



(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2014년07월04일

(11) 등록번호 10-1415014

(24) 등록일자 2014년06월27일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

C08L 23/10 (2006.01) C08K 7/02 (2006.01)

C08J 5/04 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2013-0071489

(22) 출원일자 2013년06월21일

심사청구일자 2013년06월21일

(56) 선행기술조사문헌

KR1020080061077 A*

KR1020120106472 A*

KR100857185 B1

KR1020080114750 A

*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자

한국생산기술연구원

충청남도 천안시 서북구 입장면 양대기로길 89

(72) 발명자

김동현

경기도 군포시 고산로 643번길 9, 1237-1103 (산
본동, 우방목련아파트)

임대영

경기도 용인시 기흥구 동백4로 72, 4001-2004 (중
동, 어은목마을한라비발디아파트)

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

특허법인 신우

전체 청구항 수 : 총 4 항

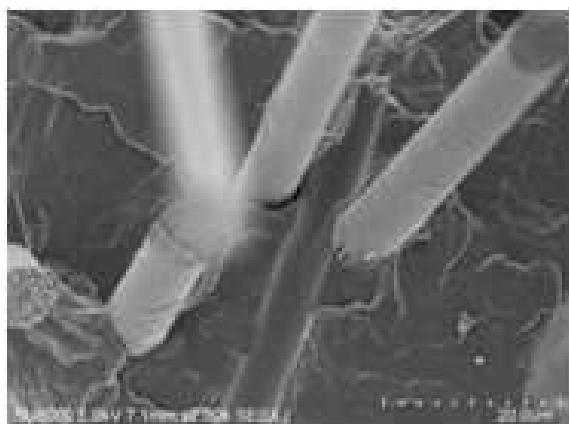
심사관 : 이상우

(54) 발명의 명칭 폴리프로필렌계 수지 및 탄소 장섬유를 포함하는 수송 수단용 복합 재료

(57) 요약

본 발명은 폴리프로필렌계 수지 및 탄소 장섬유를 포함하는 수송 수단용 복합 재료에 관한 것으로, 더욱 상세하게는 폴리프로필렌계 수지 40~90 중량%, 섬유 직경이 1~50 μm 이고, 중량평균 섬유 길이가 20~150 mm인 탄소 장섬유 5~60 중량%, 상용화제 0.3~15 중량%를 포함하고, 상기 상용화제가 이오노머, 프로필렌-극성단량체 코폴리머, 변성수(水)첨가 폴리머 및 이들의 조합으로 이루어진 군에서 선택된 1종을 포함하는 것을 특징으로 하는 수송 수단용 섬유 강화 복합 재료 조성물에 관한 것이다.

상기 복합 재료는 특정 상용화제의 사용으로 인해 폴리프로필렌계 수지와 탄소 장섬유 간의 계면 특성이 향상되어, 복합 재료의 강성 및 내충격성이 향상되고, 내열성이 우수하여 자동차를 비롯한 각종 수송 수단뿐만 아니라 상기 섬유 강화 복합 재료가 요구되는 다양한 분야에 적용 가능하다.

대 표 도 - 도1

(72) 발명자

김기영

경기 용인시 수지구 풍덕천로 19, 624동 1202호 (풍덕천동, 진홍아파트)

박노형

경기도 안양시 만안구 태평로 134번길 39, 106-1804 (안양동, 삼성래미안아파트)

안효진

경기도 안양시 동안구 관평로 69번길 7-41 (평촌동)

김정수

강원도 원주시 치악로 1652, B-104 (단구동, 동주아파트)

이은수

경기도 안산시 상록구 성안길 84-2, 202호 (사동)

특허청구의 범위

청구항 1

폴리프로필렌계 수지 82~90 중량부, 섬유 직경이 1~50 μm 이고 중량평균 섬유 길이가 20~150 mm인 탄소 장섬유 5~10.7 중량부, 상용화제 0.3~10 중량부를 포함하고,

상기 상용화제가 스티렌-에틸렌-부틸렌-스티렌 블록 공중합체, 스티렌-에틸렌-부틸렌-에틸렌 블록 공중합체, 스티렌-에틸렌-프로필렌-스티렌 블록 공중합체, 스티렌-에틸렌-프로필렌 블록 공중합체, 및 이들의 조합으로 이루어진 군에서 선택된 1종의 스티렌계 블록 공중합체인 것을 특징으로 하는 수송 수단용 섬유 강화 복합 재료 조성물.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 폴리프로필렌계 수지는 폴리프로필렌 단독 중합체 또는 폴리프로필렌과 알파 올레핀과의 공중합체인 것을 특징으로 하는 수송 수단용 섬유 강화 복합 재료 조성물.

청구항 3

제2항에 있어서, 상기 알파 올레핀은 1-부텐, 1-펜텐, 1-헥센, 4-메틸-1-펜텐, 1-헵텐, 1-옥тен, 1-노넨, 1-데센, 1-운데센 및 1-도데센, 및 이들의 조합으로 이루어진 군에서 선택된 1종을 포함하는 것을 특징으로 하는 수송 수단용 섬유 강화 복합 재료 조성물.

청구항 4

삭제

청구항 5

삭제

청구항 6

삭제

청구항 7

제1항에 있어서, 상기 수송 수단용 섬유 강화 복합 재료 조성물은 파단 강도가 50 MPa 이상, 인장 모듈러스가 6 GPa 이상, 굴곡 강도가 180 MPa 이상, 내충격 강도가 30 KJ/m² 이상, 열분해 온도가 400°C의 물성을 만족하는 것을 특징으로 하는 수송 수단용 섬유 강화 복합 재료 조성물.

청구항 8

삭제

명세서

기술 분야

[0001] 본 발명은 폴리프로필렌계 수지 및 탄소 장섬유를 포함하여 향상된 물성을 가져 각종 수송 수단에 적용 가능한 복합 재료 조성물에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 복합 재료는 성분이나 형태가 다른 두 종류 이상의 소재가 보강재(reinforcement)와 매트릭스(matrix)가 거시적으로 서로 간에 구분되는 계면을 가지도록 조합되어 유효한 기능을 가지는 재료를 의미한다. 상기 복합 재료는

각 소재의 효율적인 조합에 의하여 다양한 물성을 확보할 수 있어, 항공, 우주, 자동차, 스포츠, 산업기계, 의료기구, 군수용품, 건축 및 토목자재에 이르기까지 다양하게 응용되고 있다.

- [0003] 특히, 섬유 강화 복합 재료는 보강재로서 유리 섬유, 탄소 섬유, 아라미드 섬유, 실리콘 카바이드 섬유와 같은 섬유를 사용하여 제조된 것으로, 강도가 크고 가벼우며, 성형성이 우수하다는 이점 등으로 인해 복합 재료 중에서도 각광받고 있는 소재이다.
- [0004] 상기 섬유 강화 복합 재료는 보강재의 재질이나 섬유의 길이 등을 변화시켜 다양한 용도에 사용하고 있다.
- [0005] 그중 유리 섬유가 보강재로서 가장 폭넓게 사용하고 있으며, 일례로, 대한민국 특허공개 제2006-7004105호는 폴리프로필렌 공중합체와 유리 섬유를 혼련하여 자동차 좌석, 머리 받침대, 무릎 보호장치, 글로브 박스 도어, 인스트루먼트 패널, 범퍼 퍼시아, 범퍼 빔 등의 자동차 물품에 적용함을 개시하고 있으며, 일본 특허공개 제2008-202013호는 폴리카보네이트/스티렌계 수지에 유리 장섬유를 사용하여 자동차의 외장 패널로 응용할 수 있음을 언급하고 있다.
- [0006] 보강재로서 유리 섬유 외에 일본 특허공개 제2011-137077호는 자동차의 인스트루먼트 패널에 사용하기 위해 폴리프로필렌 수지에 폴리에스테르 또는 폴리아미드 섬유 등의 유기 장섬유를 포함하는 섬유 강화 복합 재료를 개시하고 있으며, 대한민국 특허공개 제2006-0075902호는 저취성의 프로필렌계 수지에 유리섬유, 탄소섬유, 그래파이트 섬유, 금속섬유 등을 첨가한 섬유 강화 복합 재료를 개시하고 있다.
- [0007] 섬유 강화 복합 재료 중 탄소 섬유를 보강재로 사용한 탄소 섬유 강화 복합 재료는 가벼움과 동시에 강성, 내충격성, 내열성, 화학적 안정성, 치수 안정성, 내마모성, 유연성 등의 물성이 타 보강재보다 우수하다. 이러한 물성은 탄소 섬유의 길이가 긴 장섬유를 사용할 경우 더욱 향상된다.
- [0008] 통상 섬유 강화 복합 재료는 매트릭스로 사용하는 열가소성 수지와 섬유 보강재를 혼합 후 용융시켜 압출 등의 성형 공정을 통해 제조한다. 상기 성형 공정에서 수지의 미세 구조 사이에 섬유가 침투하여 매트릭스 내에 보강재로서 균일하게 분산되는데, 이때 보강재로서 장섬유를 사용할 경우 수지와 혼화성이 낮아 상기 수지의 미세 구조 사이에 침투가 용이하지 않아 결과적으로 물성이 오히려 저하된다.
- [0009] 종래 매트릭스 수지와 보강재용 섬유 간의 계면 특성을 안정화하기 위해 다양한 방법, 일례로 상용화제를 사용하는 방법이 있다. 대표적인 상용화제로 폴리프로필렌 수지와 무수말레인산(MAH)을 9:1로 그라프트(graft)시켜 제조된 변성 폴리올레핀(PO) (PP-g-MA)이 있다.
- [0010] 섬유 강화 복합 재료의 경우 적용하는 용도에 따라 매트릭스로 사용하는 수지의 종류나 함량이 달라지고 이때 보강재로서 유리 섬유, 탄소 섬유, 아라미드 섬유, 금속 섬유 등의 선택 여부가 달라진다. 이외 다양한 성형 방법이 있을 수 있으며, 상기 성형시 매트릭스 수지 및 보강재의 종류에 따라 이들 수지와 보강재 간 계면 특성이 차이가 있어, 단순히 상용화제로서 알려진 PP-g-MA를 적용해서는 충분한 물성 확보가 어렵다.
- [0011] 따라서, 충분한 물성 확보를 위해 매트릭스 수지 및 보강재의 종류에 따라 최적의 상용화제의 선정이 필요하다.

선행기술문헌

특허문헌

- [0012] (특허문헌 0001) 대한민국 특허공개 제2006-7004105호
 (특허문헌 0002) 대한민국 특허공개 제2006-0075902호
 (특허문헌 0003) 일본 특허공개 제2011-137077호

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0013] 이에 본 발명자들은 매트릭스 수지로 폴리프로필렌계 수지를, 보강재로서 탄소 장섬유를 선정하고, 이들 간의 계면 특성을 향상시킬 수 있는 상용화제를 선정하고자 다각적으로 연구를 수행한 결과, 특정 상용화제를 소정 함량으로 사용할 경우 성형 공정에서 폴리프로필렌 수지와 탄소 장섬유 간의 계면 특성을 개선하여 최종 얻어지

는 섬유 강화 복합 재료의 물성이 향상됨을 확인하여 본 발명을 완성하였다.

[0014] 따라서, 본 발명의 목적은 폴리프로필렌계 수지가 탄소 장섬유로 강화되어 강성, 내충격성, 및 내열성 등의 물성이 향상된 섬유 강화 복합 재료 조성물을 제공하는 데 그 목적이 있다.

과제의 해결 수단

[0015] 상기 목적을 달성하기 위해, 폴리프로필렌계 수지 40~90 중량%, 섬유의 직경이 1~50 μm 이고 중량평균 섬유 길이가 20~150 mm인 탄소 장섬유 5~60 중량%, 상용화제 0.3~15 중량%를 포함하고,

[0016] 상기 상용화제가 이오노머, 프로필렌-극성단량체 코폴리머, 변성수(水)첨가 폴리머 및 이들의 조합으로 이루어진 군에서 선택된 1종을 포함하는 것을 특징으로 하는 수송 수단용 섬유 강화 복합 재료 조성물을 제공한다.

발명의 효과

[0017] 본 발명에서는 제시하는 섬유 강화 복합 재료는 탄소 장섬유의 사용으로 인해 종래 유리 섬유나 탄소 단섬유에 비해 강성, 내충격성 및 내열성이 향상되어 자동차를 비롯한 각종 수송 수단뿐만 아니라 복합 재료가 요구되는 다양한 분야에 적용 가능하다.

도면의 간단한 설명

[0018] 도 1은 실시예 1에서 제조된 복합 재료의 파단면을 보여주는 주사전자현미경 이미지

도 2는 비교예 2에서 제조된 복합 재료의 파단면을 보여주는 주사전자현미경 이미지

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0019] 본 발명에서는 폴리프로필렌계 수지와 탄소 장섬유와의 혼화성을 높이기 위해서 적절한 상용화제를 제시하며, 상기 상용화제의 사용으로 인해 성형 공정에서 열가소성 수지와 탄소 장섬유가 적절히 블렌딩되고 성형 후 이들 간의 계면특성이 향상되어 탄소 장섬유의 보강으로 인한 물성을 충분히 확보할 수 있다.

[0020] 구체적으로, 본 발명에서 제시하는 섬유 강화 복합 재료는 폴리프로필렌계 수지 40~90 중량%, 섬유 직경이 1~50 μm , 중량평균 섬유 길이가 20~150 mm인 탄소 장섬유 5~60 중량%, 상용화제 0.3~15 중량%를 포함한다.

[0021] 폴리프로필렌계 수지는 본 발명에서 특별히 한정하지 않으며, 폴리프로필렌 단독 중합체 또는 공중합체가 가능하며, 이소태틱(isotactic), 신디오택틱(syndiotactic) 및 어택틱(atactic) 구조를 모두 포함한다.

[0022] 구체적으로 폴리프로필렌 코폴리머는 프로필렌 모노머와 알파 올레핀 모노머가 공중합된 공중합체를 의미한다. 이러한 알파 올레핀은 탄소수 3~12의 탄화수소로, 일례로 1-부텐, 1-펜텐, 1-헥센, 4-메틸-1-펜텐, 1-헵텐, 1-옥тен, 1-노넨, 1-데센, 1-운데센 및 1-도데센, 및 이들의 조합으로 이루어진 군에서 선택된 1종이 가능하다. 일례로, 폴리프로필렌 코폴리머는 프로필렌-에틸렌 공중합체, 프로필렌-에틸렌-알파 올레핀 공중합체 등일 수 있다.

[0023] 상기 폴리프로필렌 공중합체는 랜덤 공중합체, 블록 공중합체 또는 그래프트 공중합체의 형태일 수 있으며, 사용 목적에 따라 적절하게 선택하여 사용한다.

[0024] 본 발명에서 폴리프로필렌계 수지는 전체 복합 재료 조성물 100 중량% 내에서 40~90 중량%로 사용한다. 만약 폴리프로필렌계 수지의 함량이 상기 범위 미만이면 복합 재료의 매트릭스로서 역할을 수행할 수 없고, 반대로 상기 범위를 초과하면 상대적으로 탄소 장섬유나 상용화제의 함량이 줄어들어 원하는 물성을 얻을 수 없으므로, 상기 범위 내에서 적절히 사용한다.

[0025] 보강 섬유로서 사용하는 탄소 장섬유는 직경과 중량평균 섬유 길이, 및 그 사용 함량에 따라 보강 섬유로서의 기대 효과에 영향을 준다. 이미 언급한 바와 같이 탄소 장섬유는 용융된 폴리프로필렌계 수지의 미세 구조에 침투되어 균일하게 분산되어야 하는데, 이때 적절한 범위의 직경과 중량평균 섬유 길이를 가져야 우수한 기계적 물성과 열적 성질을 나타낼 수 있다.

[0026] 바람직하기로, 본 발명에서 제시하는 탄소 장섬유는 섬유 직경이 1~50 μm 이고, 중량평균 섬유 길이가 20~150 mm인 것을 전체 조성물 100 중량% 내에서 5~60 중량%로 사용한다.

[0027] 상기 탄소 장섬유의 직경이 상기 범위 미만이면 강화 섬유로 사용하기에 너무 가늘어 물성 보강 효과가 충분하

지 못할 우려와 더불어 섬유가 엉키는 현상이 발생할 수 있고, 이와 반대로 상기 범위를 초과하면 탄소 장섬유가 용융된 폴리프로필렌계 수지의 미세 구조에 충분히 침투할 수 없어 원하는 물성을 충분히 확보할 수 없으므로, 상기 범위 내에서 적절히 사용한다.

[0028] 또한, 탄소 장섬유의 중량평균 섬유 길이가 상기 범위 미만이면, 장섬유가 아닌 단섬유로서 장섬유를 사용함에 따라 얻고자 하는 물성(즉, 강성, 내충격성, 내열성)을 충분히 확보할 수 없고, 반대로 섬유 길이가 상기 범위를 초과하면 지나친 긴 길이로 인해 성형 공정에서 엉킴이 발생하거나 폴리프로필렌계 수지의 미세 구조에서의 계면 특성이 저하되어 원하는 물성을 충분히 확보할 수 없으므로, 상기 범위 내에서 적절히 사용한다.

[0029] 그리고, 본 발명에서 제시하는 탄소 장섬유는 보강 소재로서 충분한 물성 확보를 위해 상기 범위의 함량으로 사용한다. 만약 그 함량이 상기 범위 미만이면, 탄소 장섬유의 사용으로 인한 물성을 충분히 확보할 수 없고, 반대로 상기 범위를 초과하면 제조가 어렵고 성형 공정에서 탄소 장섬유가 뭉쳐 폴리프로필렌계 수지 매트릭스 내에 불균일하게 분산되어 이 또한 복합 재료의 물성 저하를 야기할 수 있으므로, 상기 범위 내에서 적절히 사용한다.

[0030] 특히, 본 발명에서는 전술한 바의 폴리프로필렌계 수지와 탄소 장섬유의 혼화성을 위해, 특정 상용화제를 소정 범위로 사용한다.

[0031] 바람직하기로, 상용화제로는 이오노머, 프로필렌-극성단량체 코폴리머, 변성수(水)첨가 폴리머 및 이들의 조합으로 이루어진 군에서 선택된 1종을 전체 조성물 100 중량% 내에서 0.3~15 중량%로 사용한다.

[0032] 상기 상용화제는 화학적 결합이나 물리적 결합을 통해 프로필렌계 수지와 탄소 장섬유 간의 계면 특성을 향상시킬 수 있다.

[0033] 이러한 상용화제의 함량은 그 종류뿐만 아니라 전체 조성물 내에서의 함량 제어 또한 중요하다. 즉, 상용화제를 적절히 사용하여야만 성형 공정에서 폴리프로필렌계 수지와 탄소 장섬유 간의 혼화성을 향상시킬 수 있다. 만약 그 함량이 상기 범위 미만이면 폴리프로필렌계 수지 매트릭스에 탄소 장섬유가 균일하게 분산되지 않아 탄소 장섬유의 사용에 따른 물성 향상을 기대할 수 없으며, 반대로 상기 범위를 초과하면 과도한 상용화제의 사용으로 인해 제조원가 상승의 부담이 발생하여 이 또한 바람직하지 못하므로 상기 범위 내에서 적절히 사용한다.

[0034] 상용화제 중 이오노머는 주쇄 또는 측쇄에 금속 이온이 결합한 폴리미로서, 그 종류를 특별히 한정하지는 않으나 에틸렌-메타크릴산 공중합체 이오노머, 에틸렌-아크릴산 공중합체 이오노머, 프로필렌-메타크릴산 공중합체 이오노머, 프로필렌-아크릴산 공중합체 이오노머, 부틸렌-아크릴산 공중합체 이오노머, 에틸렌-비닐술폰산 공중합체 이오노머, 스티렌-메타크릴산 공중합체 이오노머-술폰화 폴리스티렌 이오노머, 불소계 이오노머, 텔레킬릭 폴리부타디엔아크릴산 이오노머, 술폰화 에틸렌-프로필렌-디엔 공중합체 이오노머, 수소화 폴리펜타머 이오노머, 폴리펜타머 이오노머, 폴리(비닐피리듐염)이오노머-폴리(비닐트리메틸암모늄염) 이오노머, 폴리(비닐벤질포스포늄염)이오노머, 스티렌-부타디엔 아크릴산 공중합체 이오노머, 폴리우레탄 이오노머-술폰화 스티렌-2-아크릴아미드-2-메틸프로판설페이트 이오노머, 산-아민 이오노머, 지방족계 아이오넨, 방향족계 아이오넨 등을 예들 수 있다. 이들 이오노머 수지는 단독으로 이용해도 되고, 필요에 따라 2종 이상을 혼합하여 이용해도 된다. 이들 이오노머 수지 중, 프로필렌-메타크릴산 공중합체 이오노머, 프로필렌-아크릴산 공중합체 이오노머가 바람직하고, 이들 이오노머의 음이온은 할로겐화물 이온, 특히 Cl^- , Br^- , I^- 등의 음이온이 이용된다.

[0035] 이때 금속 이온으로는 Li^+ , Na^+ , K^+ 등의 알카리 금속이온, Mg^{2+} , Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} 등의 알카리 희토류 금속이온, Zn^{2+} , Cu^{2+} , Mn^{2+} , Ni^{2+} , Co^{2+} , Co^{3+} , Fe^{3+} , Cr^{3+} 등의 천이금속 이온이 가능하다.

[0036] 프로필렌-극성단량체 코폴리머는 프로필렌 모노머와 산무수기, 에폭시기, 카르복실기, 카르복시산 에스테르 등의 극성기를 포함하는 모노머가 공중합된 공중합체이다. 이때 공중합 가능한 모노머로는 아크릴산, 메타크릴산, 말레인산, 푸마르산, 이타콘산 등의 불포화 카르복시산 및 그 무수물; 아크릴산 메틸, 메타크릴산 메틸, 말레인산 디메틸, 말레인산 모노메틸, 푸마르산 디에틸, 이타콘산 디메틸, 시트라콘산 디에틸, 테트라하드로무수프탈산 디메틸 등의 불포화 카르복시산의 에스테르; 글리시딜아크릴레이트, 글리시딜메타크릴레이트, p-스티릴카르복시산 글리시딜 등의 불포화 모노카르복시산의 글리시딜에스테르; 말레인산, 이타콘산, 시트라콘산, 부텐트리카르복시산 등의 불포화 폴리카르복시산의 모노글리시딜에스테르 혹은 폴리글리시딜에스테르; 알릴글리시딜에스테르, 2-메틸알릴글리시딜에스테르, o-알릴페놀의 글리시딜에스테르 등의 불포화 글리시딜에스테르 등이 있다.

[0037] 또한, 변성수(水)첨가 폴리머 성분은 특별히 한정되지 않지만, 예를 들면 산무수기, 에폭시기, 카르복실기, 카

르복시산 에스테르 등에서 변성된 수(水)첨가 스티렌-부타디엔 러버와, 스티렌-에틸렌-부틸렌-스티렌 블록 공중합체, 스티렌-에틸렌-부틸렌-에틸렌 블록 공중합체, 스티렌-에틸렌-프로필렌-스티렌 블록 공중합체, 스티렌-에틸렌-프로필렌 블록 공중합체 등의 스티렌계 블록 공중합체 등이 있다. 이들 공중합체 중에서 스티렌-에틸렌-프로필렌-스티렌 블록 공중합체가 바람직하다.

[0038] 특히, 상기 언급한 상용화제 중 이오노머, 프로필렌-극성단량체 코폴리머는 반응성 상용화제로서 관능기로 인해 폴리프로필렌계 수지와 화학 결합이 가능하여 상용화제로 인한 상기 수지와 탄소 장섬유 사이의 계면 특성을 더욱 향상시킬 수 있다. 또한, 변성수(水)첨가 폴리머의 경우 비반응성 상용화제이나 이는 폴리프로필렌계 수지와의 물리적 혼합으로 인해 이 또한 수지와 탄소 장섬유 사이의 계면 특성을 향상시킬 수 있다.

[0039] 이외에도 본 발명에 따른 섬유 강화 복합 재료는 목적에 따라 원하는 물성을 확보하거나 성형을 용이하게 하기 위해, 통상의 열가소성 수지의 성형 공정에서 사용하는 첨가제를 더욱 포함할 수 있다. 예를 들면, 산화 방지제, 가공 안정제, 광 안정제, 엘라스토머, 난연제, 무기충전제, 카본블랙, 결정핵제, 자외선흡수제, 제진제, 항균제, 방충제, 방취제, 착색제, 연화제, 활제, 안료, 염료, 열안정제, 이형제, 대전방지제, 가소제, 윤활제, 발포제, 제포제, 방부제 및 커플링제 및 이들의 혼합물로 이루어지는 군으로부터 선택되는 1종이 가능하다.

[0040] 첨가제는 복합 재료의 성형 공정, 일례로 혼련 전 또는 혼련 중에 첨가해도 되고, 또는 별도로 혼련 후에 첨가할 수 있으며, 필요한 경우 함침 공정에 의해 첨가할 수도 있다. 상기 첨가제로는 전체 조성물 내에서 5 중량% 이하로 사용하며, 당업자에 의해 필요한 첨가제의 선택과 함량을 제어할 수 있다.

[0041] 상기한 바의 섬유 강화 복합 재료의 제조는 본 발명에서 특별히 한정되지 않으며, 이 분야에서 공지된 바의 다양한 방법에 의해 제조가 가능하다. 예를 들면, 압출(extrusion), 사출(injection) 성형, 인발(pultrusion) 성형, 압축(compression) 성형, 레진 트랜스퍼 몰딩(Resin Transfer Molding, RTM) 성형, 핸드 레이업(Hand Lay-up) 성형, 오토 클레이브(Autoclave) 성형, 필라멘트 와인딩(Filament Winding) 성형 등 다양한 방법이 가능하다.

[0042] 예를 들면, 폴리프로필렌계 수지를 용융 온도 이상으로 가열한 후 여기에 탄소 장섬유를 첨가하여 일정 시간 동안 혼련 후 건조하여 제조할 수 있다. 이때 상용화제는 폴리프로필렌 수지에 첨가하고, 탄소 장섬유는 로빙(roving) 상태인 것을 구입하여 압출기에 투입한다.

[0043] 상기 이외의 혼련 조건은 특별히 한정되지 않고, 예를 들면 폴리프로필렌 수지의 용융이나 혼련이 원활하게 행해지도록 적절히 설정하면 된다. 온도설정은 혼련 시에 혼련 장치의 실린더 등의 내부온도를 예를 들면, 210°C ~280°C의 범위로 하는 것이 바람직하고, 220°C ~270°C의 범위가 보다 바람직하다.

[0044] 또한, 혼련장치가 2축 압출기 등의 연속 압출기인 경우의 스크류 회전수는, 각 성분을 충분히 혼련할 수 있는 레벨이면 되지만, 2~300rpm의 범위가 바람직하고, 5~200rpm의 범위가 보다 바람직하다.

[0045] 상기 혼련하여 얻어진 섬유 강화 복합 재료는 각 목적에 맞게 추가 성형하는 공정을 수행한다. 이때 성형 공정은 본 발명에서 특별히 한정되지 않고, 공지의 방법을 이용할 수 있지만, 예를 들면, 혼련 장치가 압출기인 경우는, 열압착기를 이용하여 성형하면 된다.

[0046] 이렇게 제조된 섬유 강화 복합 재료는 파단 강도가 50 MPa 이상, 인장 모듈러스가 6 GPa 이상, 굴곡 강도가 180 MPa 이상, 내충격 강도 30 KJ/m^2 이상, 열분해 온도가 400°C 이상의 물성을 가져, 다양한 분야에 적용될 수 있다.

[0047] 예를 들면, 자동차 등의 수송 수단 재료, 우주 항공재료, 방위 부품 재료, 전기 전자재료, 토목 건축재료, 생체 의료 재료 및 각종 스포츠용품 재료 등 다양한 분야에 사용될 수 있으며, 바람직하기로 자동차에 사용될 수 있다.

[0048] 특히 본 발명에 따른 탄소 장섬유 강화 복합 재료는 수송 수단에 적용할 수 있다. 이때 수송 수단은 자동차, 기차, 비행기, 헬리콥터, 트럭, 오토바이, 자전거, 배, 요트 등이 가능하다.

[0049] 즉, 탄소 장섬유 복합 재료는 가볍기 때문에 현재 부품으로 사용되고 있는 철이나 알루미늄 대비 자동차, 특히 자동차의 외장재(예, 본넷트)에 적용하여 경량화를 달성할 수 있어 강성이거나 내충격성, 내열성이 높아 기존 수송 수단에 사용하는 재료 일부 또는 전체를 대체할 수 있어, 시장에서의 경쟁력을 선점할 수 있다.

[0050] [실시예]

[0051] 이하 본 발명의 바람직한 실시예와 실험예를 제시한다. 그러나 하기한 예는 본 발명의 바람직한 예일 뿐 이러

한 예에 의해 본 발명이 한정되는 것은 아니다.

[0052] (실시예 및 비교예) 섬유 강화 복합 재료의 제조

[0053] 하기 표 1 내지 3의 조성을 이용하여 섬유 강화 복합 재료를 제조하였다. 구체적으로, 압출기에 폴리프로필렌 수지 (제조원: 폴리미래, MI: 12g/10 min (230 °C))와 상용화제를 첨가한 후, 1단계 압출기를 이용하여 충분히 혼련 후 2단계 압출기에 탄소 장섬유 또는 탄소 단섬유를 첨가하여 탄소 섬유 강화 폴리프로필렌 복합 재료를 제조하였다. 이때 가공 온도는 250°C, 스크류 속도는 100 rpm 이었다.

표 1

조성(중량%)		실시예 1	실시예 2	실시예 3	실시예 4	실시예 5	실시예 6
열가소성 수지	PP	89	89	89	89	82	75
탄소섬유	탄소 장섬유(길이: 20 mm, 직경 50 μm)	10	10	10	-	-	-
	탄소 장섬유(길이: 30 mm, 직경 50 μm)	-	-	-	10.7	-	-
	탄소 장섬유(길이: 50 mm, 직경 50 μm)	-	-	-	-	10	-
	탄소 장섬유(길이: 100 mm, 직경 50 μm)	-	-	-	-	-	10
상용화제	이오노머 ⁽¹⁾	1	-	-	-	-	-
	프로필렌계 불포화 코폴리머 ⁽²⁾	-	1	-	0.3	8.0	15.0
	변성수(水)첨가 폴리머 ⁽³⁾	-	-	1	-	-	-

[0055] 주)

[0056] (1) 이오노머: 프로필렌-메타크릴산 공중합체 이오노머 칼륨염

[0057] (2) 프로필렌계 불포화 코폴리머: 프로필렌-글리시딜메타크릴레이트 공중합체

[0058] (3) 변성수(水)첨가 폴리머: 스티レン-에틸렌-부틸렌-스티렌 블록 공중합체(SEBS)

표 2

조성(중량%)		비교예 1	비교예 2	비교예 3	비교예 4	비교예 5
열가소성 수지	PP	90	90	90	90	90
탄소 섬유	탄소 장섬유(길이: 20 mm, 직경 50 μm)	10	-	-	-	-
	탄소 장섬유(길이: 50 mm, 직경 50 μm)	-	10	-	-	-
	탄소 장섬유(길이: 100 mm, 직경 50 μm)	-	-	10	-	-
	탄소 단섬유(길이: 1mm, 직경 50 μm)	-	-	-	10	-
	탄소 단섬유(길이: 2mm, 직경 50 μm)	-	-	-	-	10

표 3

조성(중량%)		비교예 6	비교예 7	비교예 8	비교예 9
열가소성 수지	PP	90	90	89	70
탄소섬유	탄소 장섬유(길이: 20 mm, 직경 50 μm)	-	-	10.9	-

탄소 장섬유(길이: 100 mm, 직경 50 μm)	-	-	-	10
탄소 단섬유(길이: 5mm, 직경 50 μm)	10	-	-	-
탄소 단섬유(길이: 5mm, 직경 70 μm)	-	10	-	-
상용화제	이오노머 ⁽¹⁾	-	-	-
	프로필렌계 불포화 코폴리머 ⁽²⁾	-	-	0.1 20
	변성수(水)첨가 폴리머 ⁽³⁾	-	-	-

[0061] 실험예 1: 미세 구조 분석

[0062] 도 1과 도 2는 각각 실시예 1과 비교예 2에서 제조된 폴리프로필렌과 탄소 장섬유로 이루어진 복합 재료 시편의 파단면을 보여주는 주사전자현미경 이미지이다.

[0063] 도 1을 보면, 본 발명에 의해 제조된 복합 재료는 매트릭스인 폴리프로필렌 수지와 탄소 장섬유 사이의 계면에 빈 공간이 없이 혼합되어 있음을 알 수 있다. 이는 상용화제인 프로필렌 메타크릴산 공중합체로 인해 폴리프로필렌 수지와 탄소 장섬유 간 화학적 결합이 일어나고, 이로 인해 결과적으로 상기 수지 사이 사이를 탄소 장섬유가 잘 침투한 구조의 복합 재료가 제조됨을 알 수 있다.

[0064] 이와 비교하여, 상용화제를 사용하지 않은 복합 재료에 대한 도 2의 이미지를 보면, 폴리프로필렌계 수지와 탄소 장섬유가 단순 혼합되어 이를 간 계면(화살표 표시)에 빈 공간이 있음을 알 수 있다. 이러한 공간은 추후 외부 충격 등에 의해 크랙점 역할을 하여 기계적 및 열적 물성 저하를 야기한다.

[0065] 실험예 2: 물성 측정

[0066] 상기 실시예 및 비교예에서 제조한 섬유 강화 복합 재료의 물성을 측정하여 그 결과를 나타내었다.

[0067] 먼저 하기의 실시예 및 비교예에 사용된 각종 조성물의 특성 평가 방법에 대해 설명한다. 자동차 본네트로서의 적용 가능성을 보는 평가 항목으로서는 양호한 성형성을 평가하기 위한 성형제품의 강성을 평가하는 파단 강도와 인장 모듈러스, 충격흡수율을 평가하는 항복신장율, 굴곡 강도 시험 및 내충격 강도 시험, 열분해 온도 평가 등이 있으며 그 구체적인 평가 방법은 다음과 같다.

[0068] (1) 파단 강도, 인장 모듈러스, 항복 신장율: 파단 강도와 인장 모듈러스는 강성을 평가하는 대표적인 측정방법의 일종이며 항복 신장율은 탄성 영역과 소성 영역에서의 충격 흡수율을 평가하는 방법의 하나이다. 시험방법은 ASTM D-638법으로 측정하고 시편 규격은 ASTM D-638 1호형이며 크로스헤드(Crosshead) 속도는 5mm/분으로 시험하였다.

[0069] (2) 굴곡 강도: 강성을 평가하는 대표적인 측정 방법의 일종으로 굴곡 강도가 높을수록 기계적 강도가 우수한 제품으로 최종 성형품의 두께를 줄이거나 더 높은 하중을 지지할 수 있다. 굴곡 강도는 ASTM D-790법으로 측정하였으며, 그 시편규격은 12.7×127×6.4mm이고, 이때의 크로스헤드(Crosshead) 속도는 10mm/분이다.

[0070] (3) 내충격 강도: 충격 강도는 충격을 흡수하는 능력을 평가하는 대표적인 시험 방법의 일종으로 ASTM D-256법으로 측정하고 상온(23°C)에서 시행하였으며 시편 규격은 63.5×12.7×3mm이다.

[0071] (4) 열분해 온도: ASTM E-474법에 의해, TGA(thermogravimetric analysis)를 이용하여 열분해 온도를 측정하였다. TGA의 온도를 120°C/hr의 속도로 균일하게 승온시키면서, 10%의 중량 변화가 나타났을 때의 온도를 나타내었다.

표 4

	파단 강도 (MPa)	인장 모듈러스 (GPa)	항복신장율 (%)	굴곡 강도 (MPa)	내충격 강도 (KJ/m ²)	열분해 온도 (°C)
실시예 1	74	7.2	3.5	210	40	426
실시예 2	63	6.7	2.4	196	35	422
실시예 3	55	6.0	2.9	185	32	420

실시예 4	81	8.0	3.0	230	45	432
실시예 5	89	9.1	2.5	241	51	439
실시예 6	94	9.8	3.1	259	59	445
비교예 1	45	5.0	2.0	174	27	403
비교예 2	54	5.7	2.3	181	28	396
비교예 3	52	5.8	2.1	171	29	378
비교예 4	28	3.3	2.3	169	20	402
비교예 5	38	3.9	2.3	178	23	404
비교예 6	40	4.1	2.2	182	26	404
비교예 7	45	5.4	2.0	167	28	382
비교예 8	48	5.7	2.1	175	28	389
비교예 9	47	5.1	1.8	184	38	398

[0073]

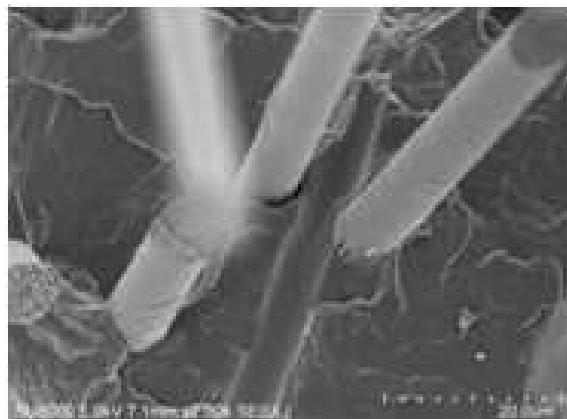
상기 표 4를 참조하면, 프로필렌-메타크릴산 공중합체를 사용한 폴리프로필렌과 탄소 장섬유로 이루어진 복합재료의 기계적 및 열적 물성이 가장 우수하게 나타남을 알 수 있다. 특히, 실시예 1 내지 3을 보면, 상용화제로서 비반응성 상용화제(실시예 3) 보다는 반응성 상용화제를 사용할 경우(실시예 2) 물성 향상에 더욱 유리함을 알 수 있다.

[0074]

또한, 적용된 탄소 섬유의 길이가 길수록 폴리프로필렌과 탄소 장섬유로 이루어진 복합재료의 기계적 및 열적 물성이 우수함을 실시예 및 비교예를 통해 확인할 수 있다. 부연하면, 비교예 4~6의 탄소 단섬유를 사용한 복합 재료보다는 비교예 1~3의 복합 재료의 물성이 좀더 우수하였으며, 이보다 본 발명에서 제시하는 실시예 1~6의 상용화제를 사용한 경우 탄소 장섬유에서 더욱 우수한 물성 향상을 보였다. 그러나 상용화제를 소량 사용한 경우(비교예 8)나 과량 사용하게 되면(비교예 9), 오히려 물성이 저하되어 최적으로 제어된 함량으로 상용화제를 사용하여야만 물성 향상을 기대할 수 있다.

도면

도면1



도면2

