(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2015-0089625
(43) 공개일자 2015년08월05일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C08L 67/00 (2006.01) *C08K 3/04* (2006.01)
C08K 7/22 (2006.01) *C08L 23/08* (2006.01)
C08L 67/03 (2006.01) *H01B 1/20* (2006.01)
(21) 출원번호 10-2014-0010482
(22) 출원일자 2014년01월28일
심사청구일자 2014년01월28일

(71) 출원인
한국기술교육대학교 산학협력단
충남 천안시 동남구 병천면 충절로 1600, 내 (한국기술교육대학교)
(72) 발명자
남병욱
충청남도 아산시 배방읍 호서로 460 (배방자이1차아파트) 125-302
임승복
전라남도 순천시 용수동길 554-13 (삼거동)
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
김정수

전체 청구항 수 : 총 12 항

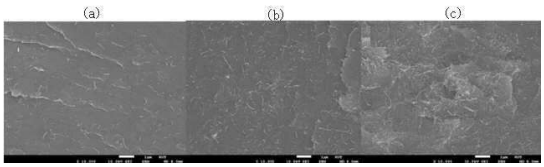
(54) 발명의 명칭 **아이소소르바이드가 함유된 폴리에스터를 포함하는 고분자 복합체 및 그 제조방법**

(57) 요 약

본 발명에 의한 아이소소르바이드가 공중합된 폴리에스터를 포함하는 고분자 복합체 및 그 제조방법은, 아이소소르바이드(isosorbide)를 공중합시킨 방향족 폴리에스터 또는 지방족 폴리에스터에 대하여 전도성을 가지는 물질과 충격 보강재를 중합하여 물리적, 화학적 특성을 보강한 고분자 복합체 및 그 제조방법에 관한 것이다.

또한 본 발명에 의한 아이소소르바이드가 공중합된 폴리에스터를 포함하는 고분자 복합체는, 고분자 복합체에 있어서, 아이소소르바이드(isosorbide)를 포함하는 폴리에스터(polyester)와, 전도성 필러 및 충격 보강재(impact modifier)가 공중합되어 형성되는 것을 특징으로 한다.

대 표 도 - 도2



(72) 발명자

박지수

충청북도 청주시 상당구 율봉로 31 (사천동, 사천동아아파트) 104동 1304호

김해리

제주특별자치도 서귀포시 대정읍 하모항구로 54

김연희

충청남도 천안시 동남구 병천면 충절로 1638 (신한아파트) 104동 103호

박준서

충청북도 청원군 남이면 구미길 34-3

민경덕

대전광역시 유성구 원내로 52 (원내동) 302동 704호

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 B551179-10-03-00
부처명 산업통상자원부
연구관리전문기관 산업기술연구회
연구사업명 협동융합과제
연구과제명 초본계 바이오매스 기반 폴리카보네이트 고분자소재 개발
기 여 율 1/2
주관기관 한국화학연구원
연구기간 2013.07.01 ~ 2015.06.30이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 2012025557
부처명 교육부
연구관리전문기관 한국연구재단
연구사업명 지역혁신인력양성사업
연구과제명 가소화 셀룰로오스 제조를 통한 바이오 플라스틱과의 얼로이 개발
기 여 율 1/2
주관기관 한국기술교육대학교
연구기간 2012.05.01 ~ 2015.03.31

명 세 서

청구범위

청구항 1

아이소소르바이드(isosorbide)가 공중합된 폴리에스터(polyester)로 이루어진 기지(matrix)에 전도성 필러(filler) 및 충격 보강재(impact modifier)가 분산되어 있는 것을 특징으로 하는 고분자 복합체.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

상기 폴리에스터는 폴리에틸렌 테레프탈레이트(poly(ethylene terephthalate), 폴리트리메틸렌 테레프탈레이트(poly(trimethylene terephthalate)), 폴리부틸렌 테레프탈레이트(poly(butylene terephthalate)) 중 하나인 것을 특징으로 하는 고분자 복합체.

청구항 3

제 1 항에 있어서,

상기 전도성 필러는 단일벽 탄소 나노튜브, 다중벽 탄소 나노튜브, 카본 블랙(carbon black)인 것을 특징으로 하는 고분자 복합체.

청구항 4

제 1 항에 있어서,

상기 충격 보강재는 에틸렌 터폴리머(ethylene terpolymer)인 것을 특징으로 하는 고분자 복합체.

청구항 5

제 1 항에 있어서,

상기 아이소소르바이드가 공중합된 폴리에스터와 상기 충격 보강재는 90:10 내지 99:1의 중량비로 포함된 것을 특징으로 하는 고분자 복합체.

청구항 6

제 1 항에 있어서,

상기 전도성 필러는,

상기 아이소소르바이드가 공중합된 폴리에스터와 충격 보강재의 합계 함량 기준으로 1 내지 5phr의 함량으로 포함된 것을 특징으로 하는 고분자 복합체.

청구항 7

제 1 항에 있어서,

상기의 고분자 복합체는 110 내지 120 ℃의 유리전이온도(T_g)를 가지는 것을 특징으로 하는 고분자 복합체.

청구항 8

제 1 항에 있어서,

상기 고분자 복합체는 10^2 내지 10^{12} Ω/sq의 면저항을 가지는 것을 특징으로 하는 고분자 복합체.

청구항 9

제 1 항에 있어서,

상기 고분자 복합체는 50 내지 250 J/m의 충격 강도를 가지는 것을 특징으로 하는 고분자 복합체.

청구항 10

아이소소르바이드가 공중합된 폴리에스터, 전도성 필러 및 충격 보강재를 용융 혼합하는 제 1 단계; 및

상기 용융 혼합액을 압출하여 성형체를 제조하는 제 2 단계;를 포함하는 것을 특징으로 하고,

상기 아이소소르바이드가 공중합된 폴리에스터와 충격 보강재는 90:10 내지 99:1의 중량비로 혼합되며,

상기 전도성 필러는 아이소소르바이드가 공중합된 폴리에스터와 충격 보강재의 합계 함량 기준으로 1 내지 5phr의 함량으로 포함된 것을 특징으로 하는 고분자 복합체의 제조방법.

청구항 11

제 10 항에 있어서,

상기 폴리에스터는 폴리에틸렌 테레프탈레이트(poly(ethylene terephthalate), 폴리트리메틸렌 테레프탈레이트(poly(trimethylene terephthalate)), 폴리부틸렌 테레프탈레이트(poly(butylene terephthalate)) 중 하나인 것을 특징으로 하는 고분자 복합체의 제조방법.

청구항 12

제 10 항에 있어서,

상기 충격 보강재는 에틸렌 터폴리머(ethylene terpolymer)인 것을 특징으로 하는 고분자 복합체의 제조방법.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은, 아이소소르바이드(isosorbide)가 공중합된 방향족 폴리에스터 또는 지방족 폴리에스터에 전도성을 가지는 물질과 충격 보강재(impact modofier)를 혼합하여 물리적, 화학적 특성을 보강한 고분자 복합체 및 그 제조방법에 관한 것이다.

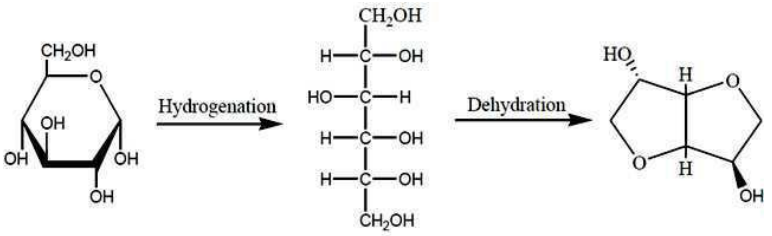
배 경 기 술

[0002] 폴리머(polymer) 중 폴리에틸렌(polyethylene)은 열가소성 플라스틱의 하나로 가볍고 유연하여 산업적으로 가장 많이 합성된다. 폴리에틸렌은 테레프탈레이트(terephthalate)와 중합하여 폴리에틸렌 테레프탈레이트(PET)를 형성하여 대중적으로 사용되고 있다.

[0003] 한편, 최근에는 환경 오염이 심각한 문제로 대두되면서, 예를 들어 옥수수 같은 바이오매스(biomass)의 재생 가능한 자원으로부터 만들어진 단위체를 이용한 폴리머에 대한 관심이 증가되고 있다.

[0004] 아래의 화학식 1은 바이오매스의 포도당(glucose)으로부터 수소첨가(hydrogenation)와 소르비톨(sorbitol)의 탈수(dehydration)의 두 과정을 거쳐 전환된 아이소소르바이드(isosorbide) 단위체에 관련된 메카니즘(mechanism)을 나타내고 있다(비특허문헌 0001).

[0005] [화학식 1]



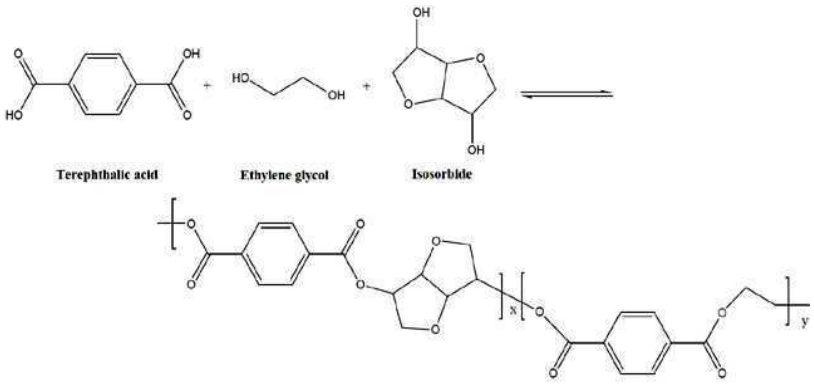
[0006] Glucose Sorbitol Isosorbide

[0007] 아이소소르바이드는 여러 종류의 폴리머에 중합될 수 있는데, 그 중 폴리에틸렌 테레프탈레이트(PET, poly(ethylene terephthalate))에 중합되는 경우에는 중합된 아이소소르바이드의 양에 따라 PET의 유리전이온도가 영향을 받을 수 있다.

[0008] PET에 아이소소르바이드를 미량만 중합한 경우에도 유리전이온도가 증가하여 폴리머의 내열성을 증가시킬 수 있다. 따라서, 예를 들어, 아이소소르바이드가 중합된 PET(PEIT)로 만들어진 용기의 경우, 뜨거운 내용물을 채워도 형상이 변하지 않는 특징이 있다[비특허문헌 0002].

[0009] 아래의 화학식 2는 PEIT가 중합되는 메카니즘을 보여준다.

[0010] [화학식 2]



Terephthalic acid Ethylene glycol Isosorbide

Poly(ethylene-co-isosorbide terephthalate)

[0011]

[0012] 그러나, 유리전이온도의 증가와는 별개로, PET에 아이소소르바이드를 중합할 경우 그 함유량이 증가함에 따라 PEIT의 충격강도(impact strength)는 감소하여 기계적 특성이 취약해지는 단점이 있다.

[0013] 또한, 상기 PEIT를 포함한 대부분의 폴리머는 가볍고 유연한 특성을 가지는 반면, 전기 전도성을 가지고 있지 않기 때문에, 전도성을 필요로 하는 분야에서 사용 가능하도록 폴리머에 전기적 특성을 도입할 필요성이 있다.

선행기술문헌

비특허문헌

[0014] (비특허문헌 0001) Ramesh M. Gohil, Polym. Eng. Sci., 49(2009), 544-553.

(비특허문헌 0002) Charbonneau LF, Johnson RE, Witteler HB, and Khanarian G(HNA Holdings, Inc.), U.S.

5,959,066,(1999).

발명의 내용

해결하려는 과제

[0015] 본 발명은 상기와 같은 종래 기술의 문제점을 해결하기 위하여 안출된 것으로, 아이소소르바이드(isosorbide)가 공중합된 방향족 폴리에스터 또는 지방족 폴리에스터에 대하여, 전도성 필러 및 충격 보강재를 중합하여, 물리적/화학적 특성을 보강한 아이소소르바이드가 공중합된 폴리에스터를 포함하는 고분자 복합체 및 그 제조방법을 제공하는 것을 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

[0016] 상기와 같은 문제를 해결하기 위하여 안출된 본 발명에 의한 아이소소르바이드가 공중합된 폴리에스터를 포함하는 고분자 복합체는, 아이소소르바이드(isosorbide)가 공중합된 폴리에스터(polyester)로 이루어진 기지(matrix)에 전도성 필러(filler) 및 충격 보강재(impact modifier)가 분산되어 있는 것을 특징으로 한다.

[0017] 또한, 본 발명에 의한 아이소소르바이드가 공중합된 폴리에스터를 포함하는 고분자 복합체에서 상기 폴리에스터는 폴리에틸렌 테레프탈레이트(poly(ethylene terephthalate), 폴리트리메틸렌 테레프탈레이트(poly(trimethylene terephthalate)), 폴리부틸렌 테레프탈레이트(poly(butylene terephthalate)) 중 하나인 것을 특징으로 한다.

[0018] 또한, 본 발명에 의한 아이소소르바이드가 공중합된 폴리에스터를 포함하는 고분자 복합체에서 상기 전도성 필러는 단일벽 탄소 나노튜브, 다중벽 탄소 나노튜브, 카본 블랙(carbon black)인 것을 특징으로 한다.

[0019] 또한, 본 발명에 의한 아이소소르바이드가 공중합된 폴리에스터를 포함하는 고분자 복합체에서 상기 충격 보강재는 에틸렌 터폴리머(ethylene terpolymer)인 것을 특징으로 한다.

[0020] 또한, 본 발명에 의한 아이소소르바이드가 공중합된 폴리에스터를 포함하는 고분자 복합체에서 상기 아이소소르바이드가 공중합된 폴리에스터와 상기 충격 보강재는 90:10 내지 99:1의 중량비로 포함된 것을 특징으로 한다.

[0021] 또한, 본 발명에 의한 아이소소르바이드가 공중합된 폴리에스터를 포함하는 고분자 복합체에서 상기 전도성 필러는, 상기 아이소소르바이드가 공중합된 폴리에스터와 충격 보강재의 합계 함량 기준으로 1 내지 5phr의 함량으로 포함된 것을 특징으로 한다.

[0022] 또한, 본 발명에 의한 아이소소르바이드가 공중합된 폴리에스터를 포함하는 고분자 복합체에서 상기의 고분자 복합체는 110 내지 120 ℃의 유리전이온도(T_g)를 가지는 것을 특징으로 한다.

[0023] 또한, 본 발명에 의한 아이소소르바이드가 공중합된 폴리에스터를 포함하는 고분자 복합체에서 상기 고분자 복합체는 10^2 내지 10^{12} Ω/sq의 전기 저항을 가지는 것을 특징으로 한다.

[0024] 또한, 본 발명에 의한 아이소소르바이드가 공중합된 폴리에스터를 포함하는 고분자 복합체에서 상기 고분자 복합체는 50 내지 250 J/m의 충격 강도를 가지는 것을 특징으로 한다.

[0025] 또한, 상기의 문제를 해결하기 위하여 안출된 본 발명에 의한 아이소소르바이드가 공중합된 폴리에스터를 포함하는 고분자 복합체의 제조방법은 아이소소르바이드가 공중합된 폴리에스터, 전도성 필러 및 충격 보강재를 용융 혼합하는 제 1 단계 및 상기 용융 혼합액을 압출하여 성형체를 제조하는 제 2 단계;를 포함하는 것을 특징으로 하고, 상기 아이소소르바이드가 공중합된 폴리에스터와 충격 보강재는 90:10 내지 99:1의 중량비로 혼합되며, 상기 전도성 필러는 아이소소르바이드가 공중합된 폴리에스터와 충격 보강재의 합계 함량 기준으로 1 내지 5phr의 함량으로 포함된 것을 특징으로 한다.

[0026] 또한, 본 발명에 의한 아이소소르바이드가 공중합된 폴리에스터를 포함하는 고분자 복합체의 제조방법은 상기 폴리에스터는 폴리에틸렌 테레프탈레이트(poly(ethylene terephthalate), 폴리트리메틸렌 테레프탈레이트(poly(trimethylene terephthalate)), 폴리부틸렌 테레프탈레이트(poly(butylene terephthalate)) 중 하나인 것을 특징으로 한다.

[0027] 또한, 본 발명에 의한 아이소소르바이드가 공중합된 폴리에스터를 포함하는 고분자 복합체의 제조방법은 상기 충격 보강재는 에틸렌 터폴리머(ethylene terpolymer)인 것을 특징으로 한다.

발명의 효과

[0028] 본 발명에 의한 아이소소르바이드가 공중합된 폴리에스터를 포함하는 고분자 복합체에 의하면, 아이소소르바이드(isosorbide)가 공중합된 방향족 폴리에스터 또는 지방족 폴리에스터에 대하여, 전도성 필러 및 충격 보강재를 중합하여, 물리적/화학적 특성을 보강한 아이소소르바이드가 공중합된 폴리에스터를 포함하는 고분자 복합체를 제공할 수 있다.

[0029] 또한, 본 발명에 의한 상기의 고분자 복합체의 제조방법에 의하면, 상기와 같이 물리적/화학적 특성이 보강된 고분자 복합체를 제조할 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0030] 도 1은 본 발명에 의한 아이소소르바이드가 공중합된 폴리에스터를 포함하는 고분자 복합체의 제조방법에 대한 흐름도이다.

도 2는 본 발명의 실시예에 의한 아이소소르바이드가 공중합된 폴리에틸렌(PEIT)/다중벽 탄소나노튜브(MWCNT)/에틸렌 터폴리머로 이루어진 고분자 복합체에서 다중벽 탄소나노튜브의 함량을 각각 달리하여 수행한 FE-SEM(field emission scanning electron microscopy) 이미지이다.

도 3은 PEIT/MWCNT로 이루어진 고분자 복합체에서 MWCNT의 함량을 달리하여 측정한 DSC(differential scanning calorimeter)에 대한 그래프이다.

도 4는 PEIT/MWCNT로 이루어진 고분자 복합체에서 MWCNT의 함량을 달리하여 측정한 TGA(thermogravimetric analysis) 그래프이다.

도 5는 본 발명의 실시예에 의한 PEIT/MWCNT/에틸렌 터폴리머로 이루어진 고분자 복합체에서 MWCNT와 에틸렌 터폴리머의 함량을 달리하여 측정한 면저항 값을 나타내는 그래프이다.

도 6은 본 발명의 실시예에 의한 PEIT/MWCNT/에틸렌 터폴리머로 이루어진 고분자 복합체에서 MWCNT와 에틸렌 터폴리머의 함량을 달리하여 측정한 충격 강도를 나타내는 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0031] 이하, 본 발명의 바람직한 실시 예의 상세한 설명은 첨부된 도면들을 참조하여 설명할 것이다. 하기에서 본 발명을 설명함에 있어서, 관련된 공지 기능 또는 구성에 대한 구체적인 설명이 본 발명의 요지를 불필요하게 흐릴 수 있다고 판단되는 경우에는 그 상세한 설명을 생략할 것이다.

[0032] 도 1은 본 발명에 따른 아이소소르바이드(isosorbide)가 공중합된 폴리에스터(polyestser)를 포함하는 고분자

복합체를 제조하는 방법을 나타내는 흐름도로, 도 1을 참고하면, 우선, 아이소소르바이드가 공중합된 폴리에스터, 전도성 필러 및 충격 보강재를 용융 혼합(melt compounding)한다(S100).

[0033] 상기의 아이소소르바이드가 공중합된 폴리에스터, 전도성 필러 및 충격 보강재는 혼합 전 건조시킨 후 사용될 수 있다.

[0034] 여기에서 아이소소르바이드는 예를 들어, 글루코오스(glucose)로부터 유래하는 아이소소르바이드일 수 있고, 폴리에스터의 종류는 예를 들어, 폴리에틸렌 테레프탈레이트(poly(ethylene terephthalate)), 폴리트리메틸렌 테레프탈레이트(poly(trimethylene terephthalate)), 폴리부틸렌 테레프탈레이트(poly(butylene terephthalate))일 수 있으며, 바람직하게는 폴리에틸렌 테레프탈레이트일 수 있다.

[0035] 또한, 상기의 전도성 필러(conductive filler)는 폴리머에 전도성을 부여하기 위한 물질로 예를 들어, 단일벽 탄소 나노튜브(SWCNT, single-walled carbon nanotube), 다중벽 탄소 나노튜브(MWCNT, multi-walled carbon nanotube), 카본 블랙(carbon black) 일 수 있으며, 바람직하게는 다중벽 탄소 나노튜브일 수 있다.

[0036] 또한, 상기의 충격 보강재(impact modifier)는 상기 아이소소르바이드가 공중합된 폴리에스터와 전도성 필러가 혼합되었을 때 감소할 수 있는 충격 강도(impact strength)를 보완하기 위한 물질로 예를 들어, 에틸렌 터폴리머(ethylene terpolymer)일 수 있다.

[0037] 또한, 상기의 아이소소르바이드가 공중합된 폴리에스터와 충격 보강재는 90:10 내지 99:1의 중량비로 혼합될 수 있으며, 전도성 필러는 아이소소르바이드가 공중합된 폴리에스터와 충격 보강재의 합계 함량 기준으로 1 내지 5phr(part per hundred resin)의 함량으로 혼합될 수 있다.

[0038] 그 다음으로 상기 용융 혼합액을 압출하여 성형체를 제조한다(S200). 이때, 상기의 압출 성형은 220 내지 290℃의 온도범위로 설정할 수 있다.

[0039] 상기의 성형된 고분자 복합체는 110 내지 120℃의 유리전이온도(T_g, transition glass tempereture)를 가질 수 있고, 10^2 내지 10^{12} Ω/sq의 전기 저항을 가질 수 있으며, 50 내지 250J/m의 충격 강도를 가질 수 있다.

[0040] [실시예]

[0041] 본 발명에 대한 실시예로, 아이소소르바이드가 공중합된 폴리에스터로서는 아이소르바이드가 공중합된 PET(이하 PEIT)를 준비하고, 전도성 필러로서는 다중벽 탄소나노튜브(이하 MWCNT)를 준비하고, 충격 보강재로서는 에틸렌 터폴리머를 준비하였다. PEIT, MWCNT 및 에틸렌 터폴리머는 용융시키기 전 진공에서 60℃의 온도로 24시간 동안 건조하는 과정을 거쳤다.

[0042] PEIT/에틸렌 터폴리머 복합체를 두 축이 동시에 회전하는 이축 압출 성형기(co-rotating twin screw extruder)에서 각각 성분의 함량을 달리하여 용융시킨 혼합물을 준비하였다. 공정의 온도범위는 240 내지 270℃를 유지하고 스크류의 속도는 200rpm으로 세팅하였다.

[0043] 상기 제조된 고분자 복합체의 조성 비율은 표 1로 작성하였다. 표 1에서 MWCNT의 함량은 PEIT 및 에틸렌 터폴리머의 합계 중량을 기준으로 한다.

[0044] [표 1]

[0045]

Grade	PEIT (wt%)	MWCNT (phr)	ethylene terpolymer (wt%)
PEIT	100	-	-
PEIT/MWCNT1	100	1	-
PEIT/MWCNT3	100	3	-
PEIT/MWCNT5	100	5	-
PEIT/MWCNT1/ethylene terpolymer5	95	1	5
PEIT/MWCNT3/ethylene terpolymer5	95	3	5
PEIT/MWCNT5/ethylene terpolymer 5	95	5	5
PEIT/MWCNT1/ethylene terpolymer10	90	1	10
PEIT/MWCNT3/ethylene terpolymer10	90	3	10
PEIT/MWCNT5/ethylene terpolymer10	90	5	10

[0046] (1) 형태적(morphological) 분석

[0047] 상기 실시예에서 제조된 고분자 복합체의 형태에 대하여 FE-SEM(field emission scanning electron microscopy)으로 분석하였다. 상기의 고분자 복합체 시편을 액체 질소에 담궜다가 파쇄한 후, 백금 코팅을 수행하여 분석용 시편을 준비하였다.도 2는 PEIT/에틸렌 터폴리머가 90:10의 중량비로 혼합된 복합체에 대하여 MWCNT가 1phr, 3phr, 5phr로 혼합된 고분자 복합체 시편의 파단면에 대한 FE-SEM 이미지이다. MWCNT의 함량이 증가할수록 이미지의 흰색 부분이 진하게 나타나는 것을 확인할 수 있다.

[0048] MWCNT를 PEIT/에틸렌 터폴리머와 용융하여 혼합하는 과정에서, MWCNT는 그 함량이 증가하는 것과 상관없이 PEIT 매트릭스에서 확산이 잘 이루어졌다. MWCNT는 PEIT 매트릭스에서 일정하지 않은 방향으로 배열되고, 균일하게(homogeneously) 확산된다. 이것은 용융 혼합하는 과정에서 발생하는 회전력(torque)이 혼합의 효과를 향상시키기 때문에 발생한다.

[0049] (2) 열적 특성 분석

[0050] 열적 특성 실험은 PEIT와 MWCNT의 복합체를 이용하여 수행하였다.

[0051] 1) DSC(Differential scanning calorimeter) 분석

[0052] 인듐(indium)을 기준으로 보정된 DSC를 이용하여 PEIT/MWCNT로 이루어진 고분자 복합체의 유리전이온도와 용해거동(melt behavior)을 분석하였다. DSC 분석을 위한 시편은 PEIT에 대하여 MWCNT를 1phr, 3phr, 5phr로 중합하여 준비하였다.

[0053] 시편은 장비 내에서 10℃/min의 속도로 30에서 200℃까지 가열되었다. 실험은 질소 분위기에서 수행하였다.

[0054] 도 3은 MWCNT의 함량에 따른 T_g(유리전이온도) 값을 DSC로 측정한 것을 보여주는 그래프이다.

[0055] 그래프에서 확인할 수 있는 바와 같이, MWCNT를 중합하지 않은 PEIT의 T_g 값은 111℃ 이지만, MWCNT의 함량이 증가함에 따라 PEIT/MWCNT 복합체의 T_g 값은 111℃, 113℃, 119℃까지 점진적으로 향상되었다.

[0056] 이때, PEIT 매트릭스에서 MWCNT의 확산이 잘 이루어지는 특성에 의하여 발생하는 나노 효과(nano-effect)의 영향으로 T_g 값이 증가하였다.

[0057] 2) TGA(thermogravimetric analysis) 측정

[0058] PEIT/MWCNT로 이루어진 고분자 복합체의 열적 안정성을 조사하기 위하여 TGA(열중량분석기)를 10℃/min의 속도로 30에서 800℃까지 가열하여 수행하였다. 실험은 질소 분위기에서 수행하였다.

[0059] 도 4는 PEIT/MWCNT 복합체에서 MWCNT의 양을 달리하여 측정한 TGA 시험 결과를 보여주는 그래프이다.

[0060] 그래프에서도 확인할 수 있듯이, PEIT/MWCNT 복합체의 T_{95}(5%의 무게 손실 온도)는 MWCNT가 혼합되지 않은 PEIT의 T_{95}보다 더 높은 온도로 나타났다.

[0061] PEIT/MWCNT 복합체의 열적 안정성 시험에 대한 TGA 곡선은 MWCNT를 혼합하기 전에 비하여 혼합한 후 증가하고, 그 함량이 증가할수록 향상되는 경향을 나타내었다.

[0062] 이는 MWCNT가 PEIT 매트릭스에서 여과임계함량(percolation threshold content)을 넘어 그물구조를 형성하고, 또한, PEIT 매트릭스에서 열을 잘 분산시키기 때문이다. 따라서, PEIT/MWCNT 복합체의 열적 안정성은 MWCNT의 함량에 의존하는 것을 확인할 수 있었다.

[0063] 표 2는 MWCNT의 함량에 따른 T_{95}와 T_{max} 값을 나타낸다.

[0064] [표 2]

[0065]

Composite	T_{95}(℃)	T_{max}(℃)
PEIT	392	417
PEIT/MWCNT1	399	433
PEIT/MWCNT3	397	432
PEIT/MWCNT5	398	431

[0066] (3) 전기적 특성 분석

[0067] 본 실시예에 의한 PEIT/MWCNT/에틸렌 터폴리머로 이루어진 고분자 복합체 시편을 450kgf/cm^2의 힘으로 270℃의 고온 프레스로 제조하여 표면 저항을 측정하였다.

[0068] 도 5는 MWCNT가 각각 1phr, 3phr, 5phr로 혼합된 PEIT/MWCNT와 PEIT/MWCNT/에틸렌 터폴리머(PEIT와 에틸렌 터폴리머가 95:5 또는 90:10의 중량비)에 대한 면저항 값을 보여주는 그래프이다.

[0069] MWCNT는 PEIT 매트릭스에서 확산이 잘 이루어지기 때문에 상기의 모든 복합체들은 전기적 특성을 띨 수 있다. 그래프에서 확인할 수 있듯이, 상기의 PEIT/MWCNT/에틸렌 터폴리머의 표면 전기저항은 MWCNT의 함량이 증가함에 따라 q10^{12}Ω/sq 에서 10^2Ω/s까지 감소하였다. 상기의 측정된 표면저항 값은 일반적인 플라스틱의 ESD(정전방전) 값의 범위 내이다.

[0070] TGA 실험에서도 언급한 바와 같이 MWCNT는 PEIT 매트릭스에서 그물구조를 형성한다. 이때 MWCNT는 일정하지 않은 방향으로 배열되며, 높은 가로세로의 비(high aspect ratio)를 가지며 그물구조를 형성하며, PEIT와 MWCNT 사이의 접하는 점에서 상호작용을 형성하여 표면 저항이 높아지게 된다. 이것은 형태적 분석을 위한 FE-SEM(도 2 참조)에서 MWCNT의 함량이 높아질수록 흰 부분이 더 많이 형성되는 이미지와 함께 설명될 수 있다.

[0071] (4)기계적 특성

[0072] 본 실시예에 의한 PEIT/MWCNT/에틸렌 터폴리머 시편을 450kgf/cm^2의 힘으로 270℃의 고온 프레스로 제조하였으며, 충격강도 측정기(notched Izod impact strength tester)를 사용하여 ASTMD256 방식으로 측정하였다.

[0073] 도 6은 PEIT/MWCNT/에틸렌 터폴리머의 충격강도(impact strength)을 나타내는 그래프이다.

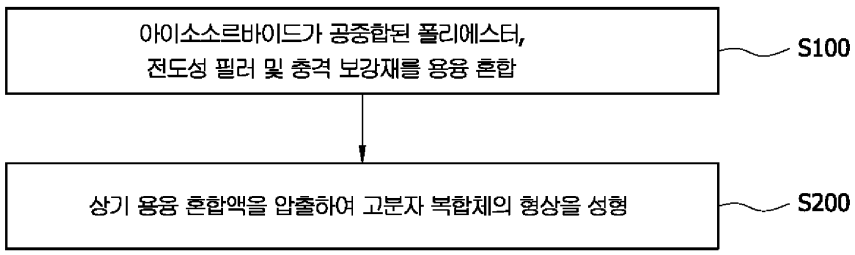
[0074] 그래프에서 확인할 수 있듯이 PEIT에 MWCNT만을 혼합했을 경우의 충격강도는 MWCNT를 용융 혼합하는 과정에서 MWCNT의 길이가 절단되면서 발생하는 전단 변형력(shear stress)에 의해 PEIT 자체의 충격강도보다 약하게 나타났다.

[0075] 반면, PEIT/MWCNT의 복합체에 에틸렌 터폴리머(PEIT와 에틸렌 터폴리머가 95:5 또는 90:10의 중량비)를 혼합하였을 경우에는 충격강도가 매우 향상되는 것을 확인할 수 있다. 이것은 충격 보강재(impact modifier)로 작용하는 에틸렌 터폴리머가, PEIT 매트릭스에서 충격 에너지를 흡수하고, 그로 인해 충격 에너지가 복합체의 다른 조직에 영향을 주지 못하는 것으로 설명할 수 있다.

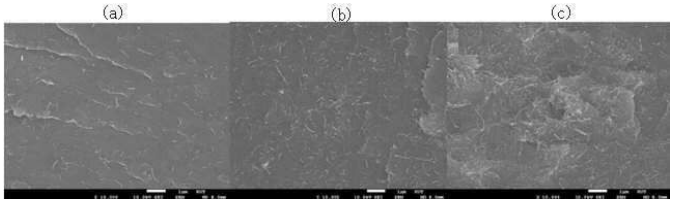
[0076] 또한 상기의 에틸렌 터폴리머는 PEIT 매트릭스에서 확산이 잘 이루어지기 때문에 복합체의 전체 부분에 걸쳐 충격 보강재로서의 역할을 효율적으로 수행할 수 있다.

도면

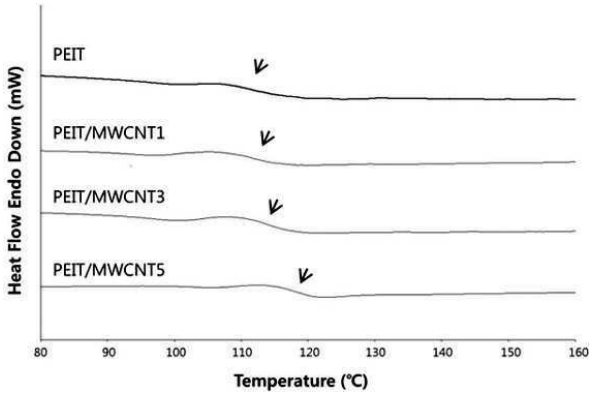
도면1



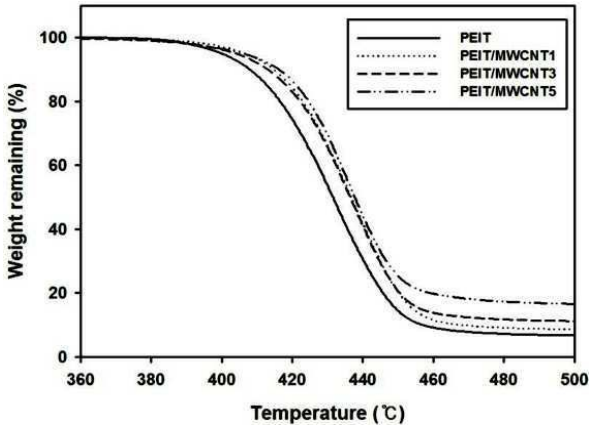
도면2


(a)
(b)
(c)

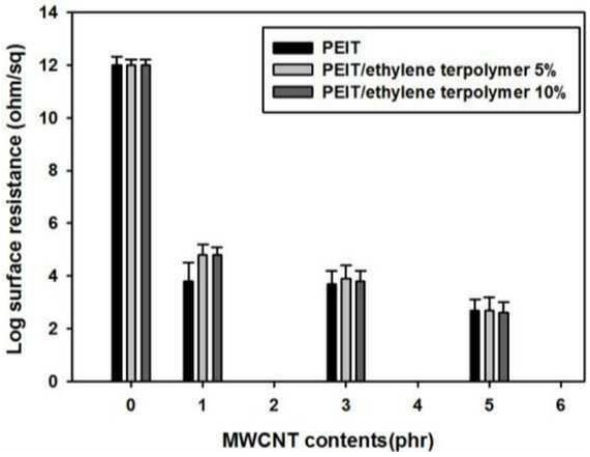
도면3


PEIT
PEIT/MWCNT1
PEIT/MWCNT3
PEIT/MWCNT5
Heat Flow Endo Down (mW)
80
90
100
110
120
130
140
150
160
Temperature (℃)

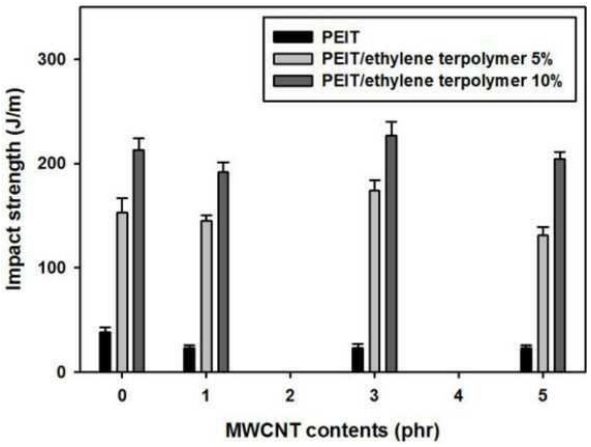
도면4


PEIT
PEIT/MWCNT1
PEIT/MWCNT3
PEIT/MWCNT5
Weight remaining (%)
100
80
60
40
20
0
360
380
400
420
440
460
480
500
Temperature (℃)

도면5


PEIT
PEIT/ethylene terpolymer 5%
PEIT/ethylene terpolymer 10%
Log surface resistance (ohm/sq)
MWCNT contents(phr)
0
2
4
6
8
10
12
14
0
1
2
3
4
5
6

도면6


PEIT
PEIT/ethylene terpolymer 5%
PEIT/ethylene terpolymer 10%
Impact strength (J/m)
MWCNT contents (phr)
0
100
200
300
0
1
2
3
4
5