

## 마이크로 캡슐화된 탄산칼슘을 충전한 Polyolefin의 물리적 성질

임 승 순 · 김 동 국\* · 정 덕 영

한양대학교 섬유공학과 · \*한양대학교 화학과

(1990년 3월 27일 접수)

### Physical Properties of Polyolefin Filled with Microencapsulated CaCO<sub>3</sub>

Sung Soon Im, Dong Kook Kim,\* and Deog Young Jung

Dept. of Textile Engineering, Han Yang University, Seoul 133-791, Korea

\*Dept. of Chemistry, Han Yang University, Ansan 425-170, Korea

(Received March 27, 1990)

**요약 :** 탄산칼슘을 충전시킨 무기물 복합재료를 제조하는데 있어서 충전재의 계면 친화성과 분산성을 향상시키기 위해 유기용매계로 부터의 상분리법(Coacervation)을 이용하였다. 탄산칼슘의 마이크로 캡슐화는 벼마고분자로 HDPE와 LONPLY를 사용하여 표면처리를 하였으며, 각 조성비에 따른 캡슐화 비율을 열분석을 통해 조사하였다. 또 캡슐화된 탄산칼슘을 polyolefin계의 HDPE와 PP에 충전시켜, 기계적 및 동역학적 특성의 결과로 각각의 표면처리효과에 대하여 연구하고, 특히 인장강도에 있어서 탄산칼슘의 충전으로 인한 물성저하를 최소화할 수 있음을 확인하였다.

**Abstract :** CaCO<sub>3</sub> for inorganic filler/polymer composites were prepared by phase separation method using organic solvent to improve the adhesion of interface and the dispersion of fillers. The CaCO<sub>3</sub> was treated with wall materials, HDPE and LONPLY, in order to encapsulate it. Each formation percentage according to encapsulation ratio was evaluated by thermal analysis. And the physical properties and dynamic mechanical property of HDPE and PP filled with microencapsulated CaCO<sub>3</sub> were measured by Instron and Rheovibron and, especially we assured that the decrease of tensile strength can be minimized by encapsulated method in HDPE and PP filled CaCO<sub>3</sub>.

### 서 론

유기고분자에 있어 새로운 물질을 합성하는데에는 시간과 경제적으로 많은 투자가 필요하기 때문에 최근에 와서는 유기고분자간의 블렌드 또는 고분자 물질에 무기물입자나 섬유상물질들을 충전함으로써 기계적 성질, 열적 성질, 화학적 성질, 전기적 성질등의 향상을 위해 오래전부터 노력해 왔으며, 실제로

우주항공, 자동차산업, 스포츠레저, 전자산업등 많은 부분에 응용되고 있다. 그러나 이와같은 복합재료에 있어서 역학적 물성을 증가시키는데는 일반적으로 섬유상물질의 충전이 주류를 이루고 있다. 한편 무기물입자등을 충전하는 분산계 복합재료에 있어서는 강도의 저하가 현저하여 현재까지 무기물입자는 생산비 경감등을 주목적으로 하고 있다. 이는 입자 충전재를 충전한 복합재료의 경우 하중을 담당하는

것이 모상인 반면 섬유강화재료에서는 섬유란 점이 크게 다르다. 즉 입자강화계에서는 강도가 모상내의 전이운동을 방해하는 분산입자의 능력(분산성과 계면접착성)에 의존하는 것에 대하여 섬유강화계에서는 모상은 주로 섬유에 하중을 전달하여 분산시키는 매체로 작용함으로 강도는 주로 섬유의 강도, 계면의 접착강도, 모상의 전단강도에 의존하기 때문이다. 따라서 무기물입자를 충전하여 역학적 물성을 증진시키기 위하여 많은 노력이 행해지고 있다. 전보<sup>1</sup>에서 분산계 복합재료에 있어서 계면의 친화성과 총진재의 분산성을 향상시키기 위하여 탄산칼슘을 마이크로 캡슐화,<sup>2</sup> 커플링 제(KR-TTS)<sup>3</sup> 및 중합성 단량체(AA)<sup>4</sup>로 처리하여 HDPE에 충전한 복합재료의 유성학적, 역학적, 동역학적 특성을 비교 검토하였다. 마이크로 캡슐화의 경우 벼막고분자를 사용하였는 바 상당한 효과가 있음을 확인하였으나 기대한 효과를 얻지 못하였다.

본 연구에서는 벼막고분자로 HDPE와 변성PP인 LONPLY를 이용하여 무기물입자인 탄산칼슘에 유기용매계로 부터의 상분리법으로 마이크로 캡슐을 형성시켜 각각 HDPE와 PP를 모상으로 한 olefin계 복합재료를 얻고 그의 역학적, 동역학적 특성을 비교하고 함께으로써 마이크로 캡슐화에 의한 처리효과를 연구하였다.

## 실험

충전재로는 일신산업사제 평균직경 10μm인 탄산

칼슘을 사용하였고, 벼막물질로는 호남석유화학(주) 제품인 MI가 5.0g/10min이며, grade가 2200-J인 high density polyethylene(HDPE)를 사용하였다. 또한 polypropylene에 maleic anhydride를 graft공중합한 LONPLY(三井東燃化學(株))를 사용하였다. 모상으로는 HDPE(벼막고분자와 동일)와 PP(호남석유화학(주); grade FO-150A)를 사용하였다. 용제는 양용매로 특급인 xylene과 비용매로는 같은 등급의 ethylene glycol monoethyl ether를 정제하지 않고 사용하였다.

### Encapsulation

유기용매에 의한 상분리법으로 탄산칼슘을 마이크로 캡슐화하는데 있어, 두종류의 벼막물질로 처리하는데 Table 1에서 보는바와 같이 탄산칼슘을 일정하게 놓고 벼막고분자의 양을 변화시켜 흡착되는 양을 비교해 보았다. 캡슐화는 전보<sup>1</sup>와 같이 실시하였으며 HDPE를 벼막고분자로 사용한 경우 HDPE를 xylene에 용해시키고, 완전히 용해된 HDPE solution에 900rpm으로 교반을 하면서 핵재인 탄산칼슘을 첨가하고 약 90초후에 비용매인 ethylene glycol monoethyl ether를 첨가하는 동시에 온도를 평균 0.7°C/min로 내리기 시작하여 온도가 35°C정도가 되면 혼합용액을 bath에서 끼내 0~5°C로 12시간정도 유지시켰다. 그 후에 이 용액을 filtration하고, 용매를 간조시켜 캡슐화된 탄산칼슘을 얻게되었다. LONPLY를 벼막고분자로 사용한 경우도 같은 방법으로 하였다.

Table 1. The Formulation of Encapsulation

(unit : g)

HDPE-CaCO <sub>3</sub> Encapsulation					LONPLY-CaCO <sub>3</sub> Encapsulation				
Ratio	C.M <sup>1)</sup>	W.M <sup>2)</sup>	G.S <sup>3)</sup>	N.S <sup>4)</sup>	Ratio	C.M <sup>1)</sup>	W.M <sup>2)</sup>	G.S <sup>3)</sup>	N.S <sup>4)</sup>
CaCO <sub>3</sub> : HDPE	CaCO <sub>3</sub>	HDPE	Xylene	E.G.M.E	CaCO <sub>3</sub> : LONPLY	CaCO <sub>3</sub>	LONPLY	Xylene	E.G.M.E
18 : 1	27.00	1.50	150.0	100.0	27 : 1	45.00	1.67	250.0	150.0
9 : 1	27.00	3.00	150.0	100.0	18 : 1	45.00	2.50	250.0	150.0
6 : 1	27.00	4.50	150.0	100.0	9 : 1	45.00	5.00	250.0	180.0
4 : 1	27.00	6.75	150.0	100.0	4 : 1	45.00	11.25	250.0	200.0

<sup>1)</sup> : C.M : Core material    <sup>2)</sup> : W.M : Wall material

<sup>3)</sup> : G.S : Good-solvent    <sup>4)</sup> : N.S : Non-solvent

### Compounding 및 시편제작

상기 캡슐화 탄산칼슘과 보상고분자의 compounding은 2-roll mixer를 이용하였다. HDPE로 capsule화된 탄산칼슘의 경우는 벼막고분자와 같은 HDPE를 모상으로 하여 roll mixer의 표면온도를 130°C로 하여, 8min간 혼련하여 충전([HDPE-CaCO<sub>3</sub>]-PP)하였다. Roll mixer에서 제조된 시료를 작은 크기의 pellet으로 만들어 hot press에서 축정에 알맞은 두께의 film으로 제조하였다. 이때 조건은 각각 155°C와 190°C의 표면온도에서 7분 30초 동안 4500 psi의 압력을 가하여 축정용 시료를 제조하였다.

### 마이크로 캡슐의 형성확인

마이크로 캡슐의 형성여부를 전자현미경(SEM : Jeol JSM-35CF)으로 직접 관찰하였고, 탄산칼슘에 흡착된 벼막고분자를 정량적으로 분석하기 위해 TGA(SEIKO I, TA Station SSC 5000 Series, TG/DTA 200)를 이용하였으며, 캡슐화된 탄산칼슘에서 벼막고분자의 정성적 분석을 위해 FT-IR(Nicolet 5 DX)를 이용하였다.

### 물리적 성질

역학적 물성인 인장강도와 인장탄성율의 측정은 만능시험기인 UTM-III Tensilon(Toyobaldwin사)을 이용하였는데, 시료의 크기는 i) [HDPE-CaCO<sub>3</sub>]-HDPE의 경우 0.3mm×5mm×50mm로 ii) [LON-PLY-CaCO<sub>3</sub>]-PP의 경우는 0.3mm×10mm×50mm로 시료를 만들었으며, 축정 조건은 cross head speed가 10mm/min, chart speed 1000mm/min,

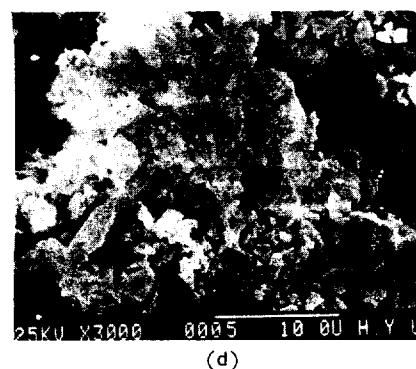
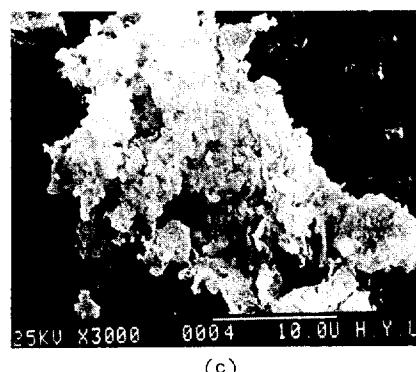
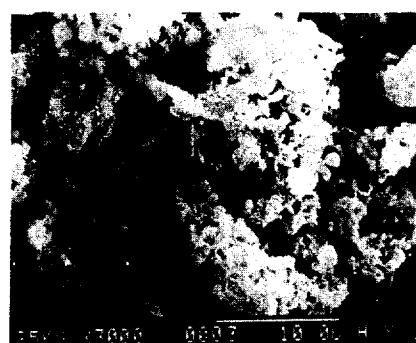
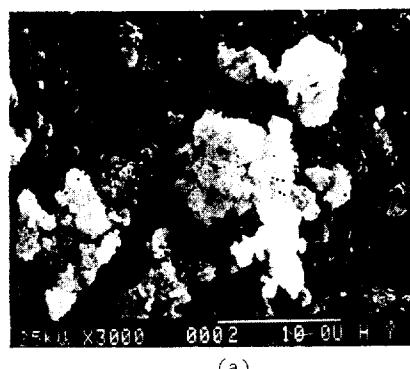


Fig. 1. SEM photographs of the microencapsulated CaCO<sub>3</sub> with HDPE : (a) CaCO<sub>3</sub> : HDPE = 18 : 1, (b) CaCO<sub>3</sub> : HDPE = 9 : 1, (c) CaCO<sub>3</sub> : HDPE = 6 : 1, (d) CaCO<sub>3</sub> : HDPE = 4 : 1.

gage length를 10mm로 하여 측정하였다. 동역학적 인 물성을 측정하기 위해 Rheovibron(Toyobaldwin 사)을 이용하였는데, 측정조건은 [LONPLY-CaCO<sub>3</sub>] -PP의 경우 -80°C에서 145°C까지 승온속도를 1°C /min으로 하여 sample의 크기를 0.1mm×3mm×40 mm로 하여, 11Hz에서 측정하였다. 과괴단면의 특성을 연구하기 위해, 시편을 액체질소하에서 냉각시킨 후 충격을 가해 절단면을 전자현미경으로 조사하였다.

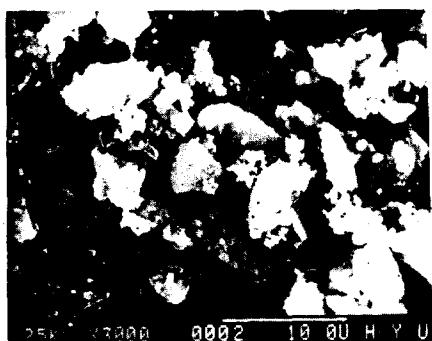
#### X-선 회절

캡슐화된 탄산칼슘은 powder상태로, 이를 충전한 복합재료는 필름으로 하여 Wide angle X-ray Scattering(Rigaku D/Max X-ray Diffractometer)을 행하였다.

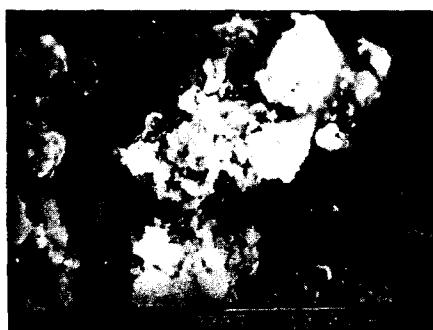
#### 결과 및 고찰

##### Microcapsule의 형성관찰

Fig. 1과 Fig. 2는 유기용매에 의한 상분리법으로 캡슐을 형성한 전자현미경 사진으로 각각 HDPE-CaCO<sub>3</sub> 캡슐화와 LONPLY-CaCO<sub>3</sub> 캡슐화를 나타내고 있다. 그림에서도 볼 수 있듯이 각각의 조성비가 증가함에 따라서 점차로 탄산칼슘표면을 벽막고 분자가 뒤덮어 조성비가 4:1일 때는 HDPE-CaCO<sub>3</sub> 캡슐화 및 LONPLY-CaCO<sub>3</sub> 캡슐화의 두 시료 모두가 탄산칼슘이 거의 보이지 않게 됨을 확인할 수 있었다. 상분리법에서의 캡슐의 형성과정은 비용매의 첨가와



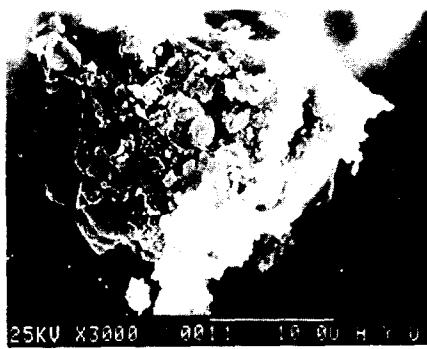
(a)



(b)



(c)



(d)

Fig. 2. SEM photographs of the microencapsulated CaCO<sub>3</sub> with LONPLY : (a) CaCO<sub>3</sub> : LONPLY = 27 : 1, (b) CaCO<sub>3</sub> : LONPLY = 18 : 1, (c) CaCO<sub>3</sub> : LONPLY = 9 : 1, (d) CaCO<sub>3</sub> : LONPLY = 4 : 1.

동시에 온도를 내림으로써 용해되어 있는 벼막고분자가 점차로 탄산칼슘표면에 침전하면서 캡슐의 두께가 증가하게 된다.

Fig. 3과 Fig. 4는 각각 HDPE-CaCO<sub>3</sub> 캡슐화와 LONPLY-CaCO<sub>3</sub> 캡슐화의 TGA를 통한 중량감소 곡선을 나타내고 있다. 두 시료가 약 220~240°C 정도에서 분해를 시작하여 약 450°C에서 분해가 완료되고 있는데, 캡슐화비율이 증가할수록 중량감소가 크게 일어나 탄산칼슘표면에 벼막고분자가 많이 흡착되어 있음을 확인할 수 있으며 이를 정량적으로 계산한 것을 Table 2에 나타내었다. 표에서 보는 바와 같이 벼막고분자가 증가하면 중량감소량도 증가하여 탄산

칼슘표면에 캡슐화 양이 증가하였음을 나타내고 있다.

FT-IR의 정성분석 결과 HDPE와 LONPLY의 두 경우 모두 -CH<sub>3</sub>와 -CH<sub>2</sub>-의 stretching에 의한 peak가 2800~2900cm<sup>-1</sup>부근에서 나타나고 있다.

#### 역학적 물성의 해석

Fig. 5와 Fig. 6은 각각 [HDPE-CaCO<sub>3</sub>]-HDPE와 [LONPLY-CaCO<sub>3</sub>]-PP의 인장강도를 HDPE와 PP에 대하여 상대적으로 나타낸 것이다. 두 시료 모두 캡슐화를 하지 않은 순수한 탄산칼슘이 30% 충전된 경우 순수matrix의 인장강도에 약 80% 정도밖에 되지 않았지만, 캡슐화의 조성비가 증가함에 따라 인장강도의 감소가 줄어들게 되어 충전비가 같으면서 조성비가 4:1인 경우, 순수HDPE와 PP의 인장강도의

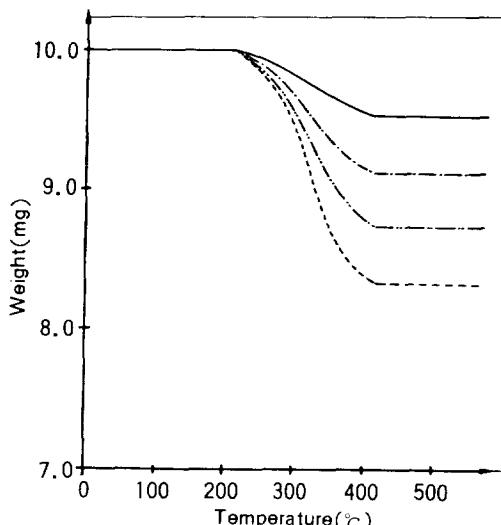


Fig. 3. TGA curves of the microencapsulated CaCO<sub>3</sub> with HDPE : (—) CaCO<sub>3</sub> : HDPE = 18 : 1, (---) CaCO<sub>3</sub> : HDPE = 9 : 1, (- · -) CaCO<sub>3</sub> : HDPE = 6 : 1, (.....) CaCO<sub>3</sub> : HDPE = 4 : 1.

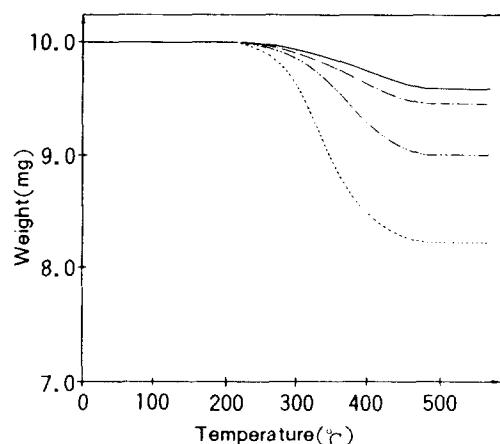


Fig. 4. TGA curves of the microencapsulated CaCO<sub>3</sub> with LONPLY : (—) CaCO<sub>3</sub> : LONPLY = 27 : 1, (---) CaCO<sub>3</sub> : LONPLY = 18 : 1, (- · -) CaCO<sub>3</sub> : LONPLY = 9 : 1, (.....) CaCO<sub>3</sub> : LONPLY = 4 : 1.

Table 2. Weight Loss by TGA

(unit : g)

HDPE-CaCO <sub>3</sub> Encapsulation			LONPLY-CaCO <sub>3</sub> Encapsulation		
Ratio CaCO <sub>3</sub> : HDPE	Dosing HDPE	HDPE of Capsule	Ratio CaCO <sub>3</sub> : LONPLY	Dosing LONPLY	LONPLY of Capsule
18 : 1	5.26	5.24	27 : 1	3.75	3.51
9 : 1	10.00	8.87	9 : 1	10.00	9.29
6 : 1	14.29	10.10	6 : 1	14.29	12.86
4 : 1	20.00	12.50	4 : 1	20.00	17.72

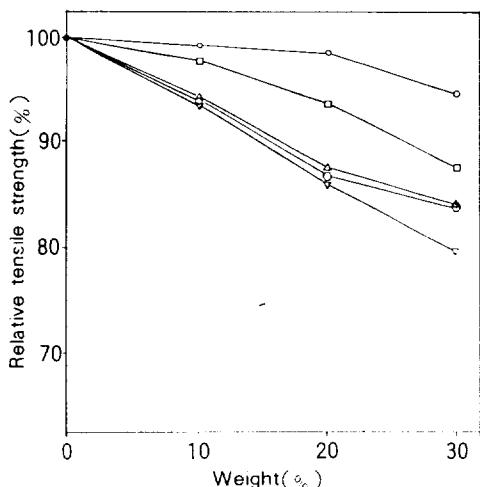


Fig. 5. Relative tensile strength of HDPE filled with microencapsulated CaCO<sub>3</sub>; (○) CaCO<sub>3</sub> : HDPE = 18 : 1, (△) CaCO<sub>3</sub> : HDPE = 9 : 1, (□) CaCO<sub>3</sub> : HDPE = 6 : 1, (▽) CaCO<sub>3</sub> : HDPE = 4 : 1, (■) Nonencapsulated CaCO<sub>3</sub> 총잔, (●) HDPE.

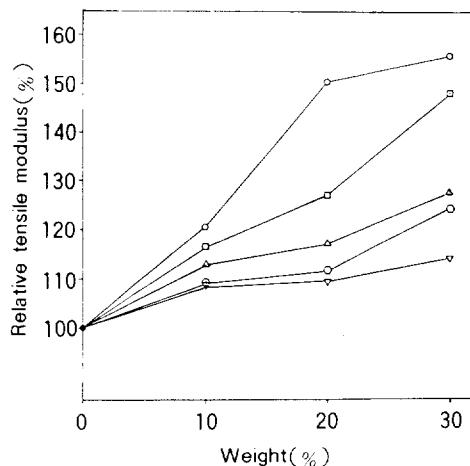


Fig. 7. Relative tensile modulus of HDPE filled with microencapsulated CaCO<sub>3</sub>; (○) CaCO<sub>3</sub> : HDPE = 18 : 1, (△) CaCO<sub>3</sub> : HDPE = 9 : 1, (□) CaCO<sub>3</sub> : HDPE = 6 : 1, (▽) CaCO<sub>3</sub> : HDPE = 4 : 1, (■) Nonencapsulated CaCO<sub>3</sub> 총잔, (●) HDPE.

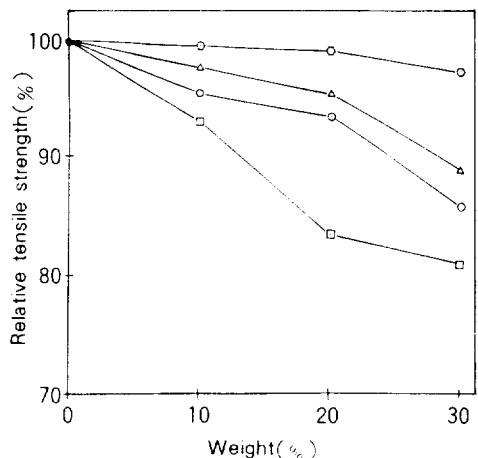


Fig. 6. Relative tensile strength of PP filled with microencapsulated CaCO<sub>3</sub>; (○) Original CaCO<sub>3</sub>, (△) CaCO<sub>3</sub> : LONPLY = 27 : 1, (□) CaCO<sub>3</sub> : LONPLY = 9 : 1, (○) CaCO<sub>3</sub> : LONPLY = 4 : 1, (●) PP.

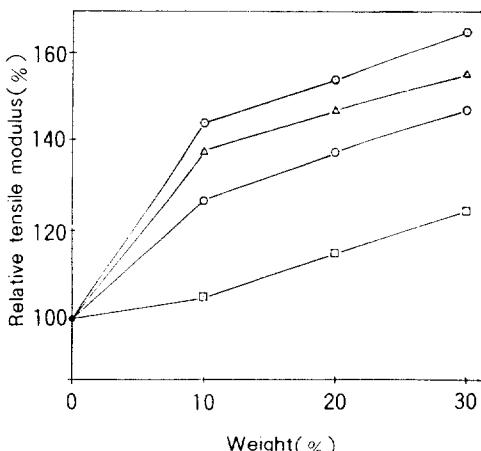


Fig. 8. Relative tensile modulus of PP filled with microencapsulated CaCO<sub>3</sub>; (○) Original CaCO<sub>3</sub>, (△) CaCO<sub>3</sub> : LONPLY = 27 : 1, (□) CaCO<sub>3</sub> : LONPLY = 9 : 1, (○) CaCO<sub>3</sub> : LONPLY = 4 : 1, (●) PP.

각각 약 95%까지 이르며 특히 filler의 증가으로 양화 강도 저하를 무사할 수 있는 양을 확보할 수 있었다. 한편 친화성에서 저분자량 PE로 캡슐화한 경우

9~15% 30% (캡슐화 4:1) 총잔시에 88% 정도로 나타나 있었다.

Fig. 7과 Fig. 8은 HDPE 및 캡슐화된 탄산칼슘을

충전한 [HDPE-CaCO<sub>3</sub>]-HDPE와 LONPLY로 캡슐화된 탄산칼슘을 충전한 [LONPLY-CaCO<sub>3</sub>]-PP의 인장탄성율을 각각 상대값으로 나타내고 있다. 이것을 보면 순수 탄산칼슘을 30% 충전시킨 경우 인장탄성율의 증가가 순수 모상고분자와 비교해 10~20%의 향상에 지나지 않았으나, 같은 충전비에서 조성비가 4:1인 경우 약 60%의 증가를 보여 주고 있다. 따라서 캡슐화비가 증가함에 따라 인장탄성율의 증가가 현저히 나타남을 알 수 있었다.

이상에서 알아본 것과 같이 캡슐화의 조성비가 증가함에 따라 상기 복합재료의 인장강도의 저하율은 모상고분자에 비하여 현저히 작아지고 인장탄성율의 증가는 극대화가 되는 것은 복합재료의 역학적 성질이 계면에 따라 크게 영향을 받기 때문이다. 벼막고 분자가 존재함에 따라 서로 상이한 phase를 일작시킴으로써 효과를 나타내게 되는데, 이들은 공유결

합이나 수소결합과 같은 화학결합이 아닌 캡슐화에 의해 형성된 벼막물질이 충전시 모상고분자와 상용성을 향상시켜 충전 후 anchoring효과를 통해 이와 같은 결과를 나타낸다고 생각된다. 이와같은 anchoring효과는 물리적 흡착에 기인한다고 알려져있는데 보강효과에 대한 영향 및 구조에 미치는 영향은 전혀 연구되어 있지 않다. Fig. 9에 HDPE계의 X-선 회절곡선을 나타냈는데 캡슐화한 경우 20가 14.44°와 17.36°에서 새로 회절 peak가 나타나 캡슐화 HDPE의 계면간에 새로운 구조가 발생될 수 있음을 시사하고 있어 지속적인 연구가 필요하다.

#### 동적 점탄성

Fig. 10과 Fig. 11은 [HDPE-CaCO<sub>3</sub>]-HDPE와 [LONPLY-CaCO<sub>3</sub>]-PP의 온도에 대한 tan δ를 나타낸 그림이다. 각 곡선을 살펴보게 되면 Fig. 10의 경우 HDPE의 T<sub>g</sub>인 -120°C부근과 Fig. 11의 경우

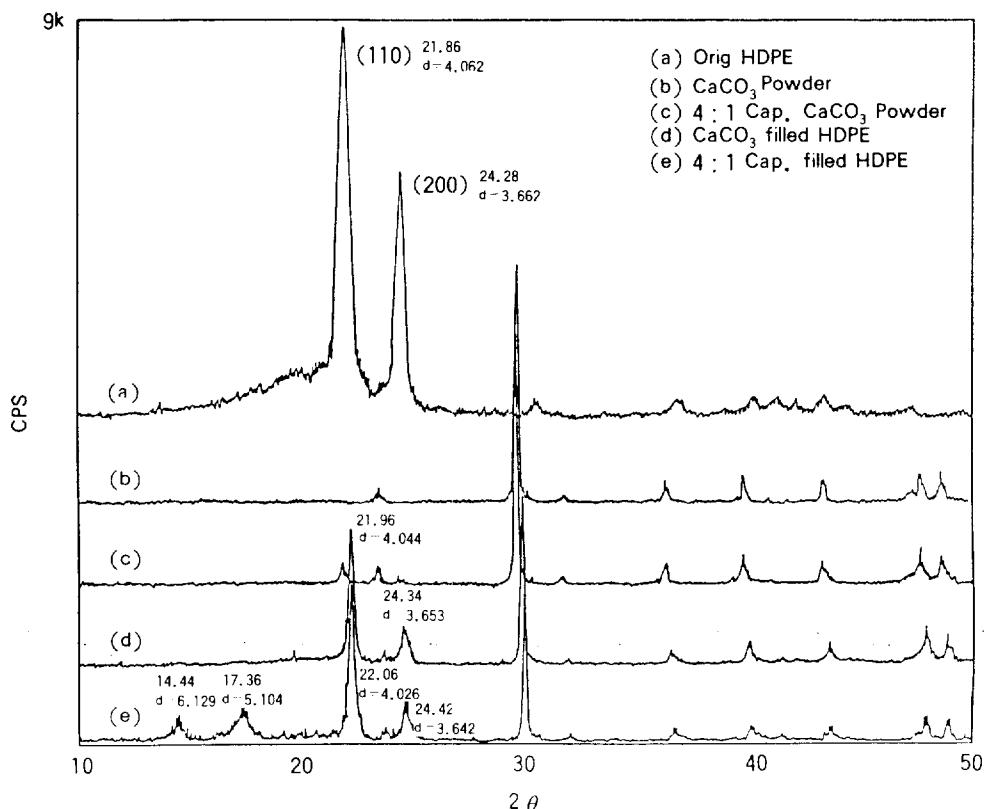


Fig. 9. X-ray diffraction of HDPE filled with untreated and microencapsulated CaCO<sub>3</sub> powder.

PP의  $T_g$ 인 20°C부근에서  $\tan \delta$  peak가 최대를 보이며 캡슐화 조성비가 증가할수록 고온쪽으로 2~3°C 가량 이동함을 알 수 있는데, 이는 충전재와 모상고분자의 계면접촉이 좋을수록 충전물질이 모상고분자의 분자고리의 열운동을 더 방해하기 때문으로 사료된다.

여기에서 저장탄성율과 손실탄성율을 살펴봄으로

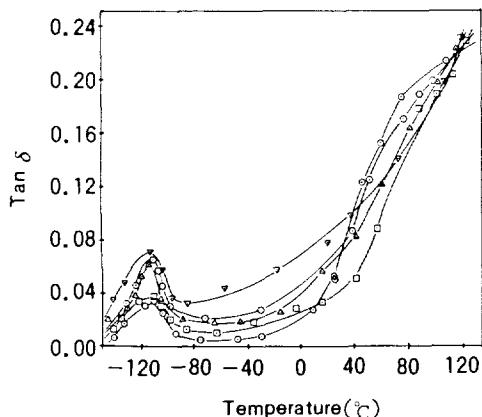


Fig. 10. Loss tangent vs. temperature of HDPE filled with microencapsulated  $\text{CaCO}_3$ ; (○)  $\text{CaCO}_3$  : LONPLY = 18 : 1, (△)  $\text{CaCO}_3$  : HDPE = 9 : 1, (□)  $\text{CaCO}_3$  : HDPE = 6 : 1, (◎)  $\text{CaCO}_3$  : HDPE = 4 : 1, (▽) Nonencapsulated  $\text{CaCO}_3$  충전.

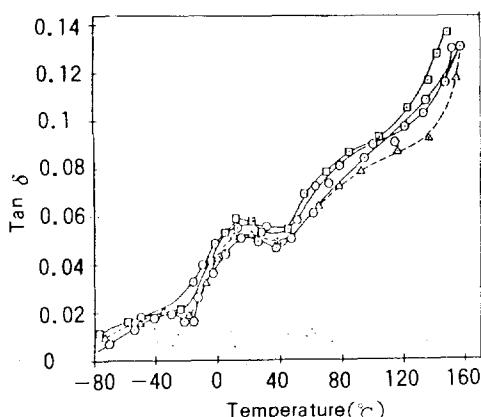


Fig. 11. Loss tangent vs. temperature of PP filled with microencapsulated  $\text{CaCO}_3$ ; (○)  $\text{CaCO}_3$  : LONPLY = 27 : 1, (△)  $\text{CaCO}_3$  : LONPLY = 9 : 1, (□)  $\text{CaCO}_3$  : LONPLY = 4 : 1, (■) Nonencapsulated  $\text{CaCO}_3$  충진.

써 계면간의 성질에 관한 정보를 얻을 수 있는데, Fig. 12와 Fig. 13은 [LONPLY- $\text{CaCO}_3$ ]-PP의 저장탄성율과 손실탄성율을 나타낸 것이다. Fig. 12는 저장탄성율을 온도변환으로 나타낸것으로 계면의 접촉이 양호할수록 저장탄성율이 증가하는데, 그림을

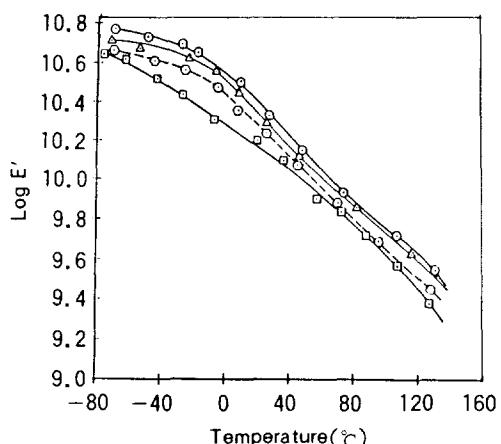


Fig. 12. Storage modulus vs. temperature of PP filled with microencapsulated  $\text{CaCO}_3$ ; (○)  $\text{CaCO}_3$  : LONPLY = 27 : 1, (△)  $\text{CaCO}_3$  : LONPLY = 9 : 1, (□)  $\text{CaCO}_3$  : LONPLY = 4 : 1, (■) Nonencapsulated  $\text{CaCO}_3$  충전.

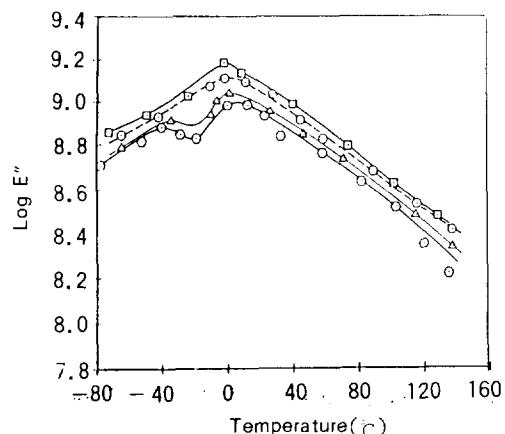


Fig. 13. Loss modulus vs. temperature of PP filled with microencapsulated  $\text{CaCO}_3$ ; (○)  $\text{CaCO}_3$  : LONPLY = 27 : 1, (△)  $\text{CaCO}_3$  : LONPLY = 9 : 1, (□)  $\text{CaCO}_3$  : LONPLY = 4 : 1, (■) Nonencapsulated  $\text{CaCO}_3$  충진.

살펴보게 되면 처리하지 않은 순수 탄산칼슘을 충전 시킨 PP가 가장 낮은 값을 나타내고 있지만, 캡슐화 비율이 증가할수록 예상했던 것과는 달리 역전된 곡선을 보여 주고 있다. 이는 캡슐화비율이 증가함에 따라 벽막물질이 증가하게 되는데, 이렇게 캡슐화 탄산칼슘을 충전하게 되면 실제 충전되는 탄산칼슘이 줄어들게 된다. 이에 따라 저장탄성율의 경우에는 캡슐화의 조성비가 증가함에 따라 계면접착력이 향상되지만, 이 보다는 조성비가 작기는 하지만 저장탄성율이 큰 캡슐화된 탄산칼슘이 상대적으로 많이 충전됨으로 해서 27:1이 가장 크게 나타나게 된다. 또한 Fig. 13은 온도에 따른 순실탄성을 나타내었는데 캡슐화 조성비가 증가함에 따라 계면접착력의 향상으로 인해서 감소하는 경향을 나타내고 있다. 여기에서 캡슐화 비율에 따른 실제 충전되는 양을 Table 3에 나타내었다. 예를들면 캡슐화 비율이 4:1인것을 30% 충전시킬 경우 실제 충전은 탄산칼슘이 24%에 지나지 않는다.

#### 파괴단면의 구조해석

Table 3. Real Contents of Filled  $\text{CaCO}_3$  (unit : g)

Filled Ratio	Ori. $\text{CaCO}_3$	27:1	9:1	6:1	4:1
10%	10.0	9.6	9.0	8.6	8.0
20%	20.0	19.3	18.0	17.1	16.0
30%	30.0	28.9	27.0	25.7	24.0

Fig. 14와 Fig. 15는 각각 [HDPE- $\text{CaCO}_3$ ]-HDPE와 [LONPLY- $\text{CaCO}_3$ ]-PP의 파괴단면사진인데, 두 시료 모두 캡슐화 조성비가 증감함에 따라 충전재와 모상고분자사이의 틈이 점차 좁아져 4:1의 경우 계면이 밀착되어 있음을 관찰할 수 있다.

#### 결 론

충전되는 무기물입자의 상용성을 향상시키기 위해 유기용매에 의한 상분리법(Coacervation)을 이용하여 캡슐화하였고, 캡슐화 무기물입자를 모상고분자에 충전시켜 캡슐화의 효과를 조사한 결과 무기물입자충전 복합계에서의 강도저하를 최소화함으로써,

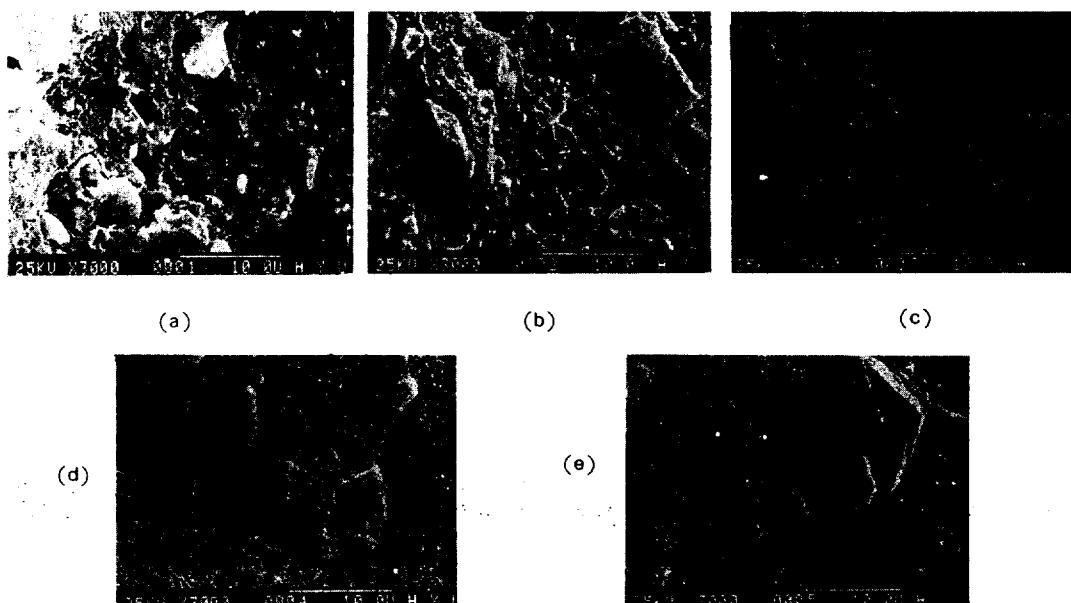


Fig. 14. SEM photographs of fractured surfaces of HDPE filled with microencapsulated  $\text{CaCO}_3$  : (a) Noncapsulated  $\text{CaCO}_3$ , (b)  $\text{CaCO}_3$  : HDPE = 18 : 1, (c)  $\text{CaCO}_3$  : HDPE = 9 : 1, (d)  $\text{CaCO}_3$  : HDPE = 6 : 1, (e)  $\text{CaCO}_3$  : HDPE = 4 : 1.

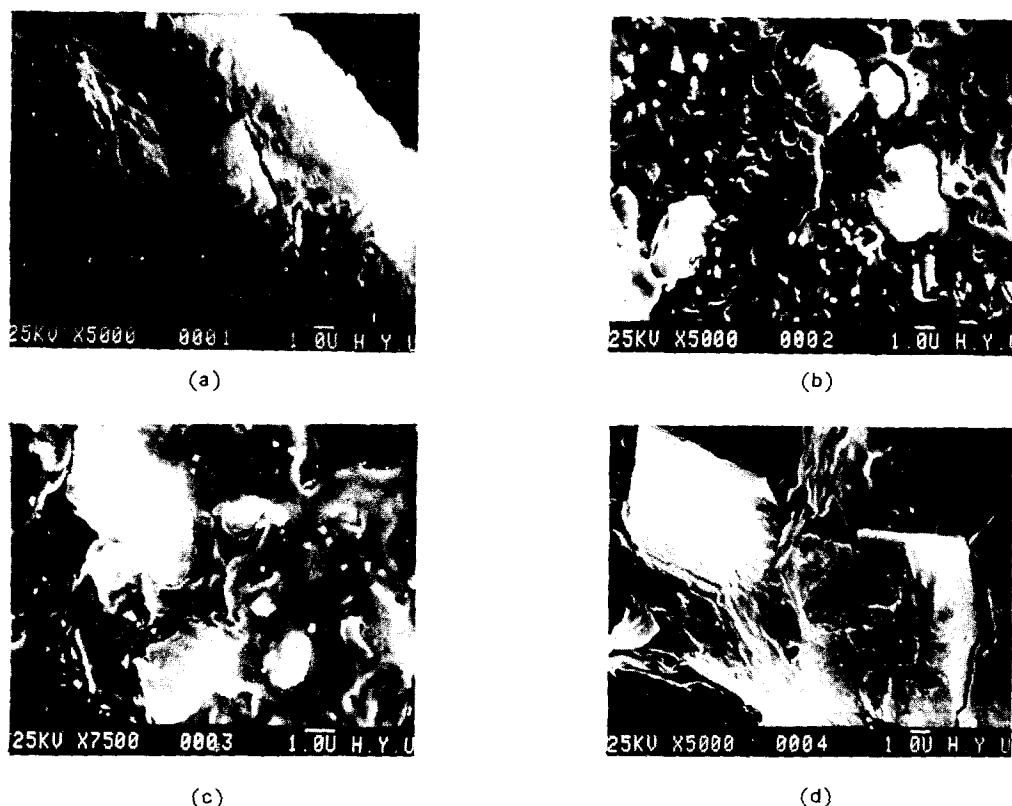


Fig. 15. SEM photographs of fractured surfaces of PP filled with microencapsulated  $\text{CaCO}_3$ : (a) Nonencapsulated  $\text{CaCO}_3$  충전, (b)  $\text{CaCO}_3$  : LONPLY = 27 : 1, (c)  $\text{CaCO}_3$  : LONPLY = 9 : 1, (d)  $\text{CaCO}_3$  : LONPLY = 4 : 1.

무기물입자 충전복합재료의 새로운 가능성을 나타내었다. 본 연구에서는 순수 탄산칼슘을 30% 충전시킨 경우 인장강도가 모상고분자에 80% 정도에 지나지 않고 인장탄성을 또한 10~20% 정도밖에 향상이 안 되지만, 같은 비율의 충전비로 충전되는 캡슐화 조성비가 4:1인 경우 인장강도가 모상고분자에 95% 이상을 나타내며 또한 탄성율의 증가가 60% 이상됨을 보이고 있다. 한편 캡슐화直과를 동역학적 성질의 고찰에서 캡슐화를 통해서 모상고분자와 충전재와의 계면접착력이 향상되고 또한 기계적 손실에너지가 감소하였다.

이러한 계면간의 특성을 X-선 회절실험으로부터 계면의 새로운 구조의 가능성에 기인한다고 생각된다.

감사의 글: 본 연구는 88년도 문교부 신소재 연구 지원(Ministry of Education Research Fund for Advanced Materials)에 의해 이루어졌음으로 감사드립니다.

## 참 고 문 헌

1. S. S. Im et al., *Polymer(Korea)*, **12**, 7, Nov. (1988).
2. Encyclopedia of Polymer Science and Engineering, 2nd Ed., **9**, 724 (1985).
3. B. D. Faris, *J. Appl. Poly. Sci.*, **28**, 3568 (1983).
4. 特公昭 48-7088, 〔菱油化〕