



(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호

10-2012-0118190

(43) 공개일자

2012년10월26일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

C04B 24/00 (2006.01)

C04B 24/04 (2006.01)

C04B 24/12 (2006.01)

C04B 103/46 (2006.01)

(21) 출원번호

10-2011-0035617

(22) 출원일자

2011년04월18일

심사청구일자

2011년04월18일

(71) 출원인

계명대학교 산학협력단

대구광역시 달서구 달구벌대로 1095 (신당동)

(72) 발명자

하기룡

대구광역시 수성구 범안로 40, 우방청아타운 105동 107호 (범물동)

이승환

대구광역시 달성군 다사읍 대실역북로 26, 대실역청아람 209동 1205호

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

김일환

전체 청구항 수 : 총 13 항

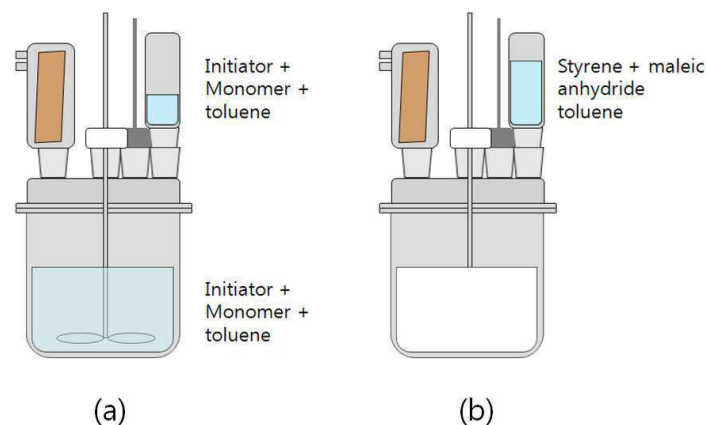
(54) 발명의 명칭 코어-셸 구조를 갖는 시멘트 페이스트의 마이크로캡슐 흡수제 및 그 제조방법

(57) 요약

본 발명은 시멘트 페이스트에 사용되는 마이크로 캡슐 흡수제 및 그 제조방법에 관한 것으로, 시멘트 페이스트에 사용되는 흡수제에 있어서, 연속상으로 이용되는 톨루엔; 흡수제 역할을 수행하는 친수성 코어 단량체(core monomer); 망목 구조를 형성하는 가교제; 상기 톨루엔에 용해되는 소수성 개시제(initiator); 및 알칼리 수용액에서 가수분해반응 후 용해 가능한 셸 단량체를 중합하여 형성된 것을 특징으로 한다.

이와 같은 본 발명을 제공하면, 시멘트 포화수용액에서 본 발명에 따른 흡수제 질량의 약 50 ~ 200 배 이상 까지를 흡수하는 효과를 얻을 수 있고, 상기 흡수제를 콘크리트에 혼입하여 제조할 경우 콘크리트의 파잉 혼합수를 제거 또는 저감하고, 콘크리트의 강도 증가와 양생 시간 절약을 통하여 구조물의 수명 연장 및 건설비용의 저감 효과를 기대할 수 있다.

대표도 - 도2



(72) 발명자

정용욱

대구광역시 남구 대명로47길 43-6, 평창빌라 402호
(대명동)

장석수

대구광역시 수성구 천을로 70, 102동 803호 (시지
동, 시지월드메르디앙)

황기섭

대구광역시 달서구 선원로33길 83, 203호 (이곡동)

윤성원

경상북도 경산시 하양읍 금락리 130-8 우방 3차
APT 101동 1106호

윤용호

대구광역시 달서구 선원로 137, 푸른마을 102동
1703호 (이곡동)

여인동

대구광역시 서구 평리로 236, 103동 614호 (내
당동, 삼익뉴타운)

정명근

대구광역시 북구 연암공원로1길 31-4 (산격동)

전하나

대구광역시 북구 팔거천동로24길 40, 영남 네오빌
107동 1702호 (동천동)

최종오

대구광역시 달서구 와룡로4안길 10 (본동)

특허청구의 범위

청구항 1

시멘트 페이스트에 사용되는 흡수제에 있어서,

연속상으로 이용되는 톨루엔;

흡수제 역할을 수행하는 친수성 코어 단량체(core monomer);

망목 구조를 형성하는 가교제(cross-linking agent);

상기 톨루엔에 용해되는 소수성 개시제(initiator); 및

알칼리 수용액에 가수분해 반응 후 용해 가능한 셀 단량체를 중합하여 형성되는 것을 특징으로 하는 코어-셀 구조를 갖는 시멘트 페이스트의 마이크로캡슐 흡수제.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 개시제 일부, 가교제 일부 및 코어 단량체가 중합되어 코어 구조를 이루고,

상기 셀 단량체가 중합되어 셀 구조를 이루어 마이크로 캡슐 구조를 갖는 것을 특징으로 하는 코어-셀 구조를 갖는 시멘트 페이스트의 마이크로캡슐 흡수제.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서,

상기 코어 단량체는 Acryl amide, alkyl acrylic acid, styrene-maleic anhydride 중 어느 하나인 것을 특징으로 하는 코어-셀 구조를 갖는 시멘트 페이스트의 마이크로캡슐 흡수제.

청구항 4

제3항에 있어서,

상기 개시제는 2,2'-azobisisobutyronitrile(AIBN), Benzoyl peroxide(BPO), cumene hydroperoxide(CHPO) 중 어느 하나인 것을 특징으로 하는 코어-셀 구조를 갖는 시멘트 페이스트의 마이크로캡슐 흡수제.

청구항 5

제4항 에 있어서,

상기 셀 단량체는 알칼리 수용액에서 가수반응 후 용해 가능한 스티렌 말레산 무수물(styrene-maleic anhydride)인 것을 특징으로 하는 코어-셀 구조를 갖는 시멘트 페이스트의 마이크로캡슐 흡수제.

청구항 6

제2항에 있어서,

상기 코어 구조에서 상기 톨루엔은 50 ~ 90wt%, 상기 코어 단량체는 10 ~ 50wt%, 상기 가교제는 0.01~ 5wt% 및 상기 개시제는 0.1 ~ 5 wt% 인 것을 특징으로 하는 코어-셀 구조를 갖는 시멘트 페이스트의 마이크로캡슐 흡수제.

청구항 7

제6항에 있어서,

상기 셸 구조에서 상기 톨루엔은 50 ~ 90wt%, 상기 스티렌은 5~ 25wt% 및 상기 말레산 무수물(Maleic anhydride)은 5 ~ 25 wt%인 것을 특징으로 하는 코어-셸 구조를 갖는 시멘트 페이스트의 마이크로캡슐 흡수제.

청구항 8

코어-셸 구조를 형성하는 용액 중합방법에 있어서,

(a) 상부 및 하부 반응조로 분리된 중합 장치에서 상기 하부 반응조에 연속상인 톨루엔, 흡수제 역할을 수행하는 친수성 코어 단량체와 소수성 개시제를 사용하여 중합하는 단계;

(b) 연속상인 톨루엔에 셸 단량체를 용해시킨 후, 반연속적으로 상기 하부 반응조에 상기 용해된 용액을 주입하여 중합하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 시멘트 페이스트의 마이크로캡슐 흡수제 제조방법.

청구항 9

제8항에 있어서,

상기 (a) 단계는 망목 구조를 형성하는 가교제(cross-linking agent)를 혼합하여 중합하는 단계인 것을 특징으로 하는 시멘트 페이스트의 마이크로캡슐 흡수제 제조방법.

청구항 10

제8항 또는 제9항에 있어서,

상기 코어 단량체는 Acryl amide, alkyl acrylic acid, styrene-maleic anhydride 중 어느 하나인 것을 특징으로 하는 시멘트 페이스트의 마이크로캡슐 흡수제 제조방법.

청구항 11

제10항에 있어서,

상기 개시제는 2,2'-azobisisobutyronitrile(AIBN), Benzoyl peroxide(BPO), cumene hydroperoxide(CHPO) 중 어느 하나인 것을 특징으로 하는 시멘트 페이스트의 마이크로캡슐 흡수제 제조방법.

청구항 12

제11항에 있어서,

상기 셸 단량체는 스티렌 말레산 무수물(styrene-maleic anhydride)인 것을 특징으로 하는 시멘트 페이스트의 마이크로캡슐 흡수제 제조방법.

청구항 13

제8항 또는 제9항에 있어서,

상기 (a) 및 (b)단계는,

워터 배스(water bath)를 사용하여 50℃ 내지 90℃에서 중합시키는 것을 특징으로 하는 시멘트 페이스트의 마이크로캡슐 흡수제 제조방법.

명세서

기술 분야

- [0001] 본 발명은 시멘트 페이스트에 사용되는 흡수제에 관한 것으로, 콘크리트의 과잉 혼합수를 제거하고, 콘크리트의 강도 증가와 양생 시간 절약할 수 있는 코어-셸 구조를 갖는 시멘트 페이스트의 마이크로캡슐 흡수제 및 그 제조방법에 관한 것이다.

배경 기술

- [0002] 건설재료로 가장 큰 비중을 차지하는 콘크리트는 다른 재료에 비해 내구성이 우수하나 시공초기부터 외부의 물리적 요인과 화학적인 환경조건 및 콘크리트 본래의 내재적인 조건에 의해 성능저하가 발생하게 된다.
- [0003] 콘크리트의 혼합, 제조시 주원료는 수경성 재료인 시멘트로서 시공상의 편리(작업성 개선)를 위하여 콘크리트의 수화에 필요한 단위수량보다 더 많은 혼합수를 사용하고 있다.
- [0004] 이러한 과잉의 혼합수는 콘크리트의 블리딩 및 건조수축 균열을 증가시켜 콘크리트 조직전체를 영성하게 하는 문제점이 있다. 이러한 콘크리트의 과잉 혼합수를 제거하기 위하여 종래에는 탈수 거꾸집을 이용한 연구방법이 개발되어 왔다. 탈수거꾸집의 경우 콘크리트 표면 잉여수만을 제거할 수 있으며, 수압차에 의한 탈수로 구조물의 상당부분의 탈수효과가 떨어지는 문제점을 가지고 있다.
- [0005] 도 1은 종래에 잉여수를 제거하기 위한 탈수 거꾸집의 사용 모식도를 나타낸 도면이다. 이러한 문제점 때문에, 폴리카르복실레이트계 고성능감수제의 사용으로 단위수량을 10~20%정도 감소시킴으로써 고강도 콘크리트의 제조 및 블리딩 감소에 따른 초기침하수축 균열을 감소시키고 있으나, 콘크리트 타설시 작업성 관계로 잉여수를 줄이는데 한계가 있다는 문제점이 있다.

발명의 내용

과제의 해결 수단

- [0006] 상술한 과제를 해결하기 위한 본 발명의 제1 특징은 시멘트 페이스트에 사용되는 흡수제에 있어서, 연속상으로 이용되는 톨루엔; 흡수제 역할을 수행하는 친수성 코어 단량체(core monomer); 상기 톨루엔에 용해되는 소수성 개시제(initiator); 망목 구조를 형성하는 가교제 (cross-linking agent); 및 알칼리 수용액에서 가수반응 후 용해되는 셸 단량체를 중합하여 형성된 것을 특징으로 한다.
- [0007] 여기서, 상기 톨루엔 일부, 개시제 일부 및 코어 단량체가 중합되어 코어 구조를 이루고, 상기 톨루엔 일부 및 셸 단량체가 중합되어 셸 구조를 이루어 마이크로 캡슐 구조를 갖는 것을 특징으로 하는 코어-셸 구조를 갖는 것이 바람직하고, 상기 코어 단량체는 Acryl amide, alkyl acrylic acid, styrene-maleic anhydride 중 어느 하나인 것이 바람직하다.
- [0008] 또한, 바람직하게는 상기 개시제는 2,2'-azobisisobutyronitrile(AIBN), Benzoyl peroxide(BPO), cumene hydroperoxide(CHPO) 중 어느 하나인 것일 수 있고, 상기 셸 단량체는 스티렌 말레산 무수물(styrene-maleic anhydride)인 것일 수 있다.
- [0009] 더하여, 상기 코어 구조에서 톨루엔은 50 ~ 90wt%, 코어 단량체는 10 ~ 50wt% 및 개시제는 0.1 ~ 5 wt% 인 것이 바람직하고, 상기 셸 구조에서 톨루엔은 50 ~ 90wt%, 스티렌은 5~ 25wt% 및 말레산 무수물(Maleic anhydride)은 5 ~ 25 wt%인 것이 바람직하다.
- [0010] 그리고, 본 발명의 제2 특징은 코어-셸 구조를 형성하는 용액 중합방법에 있어서, (a) 상부 및 하부 반응조로 분리된 중합 장치에서 상기 하부 반응조에 연속상인 톨루엔 흡수제 역할을 수행하는 친수성 코어 단량체와 소수성 개시제를 중합하는 단계; (b) 상기 상부 반응조에서 연속상인 톨루엔에 셸 단량체를 용해시킨 후, 반연속적

으로 상기 하부 반응조에 상기 용해된 용액을 주입하여 중합하는 단계를 포함한다.

[0011] 여기서, 상기 (a) 단계는 망목 구조를 형성하는 가교제(cross-linking agent)를 혼합하여 중합하는 단계인 것이 바람직하고, 상기 코어 단량체는 Acryl amide, alkyl acrylic acid, styrene-maleic anhydride 중 어느 하나인 것이 바람직하고, 상기 개시제는 2,2'-azobisisobutyronitrile(AIBN), Benzoyl peroxide(BPO), cumene hydroperoxide(CHPO) 중 어느 하나인 것이 바람직하다.

[0012] 또한, 상기 셀 단량체는 스티렌 말레산 무수물(styrene-maleic anhydride)인 것이 바람직하고, 상기 (a) 단계는, 워터 배스(water bath)를 사용하여 50℃ 내지 90℃에서 중합시키는 것이 바람직하다.

발명의 효과

[0013] 이와 같은 본 발명을 제공하면, 시멘트 포화수용액에서 본 발명에 따른 흡수제 질량의 약 50 ~ 100 배를 흡수하는 효과를 얻을 수 있고, 상기 흡수제를 콘크리트에 혼입하여 제조할 경우 콘크리트의 과잉 혼합수를 제거 또는 저감하고, 콘크리트의 강도 증가와 양생 시간 절약을 통하여 구조물의 수명 연장 및 건설비용의 저감 효과를 기대할 수 있다.

[0014] 또한, 알칼리 수용액 환경하에서 셀 부분이 가수분해되어 흡수력을 발휘하기 때문에 다양한 관련 상품에 적용 가능하고, 잉여수 제거를 통하여 콘크리트의 강도 증가와 양생 시간 저감을 통한 구조물의 수명 연장 및 건설비용 절감효과를 얻을 수 있을 뿐만 아니라, 구조물의 수명 연장을 통한 건설 폐기물의 발생량을 줄일 수 있고 이에 따른 시멘트 제조 공정에서 발생 되는 CO₂ 저감 효과를 얻을 수 있는 장점이 있다.

도면의 간단한 설명

[0015] 도 1은 종래에 잉여수를 제거하기 위한 탈수 거품집의 사용 모식도를 나타낸 도면,
 도 2는 본 발명에 따른 시멘트 페이스트의 마이크로캡슐 흡수제의 중합방법을 나타낸 모식도,
 도 3은 본 발명에 따른 방법으로 제조된 시멘트 페이스트의 마이크로캡슐 흡수제의 FE-SEM 사진이고,
 도 4는 본 발명에 따른 방법으로 제조된 시멘트 페이스트의 마이크로캡슐 흡수제의 TEM 사진이고,
 도 5는 본 발명에 따른 시멘트 페이스트의 마이크로캡슐 흡수제 제조방법으로 제조된 마이크로 캡슐 흡수제의 시멘트 포화 수용액에서의 팽윤비를 나타낸 그래프이고,
 도 6은 본 발명에 따른 마이크로캡슐 흡수제 첨가에 따른 시멘트 페이스트의 점도변화를 나타낸 도면이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0016] 본 발명의 이점 및 특징, 그리고 그것을 달성하는 방법은 첨부되는 도면과 함께 상세하게 후술되어 있는 실시예들을 통해 설명될 것이다. 그러나 본 발명은 여기에서 설명되는 실시예들에 한정되지 않고 다른 형태로 구체화될 수도 있다. 단지, 본 실시예들은 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 본 발명의 기술적 사상을 용이하게 실시할 수 있을 정도로 상세히 설명하기 위하여 제공되는 것이다.

[0017] 도면들에 있어서, 본 발명의 실시예들은 도시된 특정 형태로 제한되는 것이 아니며 명확성을 기하기 위하여 과장된 것이다. 또한 명세서 전체에 걸쳐서 동일한 참조번호로 표시된 부분들은 동일한 구성요소를 나타낸다.

[0018] 본 명세서에서 "및/또는"이란 표현은 전후에 나열된 구성요소들 중 적어도 하나를 포함하는 의미로 사용된다. 또한, 단수형은 문구에서 특별히 언급하지 않는 한 복수형도 포함한다. 또한, 명세서에서 사용되는 "포함한다" 또는 "포함하는"으로 언급된 구성요소, 단계, 동작 및 소자는 하나 이상의 다른 구성요소, 단계, 동작, 소자 및 장치의 존재 또는 추가를 의미한다.

[0019] 이하에서 본 발명의 바람직한 실시예를 도면을 참조하여 상세히 설명하기로 한다.

[0020] 본 발명은 시멘트 페이스트에 사용되는 흡수제 및 그 제조방법에 관한 것으로 코어-셀 중합을 통하여 코어-셀 구조를 갖는 마이크로캡슐 중합체를 형성하는 것을 특징으로 한다.

[0021] 코어-셀 구조는 일반적으로 둘 이상의 한정된 영역을 갖는 중합체성 입자를 지칭하는데, 여기서 (본원에서 코어

라고 불리는) 하나의 영역은 (본원에서 셸이라고 불리는) 또 다른 영역에 의해 실질적으로 둘러싸여 진다. 코어 영역 및 셸 영역은 각각 하나 이상의 층을 가질 수 있다.

- [0022] 중합체성 입자는 중합체성 입자의 두 영역들을 분리하고 연결시키는 하나 이상의 상간 영역을 포함한다. 이와 같은 상간 영역은 코어 영역과 셸 영역을 분리하고 연결 시킨다.
- [0023] 중합체성 입자 영역의 물리적 성질은 예를 들면 크기, 유리전이온도, 경도 또는 강성도, 탄성중합체성 성질 및 가교 밀도를 포함할 수 있다. 중합체성 입자 영역의 화학적 성질은 예를 들면 용해성, 극성, 단량체 조성 및 단량체 구조를 포함할 수 있다. 상간 영역은 하나 이상의 층을 가질 수 있다.
- [0024] 첫째로 코어-셸 입자의 물성은 단량체의 선택에 좌우된다. 중합방법의 영향도 있으나 제품의 성질은 사용 단량체의 특성에 크게 의존되므로 유리전이온도, 중합열, 비열, 물에 대한 용해도, 중합방지제의 종류와 함량, 순도, 비점, 빙점 등이 코어와 셸의 구성 폴리머를 설계할 때 고려해야 할 중요한 점들이다.
- [0025] 둘째로 개시제는 반응을 일으키는 자유 라디칼을 생성한다.
- [0026] 셋째로 친수성 단량체를 사용하여 코어를 중합하는데 있어서 MBA 혹은 DVB과 같은 가교제를 사용하여 공중합을 행함으로써, 친수성인 코어 중합물이 물에 용해되지 않고 시멘트의 잉여수를 흡수하여 팽윤함으로써 잉여수를 제거하게 한다.
- [0027] 넷째로 셸을 형성하는 스티렌-말레산 무수물의 공중합체 중 말레산 무수물 부분이 시멘트의 알칼리 수용액에서 가수분해되어 셸부분이 물에 용해되는데 걸리는 지연 시간을 이용하여 시멘트의 작업 시간을 확보하게 한다.
- [0028] 이와 같이, 본 발명에서는 시멘트 페이스트에 의해 타설된 콘크리트에서 존재하는 과잉수를 흡수하여 콘크리트의 강도 증가와 양생 시간 절약을 통하여 구조물의 수명 연장 및 건설비용의 저감 효과를 기대할 수 있는 흡수제를 제공하기 위해, 연속상을 톨루엔으로 하고, 소수성 개시제, 가교제와 함께 친수성 단량체를 코어로, 스티렌과 말레산 무수물을 포함하는 셸 단량체를 중합하여 코어-셸 구조를 갖는 시멘트 페이스트에 사용되는 마이크로 캡슐 흡수제를 제안한다.
- [0029] 이하에서 본 발명에 따른 시멘트 페이스트의 마이크로캡슐 흡수제 및 이의 제조방법에 실시예를 상세히 설명한다.
- [0030] **시약 및 재료**
- [0031] 본 발명에 따른 시멘트 페이스트의 마이크로캡슐 흡수제의 중합은 용액중합으로 실시하였다. 연속상은 톨루엔(toluene)을 사용하였다. 코어 단량체는 Acryl amide, alkyl acrylic acid, styrene-maleic anhydride 등의 흡수제 역할을 수행할 수 있는 친수성 단량체로 하는 것이 바람직하고, 개시제는 2,2'-azobisisobutyronitrile(AIBN), Benzoyl peroxide(BPO), cumene hydroperoxide(CHPO) 등 톨루엔에 용해되는 소수성 개시제를 사용하는 것이 바람직하다. 그리고 가교제는 코어 단량체에 용해 가능한 MBA 혹은 DVB등이 바람직하고, 셸 단량체는 스티렌 말레산 무수물(styrene-maleic anhydride)를 사용하는 것이 바람직하다.
- [0032] 여기서 연속상인 톨루엔은 벤젠의 수소원자 1개를 메틸기(基)로 치환한 화합물로 무색의 액체이다. 석탄을 건류하여 얻은 경유를 황산으로 씻은 다음 정류(精溜)하여 만들거나 메틸사이클로헥세인을 수소이탈하여 제조하며 유기합성화학에서 중요한 화합물로서, 본 발명에서는 코어 단량체 및 셸 단량체의 서로다른 상에 대한 연속상으로 상기 톨루엔을 사용한다. 즉 코어-셸 구조에서 상간영역을 담당하는 물질에 해당한다.
- [0033] 개시제는 단위체가 들어 있는 매질에서, 활성 라디칼을 형성하면서 중합 반응을 일으키는 물질로서, 본원 발명에서는 상기 톨루엔에 용해되는 소수성 개시제인 2,2'-azobisisobutyronitrile(AIBN), Benzoyl peroxide(BPO), cumene hydroperoxide(CHPO) 등을 사용하는 것이 바람직하다.
- [0034] 그리고, 본 발명에 따른 시멘트 페이스트에 사용되는 흡수제의 특성을 나타내고, 콘크리트 타설에서 발생하는 과잉수를 흡수하는 역할을 수행할 수 있는 코어는 친수성 단량체를 사용하는 것이 바람직하다. 코어 단량체로는 상술한 바와 같이, Acryl amide, alkyl acrylic acid, styrene-maleic anhydride 등으로 사용한다.
- [0035] Acryl amide는 아크릴로나이트릴을 가수분해하여 얻을 수 있는 화학식 $\text{CH}_2=\text{CHCONH}_2$ 인 무색 결정으로, 그 중합체는 접합제 도료, 물 처리제, 종이?섬유의 마무리제 등으로 사용되는 친수성 단량체이고, alkyl acrylic acid, styrene-maleic anhydride 또한 흡수성이 좋은 친수성 단량체이다. 코어 단량체와 공중합하여 망목 구조를 형성

하는 가교제는 코어 단량체에 용해 가능한 MBA 혹은 DVB등을 사용하는 것이 가능하다. 쉘 단량체는 알칼리 수용액에서 가수분해반응 후 용해 가능한 maleic anhydride를 포함하는 styrene을 사용하는 것이 가능하다.

[0036] 이처럼, 본 발명에서는 친수성 단량체를 이용하여 코어-쉘 구조를 갖는 마이크로 캡슐 흡수제를 형성함으로써, 시멘트 페이스트와 함께 혼합하여 콘크리트를 타설하게 되면, 콘크리트 내부에서 발생하는 블리딩으로 인한 과잉수를 흡수시키고, 건조수축에 의한 균열을 방지하며, 양생 시 발생하는 기공을 줄여 고강도 시멘트 콘크리트를 생산할 수 있는 효과를 얻을 수 있다.

[0037] 제법

[0038] 이하에서 본 발명에 따른 시멘트 페이스트의 마이크로캡슐 흡수제의 중합에 의한 제조법을 설명하기로 한다.

[0039] 중합장치는 상하 분리형 1000ml 5구 pyrex 유리 반응조를 사용하였으며, 중합온도를 조절하기 위하여 water bath를 사용하였다. 중합형식은 용액중합을 사용하고, 상기 본 발명에 따른 흡수제의 중합은 두 단계로 실시하였다.

[0040] 용액중합은 용매 중에서 단량체(monomer)를 중합시키는 방법으로, 사용되는 용매가 단량체와 생성된 고분자를 모두 용해시키면 균일계 용액중합(homogeneous solution polymerization)이라 하고, 단량체와 개시제가 용매와 단일상을 이루어 중합이 시작되지만 중합된 고분자가 침전하면 침전중합(precipitation polymerization)이라 한다. 용액중합은 발열반응에 의한 반응열을 제거할 수 있고, 사용되는 용매만 잘 선택하면 중합도를 조절할 수 있는 장점이 있다.

[0041] 도 2는 본 발명에 따른 시멘트 페이스트의 마이크로캡슐 흡수제의 중합방법을 나타낸 모식도이다. 도 2에 나타낸 바와 같이, 본 발명의 흡수제 중합은 2단계로 나누어 이루어진다. 첫 번째 단계는 하부 반응조에 연속상인 toluene을 200g 코어 단량체, 가교제와 개시제를 사용하여 50도에서 90도의 온도 범위에서 중합하고(도 2의 (a) 참조), 두번째 단계는 쉘 단량체인 styrene과 쉘 단량체인 maleic anhydride를 toluene에 용해시킨 후 반연속적으로 상기 하부 반응조에 주입하며 쉘 중합을 실시한다.(도 2의 (b) 참조) [표 1]은 본 발명에 따른 흡수제를 제조하기 위한 용액중합시 사용되는 화학물질 및 사용되는 중량을 나타낸 표이다.

표 1

화학물질		질량
core	Toluene	50~90 wt%
	core monomer	10~50 wt%
	Initiator	0.1~5 wt%
Shell	Toluene	50~90 wt%
	Styrene	5~25 wt%
	Maleic anhydride	5~25 wt%

[0042]

[0043] 이와 같은 조건과 방법으로 중합이 완료되면, 도 3에서와 같이, 입자크기는 코어는 약 200nm ~ 600nm 사이의 범위, 코어-쉘은 400 nm ~ 1200 nm 사이의 범위에 있게 된다. 물을 흡수하는 능력인 팽윤비는 가교제의 첨가량 증가에 의존하여 감소하며, 팽윤비는 가교제의 종류와 가교제의 첨가량에 따라 조절이 가능하다.

[0044] 도 3과 도4는 본 발명에 따른 방법으로 제조된 시멘트 페이스트의 마이크로캡슐 흡수제의 FE-SEM과 TEM 사진들이다. SEM 분석에서 보면 입자 형태로 중합된 것을 보여주고, TEM 분석결과에서는 코어-쉘 구조로 입자가 형성

되었음을 나타낸다.

[0045] 도 5는 본 발명에 따른 시멘트 페이스트의 마이크로캡슐 흡수제 제조방법으로 제조된 마이크로 캡슐 흡수제의 시멘트 포화 수용액에서의 팽윤비를 나타낸 그래프이다. 도 5에 나타낸 바와 같이, 마이크로캡슐 흡수제와 코어에 대한 팽윤비를 측정한 결과 코어는 곧 바로 물을 흡수하였으나, 코어-셸 구조의 마이크로캡슐 흡수제는 시멘트 수용액에 첨가 후 30 분에서 2시간 사이에서 팽윤비가 증가하고 그 후 감소가 일어나는데, 이는 캡슐의 셸 부분이 알칼리 수용액에서 가수분해되어 친수성이 됨으로써 물이 셸 부분을 통과하여 코어에 전달되어 코어 부분의 흡수로 인한 팽윤이 나타나며, 2시간 후에는 가수분해된 셸 부분의 용해 때문에 오히려 팽윤비가 감소하는 것으로 판단된다.

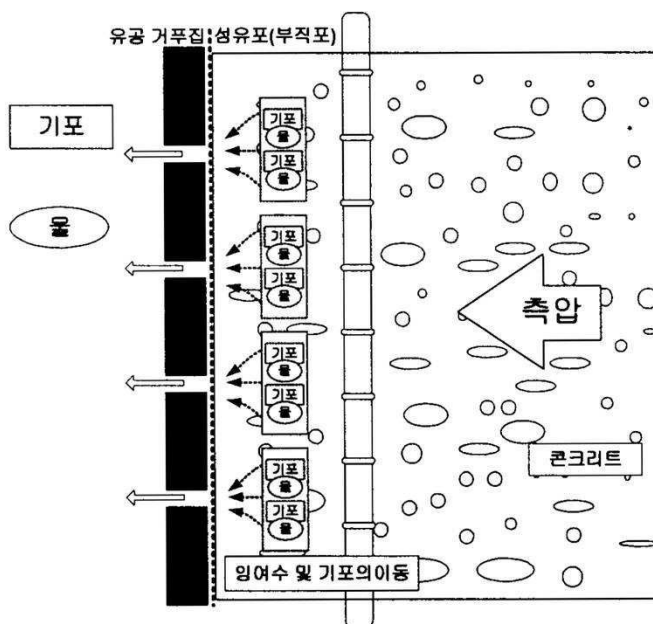
[0046] 도 6은 본 발명에 따른 마이크로캡슐 흡수제 첨가에 따른 시멘트 페이스트의 점도변화를 나타낸 도면이다. 도 6에 나타낸 바와 같이, 시멘트 페이스트의 점도변화를 관찰한 결과 마이크로 캡슐 흡수제를 첨가하지 않은 시멘트 페이스트는 6시간까지 점도 측정이 가능하나, 코어만 0.5% 투입한 시멘트 페이스트는 급격한 점도의 상승으로 1 시간 이후에는 점도 측정이 불가능한 것을 알 수 있다.

[0047] 또한 코어-셸 구조의 마이크로 캡슐 흡수제를 포함한 시멘트 페이스트는 약 2시간 이후부터 점도가 급격한 상승을 보이고 있으며, 이는 셸이 시멘트 페이스트의 알칼리 수용액에 의하여 가수분해되고 용해된 후 코어가 흡수를 시작하는 것임을 알 수 있다.

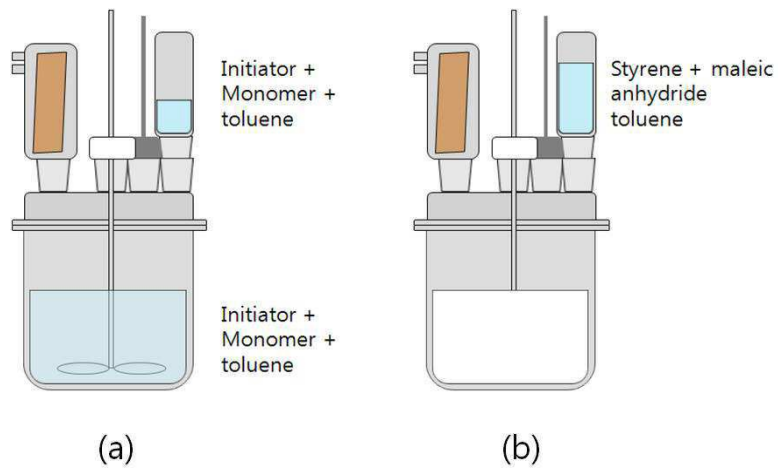
[0048] 이상의 설명에서 본 발명은 특정의 실시 예와 관련하여 도시 및 설명하였지만, 특허청구범위에 의해 나타난 발명의 사상 및 영역으로부터 벗어나지 않는 한도 내에서 다양한 개조 및 변화가 가능하다는 것을 당 업계에서 통상의 지식을 가진 자라면 누구나 쉽게 알 수 있을 것이다.

도면

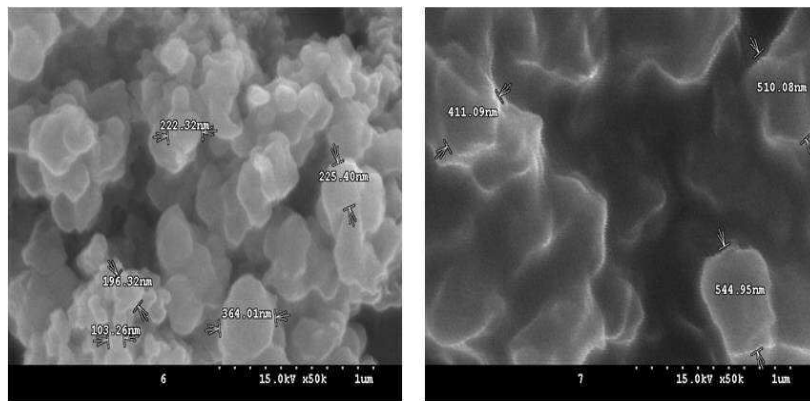
도면1



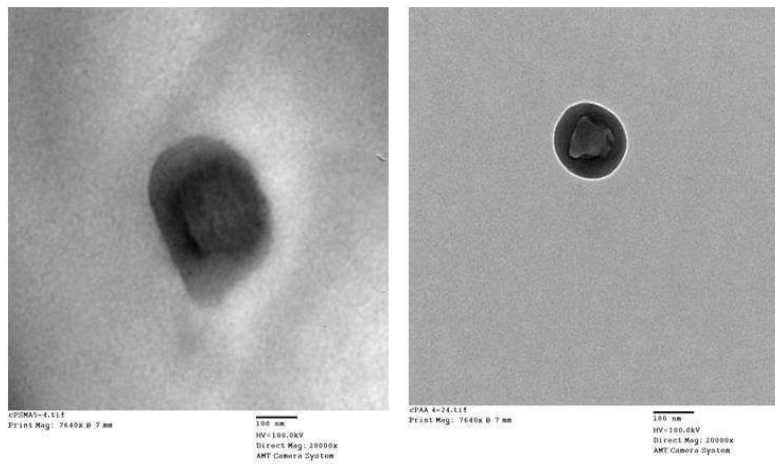
도면2



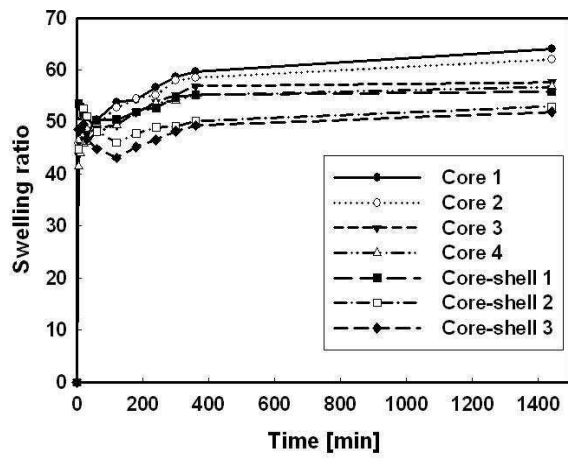
도면3



도면4



도면5



도면6

