(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2022-0033119
(43) 공개일자 2022년03월16일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
B01J 20/28 (2006.01) *B01J 20/04* (2006.01)
B01J 20/26 (2006.01) *B01J 20/291* (2006.01)
B01J 20/30 (2006.01) *C09K 3/18* (2006.01)
(52) CPC특허분류
B01J 20/28047 (2013.01)
B01J 20/046 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2020-0115099
(22) 출원일자 2020년09월09일
심사청구일자 2020년09월09일

(71) 출원인
한국기술교육대학교 산학협력단
충청남도 천안시 동남구 병천면 충절로 1600 (한국기술교육대학교내)
(72) 발명자
남병욱
충청남도 아산시 배방읍 호서로 460, 배방자이1차 아파트 125동 302호
배진우
경기도 양평군 지평면 대평로 343-2
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
조해연

전체 청구항 수 : 총 9 항

(54) 발명의 명칭 **누액방지 흡습제 조성물 및 그 제조방법**

(57) 요 약

본 발명은 누액방지 흡습제 조성물 및 그 제조방법에 관한 것이다.

본 발명의 실시 예를 따르는 누액방지 흡습제 조성물은, 염화칼슘($CaCl_2$); 염화마그네슘($MgCl_2$) 및 흡수성 고분자;를 포함하고, 상기 흡수성 고분자는 CMC(Carboxymethyl cellulose)일 수 있다.

(52) CPC특허분류
B01J 20/26 (2013.01)
B01J 20/291 (2013.01)
B01J 20/30 (2013.01)
C09K 3/185 (2013.01)
(72) 발명자
이종인
충청북도 청주시 서원구 남들로35번길 61, 바405호

오승주
충청남도 천안시 서북구 월봉4로 140-14(월봉벽산아파트 204동 202호)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	1345323366
과제번호	LINCPLUS-2020-45
부처명	교육부
과제관리(전문)기관명	한국연구재단
연구사업명	4차년도 산학공동기술개발과제
연구과제명	누액방지형 고성능 고분자기반 흡습제 개발 및 응용
기 여 율	1/1
과제수행기관명	한국기술교육대학교
연구기간	2020.06.01 ~ 2020.12.31

명 세 서

청구범위

청구항 1

염화칼슘($CaCl_2$);

염화마그네슘($MgCl_2$) 및

흡수성 고분자;를 포함하는,

누액방지 흡습제 조성물.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 흡수성 고분자는 CMC(Carboxymethyl cellulose)인,

누액방지 흡습제 조성물.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 염화칼슘 및 염화마그네슘의 질량비는 1:1 내지 1:10인,

누액방지 흡습제 조성물.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 염화칼슘 및 염화마그네슘의 질량비는 1:2.3 내지 1:9인,

누액방지 흡습제 조성물.

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 염화칼슘과 염화마그네슘의 합 및 흡수성 고분자의 질량비는 100:7.5 내지 100:65인,

누액방지 흡습제 조성물.

청구항 6

염화칼슘, 염화마그네슘 및 흡수성 고분자를 혼합하여 혼합물을 제조하는 단계; 및

상기 염화칼슘 및 염화마그네슘의 금속 양이온 및 흡수성 고분자의 친수성 음이온이 결합을 형성하여 겔화하는 단계;를 포함하는,

누액방지 흡습제 조성물의 제조방법.

청구항 7

제6항에 있어서,

상기 흡수성 고분자는 CMC(Carboxymethyl cellulose)인,

누액방지 흡습제 조성물의 제조방법.

청구항 8

제6항에 있어서,

상기 혼합물을 제조하는 단계에서, 상기 염화칼슘 및 염화마그네슘의 질량비는 1:2 내지 1:10인,

누액방지 흡습제 조성물의 제조방법.

청구항 9

제6항에 있어서,

상기 혼합물을 제조하는 단계에서, 상기 염화칼슘 및 염화마그네슘의 질량비는 1:2.3 내지 1:9인,

누액방지 흡습제 조성물의 제조방법.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 누액방지 흡습제 조성물 및 그 제조방법에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0003] 흡습제는 수분에 대한 친화력이 높은 물질을 포함하여 공기 중의 물을 흡수하는 기능을 갖는 물질이다. 흡습제는 주로 염화칼슘을 포함하며 공기 중의 습기를 제거하는 제습제, 건조제 및 겨울철 빙판 발생을 방지하는 제설제로 사용된다.

[0004] 그러나, 염화칼슘을 포함하는 종래의 흡습제는 흡수한 수분이 세어 나가는 누액현상이 발생하여 주변의 물건이 젖어버리고, 이로 인해 전자, 정밀, 광학제품 등에서는 부식 문제가 발생하기도 한다.

[0005] 선행기술문헌인 한국특허공개공보 제10-1994-0002336호는 값싸고 우수한 흡수성을 갖는 흡습제를 제공하기 위해 염화칼슘, 광물, 산화물 및 기타 첨가물을 혼합하고, 각 성분의 함량을 한정하고 있다.

선행기술문헌

특허문헌

[0007] (특허문헌 0001) 한국특허공개공보 제10-1994-0002336호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0008] 본 발명은 높은 수분 흡습력을 가진 누액방지 흡습제 조성물 및 그 제조방법을 제공함을 목적으로 한다.

[0009] 또한, 고점도의 겔을 형성하여 누액현상을 방지할 수 있다.

[0010] 또한, 제조 비용을 낮춰 경제적이다.

과제의 해결 수단

[0012] 본 발명의 실시 예를 따르는 누액방지 흡습제 조성물은, 염화칼슘($CaCl_2$); 염화마그네슘($MgCl_2$) 및 흡수성 고분자;를 포함한다.

[0013] 상기 흡수성 고분자는 CMC(Carboxymethyl cellulose)일 수 있다.

[0014] 상기 염화칼슘 및 염화마그네슘의 질량비는 1:1 내지 1:10 일 수 있다.

[0015] 상기 염화칼슘 및 염화마그네슘의 질량비는 1:2.3 내지 1:9 일 수 있다.

[0016] 상기 염화칼슘과 염화마그네슘의 합 및 흡수성 고분자의 질량비는 100:7.5 내지 100:65 일 수 있다.

[0018] 본 발명의 실시 예를 따르는 누액방지 흡습제 조성물의 제조방법은, 염화칼슘, 염화마그네슘 및 흡수성 고분자를 혼합하여 혼합물을 제조하는 단계; 및 상기 염화칼슘 및 염화마그네슘의 금속 양이온 및 흡수성 고분자의 친수성 음이온이 결합을 형성하여 겔화하는 단계;를 포함한다.

[0019] 상기 흡수성 고분자는 CMC(Carboxymethyl cellulose)일 수 있다.

[0020] 상기 혼합물을 제조하는 단계에서, 상기 염화칼슘 및 염화마그네슘의 질량비는 1:2 내지 1:10 일 수 있다.

[0021] 상기 혼합물을 제조하는 단계에서, 상기 염화칼슘 및 염화마그네슘의 질량비는 1:2.3 내지 1:9 일 수 있다.

발명의 효과

[0023] 본 발명의 실시 예를 따르는 누액방지 흡습제 조성물은 높은 수분 흡습력을 가진다.

[0024] 또한, 고점도의 겔을 형성하여 누액현상을 방지할 수 있다.

[0025] 또한, 제조 비용을 낮춰 경제적이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0027] 이하, 첨부된 도면을 참조하여 본 발명의 바람직한 실시 형태들을 다음과 같이 설명한다. 그러나, 본 발명의 실시 형태는 여러 가지 다른 형태로 변형될 수 있으며, 본 발명의 범위가 이하 설명하는 실시 형태로 한정되는 것은 아니다. 또한, 본 발명의 실시 형태는 당해 기술분야에서 평균적인 지식을 가진 자에게 본 발명을 더욱 완전하게 설명하기 위해서 제공되는 것이다.

[0029] 본 발명의 실시 예를 따르는 누액방지 흡습제 조성물은, 염화칼슘($CaCl_2$); 염화마그네슘($MgCl_2$) 및 흡수성 고분자;를 포함한다.

[0031] 염화칼슘($CaCl_2$) 및 염화마그네슘($MgCl_2$)은 다양한 방법에 의해 제조된 것일 수 있으며, 특별히 제한하지 않는다. 염화칼슘($CaCl_2$) 및 염화마그네슘($MgCl_2$)은 공기 중의 수분을 흡수하는 수분 흡습력을 가지고 있다.

[0032] 상기 염화칼슘 및 염화마그네슘의 질량비는 1:1 내지 1:10, 바람직하게는 1:2.3 내지 1:9.5, 가장 바람직하게는 1:8.5 내지 9.5일 수 있다. 염화칼슘의 함량이 너무 높은 경우에는 수분 흡습력이 감소할 수 있고, 염화마그네

슘의 함량이 너무 높은 경우에는 제조 비용이 상승하는 문제가 발생한다.

[0034] 상기 흡수성 고분자는 3차원 망상구조를 형성하여 모세관 현상 및 삼투압 현상으로 인하여 상기 망상구조 내부로 수분을 흡수할 수 있는 것일 수 있다. 상기 흡수성 고분자는 친수성 음이온, 예를 들면 COO^-를 포함할 수 있고, 상기 음이온들 사이의 반발력으로 망 내부의 공간이 확대되어 많은 양의 수분을 흡수할 수 있고, 염화칼슘 및 염화마그네슘과 이온 가교 반응을 형성하여 겔화할 수 있으며, 이를 통해 누액현상을 방지할 수 있다.

[0035] 상기 흡수성 고분자는 바람직하게 CMC(Carboxymethyl cellulose)일 수 있다.

[0036] 상기 염화칼슘과 염화마그네슘의 합 및 흡수성 고분자의 질량비는 100:7.5 내지 100:65, 바람직하게는 100:25 내지 100:65, 보다 바람직하게는 100:55 내지 100:65일 수 있다. 흡수성 고분자의 함량이 적으면 점도가 감소하여 누액방지 효과가 감소하고, 흡수성 고분자의 함량이 너무 많으면 수분 흡습률이 감소할 수 있다.

[0038] 본 발명의 실시 예를 따르는 누액방지 흡습제 조성물의 제조방법은, 염화칼슘, 염화마그네슘 및 흡수성 고분자를 혼합하여 혼합물을 제조하는 단계; 및 상기 염화칼슘 및 염화마그네슘의 금속 양이온 및 흡수성 고분자의 친수성 음이온이 결합을 형성하여 겔화하는 단계;를 포함한다.

[0039] 여기서 염화칼슘, 염화마그네슘 및 흡수성 고분자에 관한 내용은 앞서 설명한 것과 동일할 수 있다.

[0041] 상기 혼합물을 제조하는 단계에서 혼합방법은 염화칼슘, 염화마그네슘 및 흡수성 고분자를 혼합하여 균일하게 분산시켜 주는 것이면 특별히 제한하지 않는다.

[0042] 상기 흡수성 고분자는 CMC(Carboxymethyl cellulose)일 수 있고, 상기 혼합물을 제조하는 단계에서, 상기 염화칼슘 및 염화마그네슘의 질량비는 1:2 내지 1:10, 바람직하게는 1:2.3 내지 1:9 일 수 있다. 또한, 상기 염화칼슘과 염화마그네슘의 합 및 흡수성 고분자의 질량비는 100:7.5 내지 100:65, 바람직하게는 100:25 내지 100:65, 보다 바람직하게는 100:55 내지 100:65일 수 있다.

[0044] 상기 염화칼슘 및 염화마그네슘의 금속 양이온 및 흡수성 고분자의 친수성 음이온이 결합을 형성하여 겔화하는 단계에서, 흡수성 고분자 및 염화칼슘 및 염화마그네슘 사이에 물리적 가교가 형성될 수 있다. 물리적 가교란, 상기 흡수성 고분자의 음이온 및 염화칼슘 및 염화마그네슘의 금속 양이온 사이에 이온가교 반응이 발생하는 것을 의미하며, 이에 따라 각각의 분자가 서로 결합하게 된다. 이를 통해 흡습제의 점도가 상승하여 겔화가 된다.

[0045] 이를 위해 본 단계는 혼합물의 온도가 40 내지 60℃가 되도록 유지하는 단계를 포함할 수 있다. 상기 온도 범위에서 가교 형성이 최적이 될 수 있다. 또한, 습도는 80내지 95% RH로 유지할 수 있다.

[0047] 수분 흡습률 측정

[0048] 시료의 초기 무게 및 수분 흡수 후 무게를 측정하여 아래 식에 따라 수분 흡습률을 측정하였다.

[0049] 수분 흡습률은 아래의 식으로 계산하였다.

[0050] 수분 흡습률(%) = $((W_1 - W_0) / W_0) \times 100$

[0051] W_0: 수분과 반응하기 전의 시료의 무게

[0052] W_1: 수분과 반응한 후의 시료의 무게

[0054] 점도 측정

[0055] 점도는 브룩필드 점도계를 사용하여 25℃, 100rpm 조건에서 측정하였다.

[0057] 실시 예1

[0058] 염화칼슘 0.5g 및 염화마그네슘 4.5g을 혼합하고 무게를 측정한 후, 이를 항온항습기에 넣고 50℃, 90% RH 조건에서 120시간 동안 유지하여 수분과 반응시킨 후 무게를 측정하여 수분 흡습률을 계산하였다.

[0060] 실시 예2

[0061] 염화칼슘 1.5g 및 염화마그네슘 3.5g을 혼합한 것을 제외하고는 실시 예1과 동일한 방법으로 수행하여 수분 흡습률을 계산하였다.

[0063] 실시 예3

[0064] 염화칼슘 2.5g 및 염화마그네슘 2.5g을 혼합한 것을 제외하고는 실시 예1과 동일한 방법으로 수행하여 수분 흡습률을 계산하였다.

[0066] 실시 예4

[0067] 염화칼슘 3.5g 및 염화마그네슘 1.5g을 혼합한 것을 제외하고는 실시 예1과 동일한 방법으로 수행하여 수분 흡습률을 계산하였다.

[0069] 실시 예5

[0070] 염화칼슘 4.5g 및 염화마그네슘 0.5g을 혼합한 것을 제외하고는 실시 예1과 동일한 방법으로 수행하여 수분 흡습률을 계산하였다.

[0072] 비교 예1

[0073] 염화마그네슘 없이 염화칼슘 5g만 사용한 것을 제외하고는 실시 예1과 동일한 방법으로 수행하여 수분 흡습률을 계산하였다.

[0075] 비교 예2

[0076] 염화마그네슘 없이 염화칼슘 10g만 사용한 것을 제외하고는 실시 예1과 동일한 방법으로 수행하여 수분 흡습률을 계산하였다.

[0078] 비교 예3

[0079] 염화마그네슘 없이 염화칼슘 20g만 사용한 것을 제외하고는 실시 예1과 동일한 방법으로 수행하여 수분 흡습률을 계산하였다.

[0081] 비교 예4

[0082] 염화마그네슘 없이 염화칼슘 40g만 사용한 것을 제외하고는 실시 예1과 동일한 방법으로 수행하여 수분 흡습률을 계산하였다.

[0084] 비교 예5

[0085] 염화칼슘 없이 염화마그네슘 5g만 사용한 것을 제외하고는 실시 예1과 동일한 방법으로 수행하여 수분 흡습률을 계산하였다.

[0087] 비교 예6

[0088] 염화칼슘 없이 염화마그네슘 10g만 사용한 것을 제외하고는 실시 예1과 동일한 방법으로 수행하여 수분 흡습률을 계산하였다.

[0090] 비교 예7

[0091] 염화칼슘 없이 염화마그네슘 20g만 사용한 것을 제외하고는 실시 예1과 동일한 방법으로 수행하여 수분 흡습률을 계산하였다.

[0093] 비교 예8

[0094] 염화칼슘 없이 염화마그네슘 40g만 사용한 것을 제외하고는 실시 예1과 동일한 방법으로 수행하여 수분 흡습률을 계산하였다.

[0096] 실시 예1 내지 5 및 비교 예1 내지 8의 수분 흡습률은 아래의 표 1과 같다.

표 1

[0097]

	염화칼슘(g)	염화마그네슘(g)	수분 흡습률(%)
실시 예1	0.5	4.5	473
실시 예2	1.5	3.5	454
실시 예3	2.5	2.5	438
실시 예4	3.5	1.5	425
실시 예5	4.5	0.5	412
비교 예1	5	0	394
비교 예2	10	0	408
비교 예3	20	0	416
비교 예4	40	0	420
비교 예5	0	5	410
비교 예6	0	10	425
비교 예7	0	20	442
비교 예8	0	40	460

[0098] 염화칼슘 및 염화마그네슘을 혼합하여 혼합물 5g을 이용하여 측정한 실시 예1 내지 5와, 염화칼슘 5g만을 사용하여 측정한 비교 예1, 염화마그네슘 5g만을 사용하여 측정한 비교 예5를 비교하면, 염화칼슘 및 염화마그네슘을 혼합한 경우의 수분 흡습률이 모두 높은 것을 알 수 있다. 특히, 염화칼슘 및 염화마그네슘의 질량비가 1:1 내지 1:9인 경우(실시 예1 내지 3)가 비교 예1 및 5에 비하여 수분 흡습률이 현저하게 높은 것을 알 수 있다.

[0100] 누액방지 흡습제의 제조

[0101] 염화칼슘 및/또는 염화마그네슘에 흡수성 고분자를 첨가하여 누액방지 흡습제를 제조하고, 각각의 수분 흡습률을 측정하였다.

[0103] 실시 예6

[0104] 염화칼슘 0.5g, 염화마그네슘 4.5g 및 CMC 3g을 혼합하여 혼합물을 제조하고 무게를 측정한 후, 이를 항온항습기에 넣고 50℃, 90% RH 조건에서 120시간 동안 유지하여 수분과 반응시킨 후 무게를 측정하여 수분 흡습률을 계산하였다.

[0106] 실시 예7

[0107] 혼합물 제조 시 염화칼슘 1g, 염화마그네슘 9g 및 CMC 3g을 혼합한 것을 제외하고는 실시 예6과 동일한 방법으로 수행하여 수분 흡습률을 계산하였다.

[0108]

[0109] 실시 예8

[0110] 혼합물 제조 시 염화칼슘 2g, 염화마그네슘 18g 및 CMC 3g을 혼합한 것을 제외하고는 실시 예6과 동일한 방법으로 수행하여 수분 흡습률을 계산하였다.

[0112] 실시 예9

[0113] 혼합물 제조 시 염화칼슘 4g, 염화마그네슘 36g 및 CMC 3g을 혼합한 것을 제외하고는 실시 예6과 동일한 방법으로 수행하여 수분 흡습률을 계산하였다.

[0115] 비교 예9

[0116] 혼합물 제조 시 염화칼슘 5g 및 CMC 3g을 혼합한 것을 제외하고는 실시 예6과 동일한 방법으로 수행하여 수분 흡습률을 계산하였다.

[0118] 비교 예10

[0119] 혼합물 제조 시 염화칼슘 10g 및 CMC 3g을 혼합한 것을 제외하고는 실시 예6과 동일한 방법으로 수행하여 수분 흡습률을 계산하였다.

[0121] 비교 예11

[0122] 혼합물 제조 시 염화칼슘 20g 및 CMC 3g을 혼합한 것을 제외하고는 실시 예6과 동일한 방법으로 수행하여 수분 흡습률을 계산하였다.

[0124] 비교 예12

[0125] 혼합물 제조 시 염화칼슘 40g 및 CMC 3g을 혼합한 것을 제외하고는 실시 예6과 동일한 방법으로 수행하여 수분 흡습률을 계산하였다.

[0127] 비교 예13

[0128] 혼합물 제조 시 염화마그네슘 5g 및 CMC 3g을 혼합한 것을 제외하고는 실시 예6과 동일한 방법으로 수행하여 수분 흡습률을 계산하였다.

[0130] 비교 예14

[0131] 혼합물 제조 시 염화마그네슘 10g 및 CMC 3g을 혼합한 것을 제외하고는 실시 예6과 동일한 방법으로 수행하여 수분 흡습률을 계산하였다.

[0133] 비교 예15

[0134] 혼합물 제조 시 염화마그네슘 20g 및 CMC 3g을 혼합한 것을 제외하고는 실시 예6과 동일한 방법으로 수행하여 수분 흡습률을 계산하였다.

[0136] 비교 예16

[0137] 혼합물 제조 시 염화마그네슘 40g 및 CMC 3g을 혼합한 것을 제외하고는 실시 예6과 동일한 방법으로 수행하여 수분 흡습률을 계산하였다.

[0139] 실시 예6 내지 9 및 비교 예9 내지 16의 수분 흡습률은 아래의 표 2와 같다.

표 2

[0140]

	염화칼슘(g)	염화마그네슘(g)	CMC(g)	수분 흡습률(%)	점도 (cps)
실시 예6	0.5	4.5	3	420	47300
실시 예7	1	9	3	443	25900
실시 예8	2	18	3	463	14200
실시 예9	4	36	3	487	6900
비교 예9	5	0	3	365	46900
비교 예10	10	0	3	382	24800
비교 예11	20	0	3	402	13100
비교 예12	40	0	3	414	7800
비교 예13	0	5	3	376	45400
비교 예14	0	10	3	397	23700
비교 예15	0	20	3	423	12400
비교 예16	0	40	3	442	7000

[0141] 실시 예6 내지 9와, 비교 예9 내지 16을 비교하면, 염화칼슘 및/또는 염화마그네슘의 총 함량이 동일한 경우 실시 예의 수분 흡습률이 높은 것을 알 수 있다.

[0142] 또한, 실시 예6 및 7의 경우 염화칼슘 및/또는 염화마그네슘의 총 함량이 동일한 경우 실시 예의 점도가 25000 이상인 바, 겔형 흡습제가 안정적으로 제조됨을 알 수 있다.

[0144] 흡수성 고분자의 함량에 따른 수분 흡습률 및 점도의 변화를 관찰하기 위해 아래와 같이 흡습제를 제조하였다.

[0145] 실시 예10

[0146] 혼합물 제조 시 염화칼슘 0.5g, 염화마그네슘 4.5g 및 CMC 1g을 혼합한 것을 제외하고는 실시 예6과 동일한 방법으로 수행하여 수분 흡습률을 계산하였다.

[0148] 비교 예17

[0149] 혼합물 제조 시 염화칼슘 0.5g, 염화마그네슘 4.5g 및 CMC 5g을 혼합한 것을 제외하고는 실시 예6과 동일한 방법으로 수행하여 수분 흡습률을 계산하였다.

[0151] 비교 예18

[0152] 혼합물 제조 시 염화칼슘 0.5g, 염화마그네슘 4.5g 및 CMC 10g을 혼합한 것을 제외하고는 실시 예6과 동일한 방법으로 수행하여 수분 흡습률을 계산하였다.

[0154] 실시 예6, 10 및 비교 예17, 18의 수분 흡습률 및 점도는 아래의 표 3과 같다.

표 3

[0155]

	염화칼슘(g)	염화마그네슘(g)	CMC(g)	수분 흡습률(%)	점도 (cps)
실시 예10	0.5	4.5	1	445	16100
실시 예6	0.5	4.5	3	420	47300
비교 예17	0.5	4.5	5	387	-
비교 예18	0.5	4.5	10	326	-

[0156] 상기 실시 예6, 10 및 비교 예17, 18의 수분 흡습률 및 점도를 살펴보면, 흡수성 고분자의 함량이 높은 비교 예 17 및 18의 경우 수분 흡습률이 400% 미만으로 급격히 감소할 수 있다. 반면, 흡수성 고분자의 함량이 낮은 실시 예10은 높은 수분 흡습률을 가지며 겔화가 이루어짐을 알 수 있다. 염화칼슘과 염화마그네슘의 합 및 흡수성 고분자의 질량비가 100:55 내지 100:66에 해당하는 실시 예6의 경우, 점도가 40000 이상이고 수분 흡습률이 400% 이상인 바, 가장 우수한 누액방지 흡습제로 판단된다.