은 미소한 용기의 내부에 핵물질이라고 불리는 액체, 고체 또는 기체를 넣어 봉인한 것으로, 고분자의 연화점 이상으로 가열되면 고분자가 연화되어 내재되어 있는 팽창제의 증기압이 상승하고 넓게 퍼져서 캡슐이 팽창하게 되는 원리이다. 가열온도, 압력, 시간 등에 따라 팽창이 발생하지 않을 수도 있고, 가공조건이 과하게 되면 팽창한 캡슐이 수축되거나, 합체 및 붕괴 등이 발생할 수 있어 수치 별로 최적의 가공조건을 선정하는 것이 매우 중요하다. EMC는 플라스틱의 경량성, 쿠션성, 절연성, 단열성, 탄성(수축방지) 및 진동 방지성 등에 효과적이고, 고분자 발포에 많이 적용되고 있는 기존의 물리적 발포나 화학적 발포에서 생길 수 있는 제품 표면에 줄무늬 형태로 나타나는 표면 열화 및 잔류 발포제에 의한 문제를 최소화할 수 있는 경쟁력 있는 발포시스템에 관한 것이다.
- [0047] 본 발명의 일 실시예로 상기 천연섬유는 마섬유, 사이잘(sisal) 및 대나무(Bamboo Fiber) 섬유로 이루어진 군으로부터 선택된 어느 하나 이상의 것이며, 상기 마섬유는 예를 들어, 양마(Kenaf), 황마(Jute), 대마(Hemp) 및 아마(Flax)이며, 예시에 국한되는 것은 아니다. 상기 천연 마섬유는 셀룰로오스를 주성분으로 하는 극성 고분자이며, 셀룰로오스 기체는 고온에서의 치수 안정성이 우수하고, 내열성이 높다는 특징이 있다. 또한, 자연 분해가 가능한 친환경 물질이므로, 환경 오염 가능성을 줄여준다.
- [0049] 본 발명의 일 실시예로 상기 상용화제인 폴리에틸렌-g-무수말레인산(PE-g-MAH)는 그래프트율이 40% 초과 50% 미만이다. 그래프트란 「접목」이란 뜻이며, 어떤 고분자사슬에 다른 고분자사슬을 결합시키는 것을 그래프트 중합이라 한다. 고분자사슬 위에 방사선을 조사하거나 촉매 등에 의해 활성점을 형성하여, 그것에 의해 다른 모노머의 중합을 개시시켜 그래프트 중합체를 합성한다. 섬유나 플라스틱 등의 고분자재료에 다른 모노머를 그래프트 중합을 함으로써, 새로운 성질을 가지는 재료를 제조할 수가 있다. 즉, 그래프트율이란 PE-g-MAH에서 MAH 그래프트 정도를 나타내는 것이다.
- [0051] 이에, 그래프트율이 높지 않은 상업화 된 PE-g-MAH를 적용할 때, 천연섬유의 함량이 높은 복합소재의 경우 상용성 개선정도가 충분하지 않아 기계적 물성 향상과 발포 특성이 요구하는 수준으로 개선되지 못하는 문제가 있다. 구체적으로, 그래프트율이 40% 미만인 경우에는 충분한 상용화 효과가 나타나지 않으며, 50% 이상인 경우에는 상용화제인 PE-g-MAH에 의해 기계적 물성이 저하된다.
- [0053] 본 발명의 일 실시예로 상기 천연섬유는 발포체 조성물의 전체 중량을 기준으로, 15 내지 50 중량%인 것이며, 바람직하게는 20 내지 50 중량%이다. 상기의 발포체 조성물을 자동차 부품 소재로 적용하기 위한 기계적 물성을 가져야 할 것인바, 천연섬유가 발포체 조성물의 전체 중량을 기준으로 15 중량% 미만으로 포함될 경우에는 기계적 물성의 저하가 발생하며, 50 중량%를 초과할 경우에는 원가에 대한 이익이 크지 않은 문제가 있다.
- [0055] 본 발명의 일 실시예로 상기 열팽창성 마이크로캡슐(EMC)는 발포체 조성물의 전체 중량을 기준으로, 1 내지 10 중량%이며, 상기 발포체 조성물의 비중이 0.8 이하이다.
- [0057] 본 발명의 일 실시예로 상기 발포체 조성물을 포함하는 자동차 부품 소재에 관한 것이다. 상기 발포체 조성물은 고밀도 폴리에틸렌(high density polyethylene, HDPE) 및 천연섬유를 포함하는 복합소재, 상용화제인 폴리에틸렌-g-무수말레인산(PE-g-MAH) 및 열팽창성 마이크로캡슐(EMC)을 포함하고 있으며, 기존에 상업화된 그래프트율이 40% 이하인 PE-g-MAH와 달리 천연섬유가 20 중량% 이상 포함된 복합소재에 적용하더라도, 기계적 물성 및 발포율이 자동차 부품소재로 적용하기에 문제가 없다.
- [0058] 삭제
- [0059] 삭제
- [0061] 본 발명의 일 실시예로 1) 폴리에틸렌-g-무수말레인산(PE-g-MAH)을 이축압출기를 이용하여 반응 압출하는 단계 2) 상기 1) 단계의 폴리에틸렌-g-무수말레인산(PE-g-MAH), 고밀도 폴리에틸렌(high density polyethylene, HDPE) 및 천연섬유를 포함하는 복합소재 및 열팽창성 마이크로캡슐(EMC)를 혼합하는 단계를 포함하는 발포체 조성물의 제조방법에 관한 것이다.

발명의 효과

[0062] 본 발명은 자동차 내장재의 친환경 경량화를 위하여 그래프트율이 40%를 초과하는 PE-g-MAH를 상용화제로 적용함으로써, 자동차 내장부품 소재용으로 적합한 기계적 물성을 가질 뿐만 아니라 기존 플라스틱 복합소재보다 가벼운 저 비중의 친환경 고밀도 폴리에틸렌-천연섬유-열팽창 마이크로 캡슐 복합재료에 관한 것이다. 또한 기존에 적용중인 물리적 발포 및 화학적 발포 공법에서 발생하는 외관문제, 잔류 발포제, 고가설비 등의 문제를 EMC를 적용함으로써 인해 해결 가능하다.

도면의 간단한 설명

[0063] 도1은 상업화된 PE-g-MAH와 반응압출을 통해 제조한 PE-g-MAH의 적외선 스펙트럼에 관한 것이다.
 도2는 본 발명에서 상용화제 종류 및 천연섬유인 양마(Kenaf) 섬유의 함량별 비중 변화를 나타내는 것이다.
 도3은 본 발명에서 상용화제 종류 및 천연섬유인 양마(Kenaf) 섬유의 함량별 응력 변화를 나타내는 것이다.
 도4는 본 발명에서 상용화제 종류 및 천연섬유인 양마(Kenaf) 섬유의 함량별 SEM 사진이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0064] 다음은 첨부된 도면을 참조하여 본 발명을 보다 상세히 설명하였다.

[0066] 도 4는 본 발명에 따른 상업화된 PE-g-MAH가 상용화제로 적용되고, 중량기준으로 15 wt% 이상의 양마(Kenaf)를 함유하고 있는 HDPE-양마(Kenaf)-EMC 발포체의 셀 단면을 나타낸 것으로, 양마(Kenaf) 함량이 17 wt% 이상에서는 발포 셀 형성이 거의 이루어지지 않음을 보여주고 있다.

[0068] 이에 본 발명은 도 4에서 보는 바와 같이, 상업화된 PE-g-MAH는 그래프트 정도가 40%로 충분하지 못하여, 양마(Kenaf)를 17 wt% 이상 포함하는 HDPE-양마(Kenaf) 복합체에서 상업화된 PE-g-MAH의 계면 접착특성이 약해 양마(Kenaf)가 HDPE 내에서 서로 다른 재료로 작용하여 보강재의 역할을 충분히 하지 못하기 때문이다.

[0070] 이에, HDPE와 15 wt% 초과와 고 함량 양마(Kenaf) 섬유로 이루어진 HDPE-양마(Kenaf) 복합체에서 보강제로 기계적 특성 향상을 위해서는 계면 접착특성을 충분하게 개선할 수 있는 상용화제의 도입이 필요하고, 이를 위해서는 MAH 그래프트 정도가 중요하다. 이에, 본 발명의 일 실시예에 따른 이축압출기를 이용하여 반응 압출을 통해 MAH 그래프트 정도가 40%를 초과하는 PE-g-MAH를 제조하였다.

MAH 그래프트 정도 측정

[0074] PE-g-MAH의 그래프트 정도 측정은 적외선 분광기(Perkin Elmer사의 FT-IR spectrum 1000)를 이용하여 측정된 스펙트럼에서 3,000 cm⁻¹ 부근에서 나타나는 C-H 신축진동 피크 대비 1,700 cm⁻¹ 부근에서 나타나는 C=O 신축진동 피크의 비로 측정하였다.

[0076] 도 1은 상용화제로 사용된 PE-g-MAH의 그래프트 정도 측정을 위한 적외선 분광 스펙트럼을 나타낸 것이다. 도 1에 나타난 바와 같이, 상업화된 PE-g-MAH의 그래프트율은 40%이며, 본 발명의 일 실시예에 따른 이축압출기를 이용하여 반응 압출을 통해 제조한 PE-g-MAH의 그래프트율은 44%이다.

HDPE-천연섬유-EMC 발포체의 물성 평가

[0080] [실시예 1]

[0081] 이축압출기(유효장(L/D)=40 cm/11 mm)를 이용하여 DCP (dicumyl peroxide)와 MAH, HDPE를 이용하여 이축압출기 온도는 다이(die) 온도 기준으로 160 - 220에서 PE-g-MAH를 제조한다. 이 때 MAH/DCP 몰비는 1:3으로 하고, MAH는 그래프트 정도에 44%에 맞추어 조절한다. 그 다음 양마섬유 함량은 20 중량%, PE-g-MAH 함량은 3 중량%로 하여 180/170/160/150/140/140 조건에서 압출하여 HDPE-양마섬유 복합체를 제조하고, 제조된 복합체에 EMC 5 중량%를 적용하여 160/170/160/150/140/140 조건으로 발포체를 제조하였다. 양마 섬유는 사용 전에 70 진공오븐에서 24 시간 이상 건조하였다.

[0083] [비교예 1]

[0084] 복합체 및 발포체 제조에 있어서 양마 섬유의 함량을 15 wt% 첨가한 것, MAH 그래프트 정도가 40%인 PE-g-MAH를 사용한 것을 제외하고 실시예 1과 같은 방법으로 수행하였다.

- [0086] [비교예 2]
- [0087] 복합체 및 발포체 제조에 있어서 양마 섬유의 함량을 17 wt% 첨가한 것, MAH 그래프트 정도가 40%인 PE-g-MAH를 사용한 것을 제외하고 실시예 1과 같은 방법으로 수행하였다.
- [0089] [비교예 3]
- [0090] 복합체 및 발포체 제조에 있어서 MAH 그래프트 정도가 40%인 PE-g-MAH를 사용한 것을 제외하고 실시예 1과 같은 방법으로 수행하였다.
- [0092] [비교예 4]
- [0093] 복합체 및 발포체 제조에 있어서 MAH 그래프트 정도가 50%인 PE-g-MAH를 사용한 것을 제외하고 실시예 1과 같은 방법으로 수행하였다.
- [0095] [비교예 5]
- [0096] 복합체 및 발포체 제조에 있어서 PE-g-MAH를 사용하지 않은 것을 제외하고 실시예 1과 같은 방법으로 수행하였다.
- [0098] <비중 측정>
- [0099] Water displacement method를 이용하여 발포체의 비중 값을 측정하였고 5개의 시료를 측정하여 평균 값을 나타내었다.
- [0101] <접촉각 측정>
- [0102] HDPE-양마 섬유 복합체를 25 mm x 25 mm x 1 mm 판으로 만든 뒤 SEO 사의 phoenix 접촉각 측정기를 이용하여 물을 떨어뜨린 뒤 3초 경과 후의 각을 측정하여 나타낸다.
- [0104] <인장특성 측정>
- [0105] HDPE-양마 섬유 복합체의 인장특성은 만능시험기(Hounsfield, H10KS, 영국)를 이용하여 1 mm 두께의 인장시편을 인장속도 5 mm/min로 하여 측정하였다.
- [0106] 또한, 시편은 170 가열프레스를 이용하여 제작하였다.
- [0108] <발포 셀 구조>
- [0109] HDPE-양마섬유-EMC 발포체의 발포 셀 구조는 시료의 절단면을 금박(gold sputter coating)하여 주사전자현미경(SEM, Tescan Mira3)을 이용하여 측정하였다.

표 1

구 분	접촉각(°)	탄성률(Mpa)	인장강도(Mpa)	비중	PE-g-MAH의 그래프트 정도 (%)
실시예1	72.7	18.1	25.5	0.78	44%
비교예1	65.9	17.2	19.5	0.64	40%
비교예2	61.3	15.3	17.7	0.81	40%
비교예3	64.3	16.2	15.1	0.90	40%
비교예4	62.1	16.5	13.4	0.91	-
비교예5	72.1	16.2	20.2	0.80	50%

[0113] 이에 도 2, 도 3, 도 4 및 [표 1]에서 나타난 바와 같이 본 발명에 따른 중량기준으로 15 중량%의 양마 섬유를 초과하는 HDPE-양마 섬유 복합체 및 EMC가 적용된 발포체의 인장특성, 비중 및 발포 셀 구조 등을 고려할 때 상용화제, 즉 PE-g-MAH의 적용이 필수적이고, PE-g-MAH의 MAH 그래프트 정도가 중요한 인자로 작용함을 알 수 있다.

[0115] 즉, 그래프트 정도가 40% 이하인, 비교예 1 내지 비교예 3의 경우, 접촉각이 61.3 내지 65.9로 측정되어, 72.7인 실시예 1에 비해 충분한 상용화 효과가 나타나지 않으며, 그래프트 정도가 50% 이상인, 비교예 4는 탄성율은 16.5이며, 인장강도는 13.4로, 특히 인장강도는 실시예 1과 비교하여 대략 47% 정도 감소한 것으로 나타난 점에 비추어, PE-g-MAH에 의해 기계적 물성 저하가 일어났다 할 것이다.

[0117] 상용화제 적용 시 HDPE-양마 섬유 복합체의 인장특성과 EMC가 적용된 발포체의 비중이 감소하는 것은 HDPE와 양마 섬유 사이의 계면접착력이 증가하고, 양마 섬유가 HDPE와 같이 용융 혼련되어 양마 섬유가 EMC의 팽창에 방해하는 작용이 감소하기 때문이며, 이에, PE-g-MAH의 MAH 그래프트 정도가 높을수록 고 양마 섬유 함량의 HDPE-양마 섬유 복합체의 계면 접착특성에 대한 향상 정도가 우수하다고 할 것이다. PE-g-MAH의 MAH 그래프트 정도는 도 1 및 [표 1]을 통하여 확인 할 수 있다.

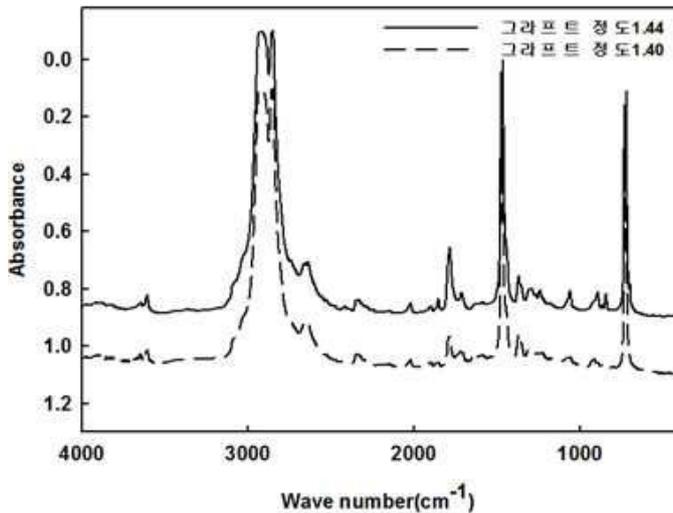
[0119] 또한 [표1]의 접착각은 MAH 그래프트 정도가 높은 상용화제가 사용된 HDPE-양마 섬유 복합체일수록 크게 나타나는데, 이는 계면 접착특성의 개선 정도가 더 양호하기 때문이다.

[0121] 결과적으로, 상기 실험을 통해 HDPE-양마 섬유 복합체에 MAH 그래프트 정도가 높은 상용화제를 적용함에 따라 기계적 물성이 증가하는 것을 확인 할 수 있고, EMC가 적용된 발포체의 발포 셀의 증가를 입증하였다.

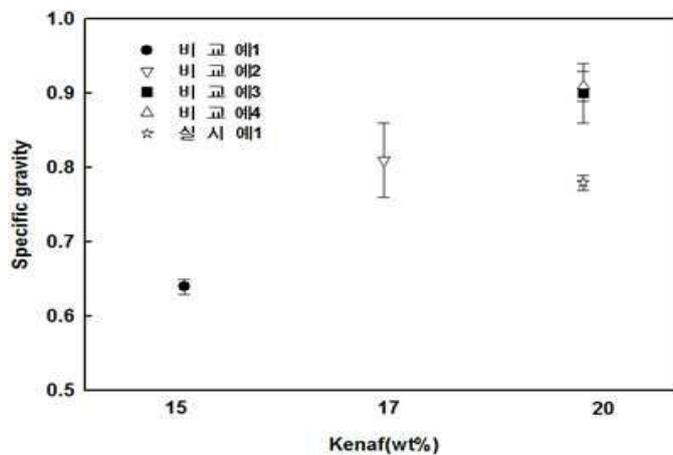
[0123] 이상에서 본 발명의 바람직한 실시예를 설명하였으나, 본 발명은 상술한 특성의 바람직한 실시예에 한정되지 아니하며, 청구범위에서 청구하는 본 발명의 요지를 벗어남이 없이 당해 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자라면 누구든지 다양한 변형실시가 가능한 것은 물론이고, 그와 같은 변경은 청구범위 기재의 범위 내에 있게 된다.

도면

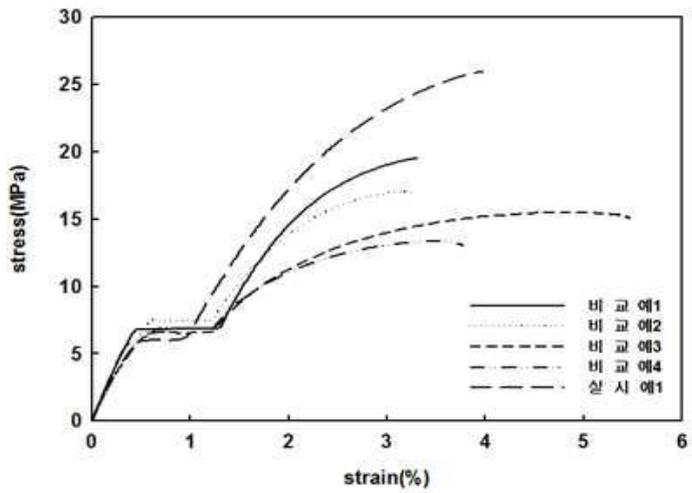
도면1



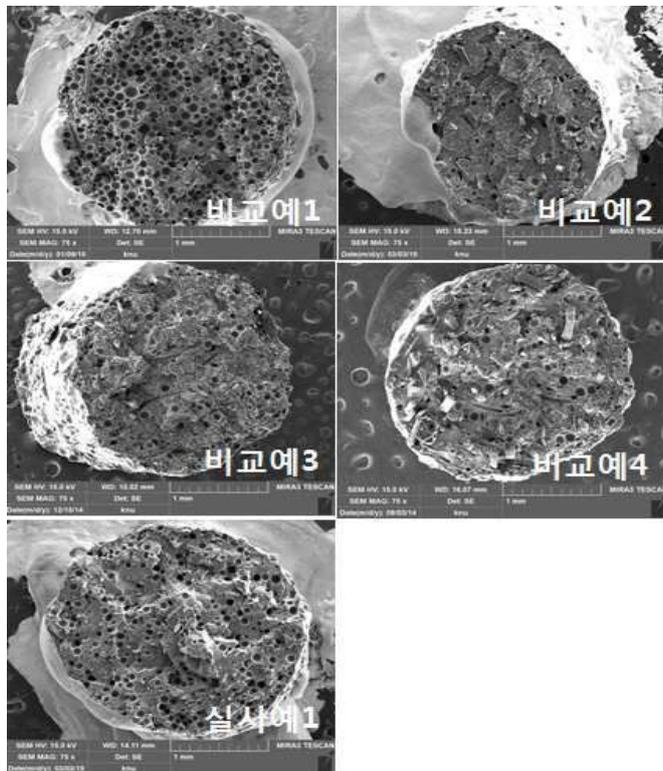
도면2



도면3



도면4



【심사관 직권보정사항】

【직권보정 1】

【보정항목】 명세서

【보정세부항목】 식별번호 [0028]

【변경전】

그라파트

【변경후】

그라프트

【직권보정 2】

【보정항목】 청구범위

【보정세부항목】 청구항 1, 8

【변경전】

 그라파트

【변경후】

 그라프트