

대나무 섬유(BF) 실란처리가 폴리프로필렌(PP)/에틸렌-옥텐 고무/BF 복합체의 물성에 미치는 영향

이범희 · 김진주 · 정다솔 · 김철우* · 김기성* · 김연철†

공주대학교 고분자공학전공, *서연이화(주)

(2016년 12월 15일 접수, 2017년 2월 6일 수정, 2017년 2월 9일 채택)

Effects of Silane Modification of Bamboo Fiber (BF) on the Physical Properties of PP/Ethylene-Octene Rubber/BF Composites

Beom Hee Lee, Jin Ju Kim, Da Sol Jeong, Cheol Woo Kim*, Ki Sung Kim*, and Youn Cheol Kim†

Major in Polymer Science and Engineering, Kongju National University,
1223-24 Cheonan-daero, Seobuk-gu, Cheonan-si, Chungcheongnam-do 31080, Korea

*Seoyounewha, 712 Seobubook-ro, Shinchang-myun, Asan-si 31534, Korea

(Received December 15, 2016; Revised February 6, 2017; Accepted February 9, 2017)

초록: 폴리프로필렌(polypropylene, PP)/에틸렌-옥텐 고무(EOR)/대나무 섬유(bamboo fiber, BF) 복합체의 물성에 미치는 BF 화학처리의 영향을 고찰하기 위해, BF에 NaOH 수용액 처리와 실란 커플링제를 처리하였다. NaOH 수용액의 농도는 3 wt%로 고정하였고, 실란 커플링제인 triethoxyvinylsilane의 농도는 1-5 wt%로 변화를 주어 화학처리된 BF를 제조하였다. BF 화학처리에 따른 섬유의 화학구조는 FTIR과 EDS를 통해 확인하였으며, 실란처리 시 BF의 열안정성이 증가함을 TGA를 통해 확인하였다. PP/EOR/BF 복합체의 충격특성은 알카리 처리와 실란처리가 동시에 진행된 BF에 대해서 가장 우수한 결과를 나타내었으며, PP/EOR/BF 복합체의 계면접착특성은 인장시험 후 파단면의 SEM 사진과 접촉각을 통해 확인하였다. 복소점도는 동적유변측정기를 이용하여 측정하였다.

Abstract: In order to analyze the effects of chemical treatment of bamboo fiber (BF) on the physical properties of the polypropylene (PP)/ethylene-octene rubber (EOR)/BF composites, BF was treated by NaOH water solution and silane coupling agent. The chemically treated BFs were fabricated at 3 wt% of NaOH concentration and in the range of 1-5 wt% of triethoxyvinylsilane. The chemical structures of the treated BFs were confirmed by FTIR and EDS results. Thermal stability enhancing of the silane treated BF was confirmed by TGA thermograms. PP/EOR/BF composites had the best impact property when BF was treated with both alkali and silane. The interface adhesion properties of the PP/EOR/BF composites were checked by SEM images of the fractured surface after the tension test and contact angles. The complex viscosities of the PP/EOR/BF composites were measured by oscillatory rheometer.

Keywords: polypropylene, bamboo fiber, silane modification, interfacial adhesion.

서 론

최근 석유, 석탄과 같은 화석연료의 사용이 증가하고 대량 소비형 사회가 도래하면서 이산화탄소 배출에 의한 지구온난화 문제가 심각해지고 있다. 이에 따라 1997년 교토의정서를 시작으로 2015년 파리 기후협약에 이르기까지 탄소 배출량을 줄이기 위한 규제가 강화되고 있으며, 각 국가별, 각 산업

분야에서 강화된 탄소규제에 따라 탄소 배출량을 줄이기 위한 기술개발이 요구되고 있다. 자동차 산업분야에서도 강화된 탄소규제와 연비규제에 따라 2025년까지 현재보다 평균 연비를 50% 이상 개선해야 하는 상황에서 자동차의 경량화와 재활용 소재 개발에 대한 요구가 커지고 있다. 합성수지 중에서 비중이 낮은 폴리프로필렌(polypropylene, PP)은 경량화를 위해 자동차 내장재용 소재로 많이 사용되고 있다. PP는 우수한 내화학성, 치수안정성, 가공성, 재활용성을 가진다. 그러나 분자간 상호작용을 할 수 있는 관능기가 없고, 긴 지방족의 매우 간단한 화학구조로 인해 기계적 물성을 높이는 데 제한적이다. 따라서 자동차 내장재용 소재가 요구하는 물

†To whom correspondence should be addressed.

E-mail: younkim@kongju.ac.kr

©2017 The Polymer Society of Korea. All rights reserved.

성을 맞추기 위해 유리섬유, 탄소섬유와 같은 보강제가 필요하다. 하지만, 이들 섬유들은 석유 화학을 근간으로 하기 때문에 총 탄소관리 측면에서 문제가 된다. 때문에 천연섬유로 대체하려는 연구가 유럽과 같은 선진 자동차 회사를 중심으로 많이 진행되고 있다.^{1,5}

천연섬유(natural fiber, NF)의 종류로는 대나무, 케냐프, 황마, 왕겨, 아마, 대마, 파인애플 등 다양한 섬유가 적용되고 있으며, 천연섬유를 보강제로 사용할 때 낮은 밀도, 높은 비강도, 탄성률, 낮은 마모성, 낮은 가격 등의 장점이 있다. 특히 대나무섬유(bamboo fiber, BF)는 아시아 전 지역에서 대량으로 생산되고 있으며, 다른 목재섬유에 비해 성장속도가 6-8개월로 매우 짧아 자원이 풍부한 장점이 있다. 또한 대나무 섬유는 다른 천연 섬유에 비해 낮은 밀도와 높은 탄성률을 가지며, 성장 방향성이 있고, 넓은 라멜라 층과 좁은 라멜라 층이 교대로 나타나는 구조적 특징으로 인해 기계적 물성이 우수하다.^{6,8}

PP/NF 복합체의 기계적 물성은 PP와 NF 사이의 상용성(계면 접착특성)에 큰 영향을 받는다. NF는 셀룰로오스, 리그닌, 헤미-셀룰로오스, 펙틴 그리고 왁스 등으로 구성되어 있으며, 셀룰로오스와 헤미-셀룰로오스의 수산기(-OH)에 의해 친수성을 나타내는 반면 PP는 소수성을 나타낸다. 이로 인해 PP와 NF의 상용성이 좋지 않아 물성의 감소를 가져오게 된다.^{9,11} 최근 자동차 산업분야에서는 자동차의 경량화와 총 탄소관리 측면을 고려하여 PP/NF 복합체 제조 시, NF를 10 wt% 이상의 고함량으로 적용하려는 연구가 부품업체를 중심으로 진행되고 있으며 NF의 함량이 증가할수록 PP와 NF의 상용성이 더욱 중요시되고 있다. PP와 NF의 상용성 증대를 위해 커플링제(coupling agent, CA)인 말레인산 무수물(maleic anhydride, MAH)이 그래프트된 폴리프로필렌(PP-g-MAH)의 적용,¹²⁻¹⁵ 실란, 티타산염, 지르콘산염, 트리알진 등과 같은 CA를 통한 섬유 표면개질 연구가 진행되어 왔다.¹⁶⁻¹⁸ 뿐만 아니라 알카리 처리와 같은 섬유 표면의 화학적 처리를 하는 연구가 진행되어 왔다.¹⁹⁻²² Méndez과¹⁵ Kellersztein 등은²² PP-g-MAH의 적용과 더불어 NaOH 수용액을 통한 알카리 처리가 리그닌과 헤미-셀룰로오스 제거를 가져와 소수성 증가, 복합체 제조 시 발생하는 휘발성 기체의 감소, 보이드 감소 그리고 냄새 감소의 효과를 통한 물성이 증가하는 결과를 보여주었다. 그러나 PP-g-MAH 적용에 한계가 있었으며, Oh 등에²³ 의해 NF의 알카리 처리 시 NaOH 수용액의 농도가 높으면 섬유 표면에 Na가 남아 물성저하를 가져옴을 확인하였고 알카리 처리의 한계를 보여주었다. MAH 계열의 상용화제를 이용한 PP/EOR/BF 복합체의 기존 연구결과에 따르면 도어 트림과 같은 대형 사출물의 적용을 위해서는 굴곡탄성률, 충격특성의 기계적 물성에 있어 추가적인 개선이 요구되었다.^{24,25} 이를 위해 극성이 다른 PP와 BF 사이의 계면접착 특성과 이에 따른 물성에 대한 체계적인 연구가 필요하다. 따라서 본 연

구에서는 PP/EOR/BF 복합체에서 PP와 BF 사이의 계면 접착특성 향상을 위한 기존 MAH 계열의 상용화제 적용한계를 극복하기 위해 실란계열의 커플링제를 이용하여 BF를 처리하였고, 이때 알카리 처리를 동시에 수행하여 화학처리한 BF의 특성을 고찰하였다. 또한 이축압출기를 이용하여 화학처리한 BF와 PP 복합체를 제조하였고, 물성을 분석하여 상관관계를 규명하고자 하였다.

실 험

재료 및 복합체 제조. 폴리프로필렌은 고유동성인 대한유화공업(주)의 CB5290(melt index(MI)=100 g/10 min)과 충격특성이 우수한 SK종합화학의 BX3800(MI=30 g/10 min)을 50/50 비율로 혼합 사용하였다.²⁵ BF는 (주)한양소재에서 200 μm 길이를 제공받아 사용하였으며, 화학처리에는 삼산화붕소 산화나트륨(NaOH), 시그마 알드리치의 triethoxyvinylsilane (TEVS), 에탄올 그리고 탈 이온수가 이용되었다. EOR(ethyleneoctene rubber)은 다우케미컬의 Engage8401(MI=30 g/10 min)을 사용하였고, MAH 계열의 상용화제는 롯데화학의 CM1120H(PP-g-MAH)와 롯데화학에서 개발 중인 EOR-g-MAH를 제공받아 사용하였다. PP/EOR/BF 복합체 제조 시 재료는 80 °C에서 24시간 동안 진공오븐을 통해 건조하여 사용하였으며, 이축압출기(바우테크, BA-11, L/D=36)를 이용하여 제조하였다. 가공 온도는 210/210/210/210/205/200 °C로 설정하였으며, 스크류(co-rotating) 회전속도는 100 rpm으로 고정하였다. 재료의 배합비는 PP 70 wt%, BF 10 wt%, EOR 20 wt%로 하였고, 상용화제 함량은 PP/EOR/BF 기준으로 PP-g-MAH 2.5 phr (parts per hundred resins), EOR-g-MAH 2.5 phr로 고정하였다. 시료명은 PP/Na(a)Si(b)BF로 명명하였고, 여기서 a는 NaOH 수용액 농도로, 처리하지 않은 경우 0 처리한 경우를 3으로 표시하였다. 또한 b는 TEVS 에탄올화 수용액 농도를 나타낸다.

BF의 알카리 및 실란처리. BF의 알카리 처리는 3 wt% 25 °C NaOH 수용액에서 1시간 동안 교반하여 처리하였으며, NaOH 수용액과 BF의 비율은 12:1(무게비)로 하였고, 처리된 BF는 증류수로 세척 후 80 °C 진공오븐에서 24시간 동안 건

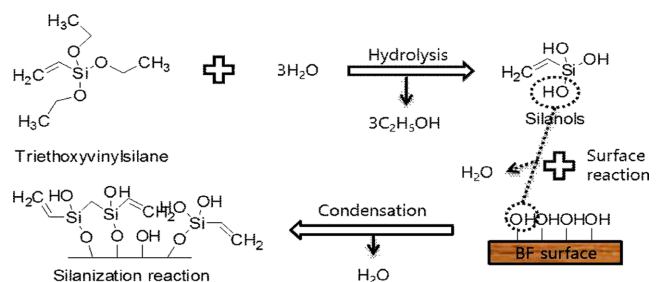


Figure 1. Schematic of surface treatment of the BF with TEVS.

조하였다. 또한 BF의 실란처리는 TEVS 1, 2, 3, 4, 5 wt%(대나무섬유 기준 무게비)를 에탄올:탈 이온수(9:1)수용액에서 1시간 동안 교반하고 상온에서 2시간 동안 침전처리한 후 처리한 BF는 80 °C 진공오븐에서 24시간 동안 건조하였다. Figure 1은 실란처리에 따른 BF의 표면개질을 도식화하여 나타내었다.

측정. 화학처리된 BF의 화학구조 확인을 위해 적외선분광기(FTIR, Perkin Elmer, Spectrum 1000)를 사용하였고, 열적 특성 분석에는 시차주사열용량분석기(DSC, TA instrument, DSC Q20)와 열중량분석기(TGA, TA instrument, TGA Q50)를 이용하였다. DSC는 10-250 °C 범위에서 승온/냉각/승온 모드(mode)를 사용하였으며, 승온 및 냉각 속도는 10 °C/min으로 설정하여 질소분위기 하에서 측정하였다. TGA는 상온에서 800 °C까지 승온속도 10 °C/min로 설정하여 질소분위기 하에서 측정하였다. 인장강도와 굴곡강도 측정에는 만능시험기(Qmesys, QM100T, 한국)가 이용되었으며, 인장시험의 경우 1 mm 두께의 시편을 속도 5 mm/min로, 굴곡시험은 2 mm 두께의 시편을 속도 1 mm/min으로 설정하여 측정하였다. 인장시험 후 파단면의 형상을 알아보기 위하여 주사전자현미경(SEM, Tescan Mira3)을 이용하였으며, 시료의 절단면을 금박하여(gold sputter coating) 15 kV의 가속전압에서 관찰하였다. 충격강도는 아이조드 충격시험기(대영, C&T, 한국)를 이용하여 2 mm 두께의 시편에 노치를 준 다음 측정하였다. 기계적 물성 측정을 위한 시편은 180 °C 가열 프레스(hot press)를 이용하여 제조하였으며, 기계적 물성은 각 시료당 5회 실시하여 평균한 값을 사용하였다. 복소점도(complex viscosity) 측정에는 동적유변측정기(Anton Paar, MCR 301)가 사용되었으며, strain은 선형점탄성이 유지되는 20%, 주파수는 0.01-100 Hz의 조건으로 직경 25 mm의 parallel plate를 사용하여 190 °C에서 측정하였다. 시편은 180 °C 가열 프레스를 이용하여 제작되었으며, 각 시료당 3회 측정하여 평균한 값을 사용하였다. PP/EOR/BF의 계면 특성을 알아보기 위하여 접촉각 측정기(SEO, Phoenix)를 이용하였으며, 가열 프레스를 이용하여 제작한 시편에 물을 떨어뜨린 뒤 3초 후의 각을 측정하여 표시하였다. 접촉각 측정(sessile drop method)을 위한 시편은 25×25×1 mm로 가열 프레스를 이용하여 제작하였다.

결과 및 토론

화학처리에 따른 BF의 기초물성 분석. BF 화학처리에 따른 BF 화학구조 변화 확인을 위해 FTIR을 측정하여 Figure 2에 나타내었다. FTIR 측정 결과, 실란 농도에 따른 FTIR 스펙트럼이 유사하여 실란 농도 3 wt% 시료에 대해서만 나타내었다. 화학처리 전 섬유인 Na0Si10BF의 경우, 1511 cm⁻¹에서 리그닌의 aromatic skeletal vibration(C=C) 피크를 보여주고 있고, 1248 cm⁻¹에서 리그닌의 phenol-ether bonds에서의

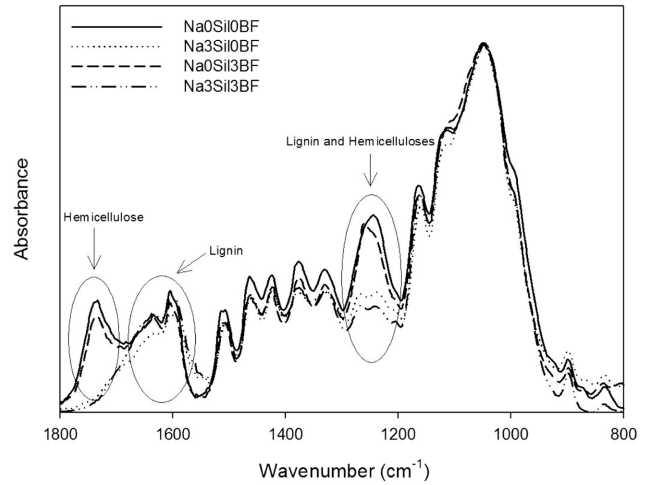


Figure 2. FTIR spectra of Na(a)Si(b)BF.

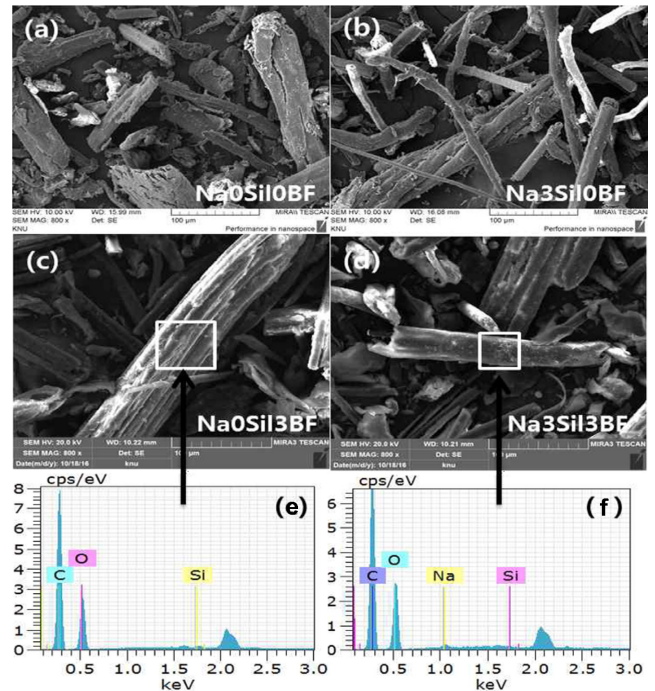


Figure 3. SEM images of Na0Si10BF (a); Na3Si10BF (b); Na0Si13BF (c); Na3Si13BF (d). EDS data of Na0Si13BF (e); Na3Si13BF (f).

CO 신축진동 피크를 확인할 수 있다. 또한 1737, 1601, 1460, 1425, 1375 그리고 1328 cm⁻¹ 피크에서 리그닌, 헤미-셀룰로오스, 셀룰로오스의 특성 피크를 확인할 수 있었다. 그러나 알카리 처리한 Na3Si10BF와 Na3Si13BF의 경우, 1737 cm⁻¹와 1248 cm⁻¹ 피크가 크게 감소하는 것을 확인하였고, 그 밖의 리그닌, 헤미-셀룰로오스 특성피크인 1511, 1601, 그리고 1460 cm⁻¹에서도 피크 감소가 일어남을 확인하였으며, 이는 리그닌과 헤미-셀룰로오스의 제거에 의한 것으로 유추된다.

그러나 실란처리에 따른 BF의 화학구조 변화는 FTIR을 통하여 확인할 수 없었는데, 이는 화학처리 시 사용한 실란의 농도가 적었기 때문으로 간주되며 실란처리에 따른 화학 구조의 변화는 EDS의 Si 성분을 통해 확인하였다.

BF의 화학처리에 따른 형태학적 변화와 Si 포함여부 확인을 위해 SEM-EDS를 측정하여 Figure 3에 나타내었다. 먼저, 알카리 처리에 따른 형태학적 변화로 알카리 처리 전 섬유 (a), (c)에 비해 처리 후 섬유 (b), (d)의 두께가 감소하는 것을 확인할 수 있다. 다음으로 실란처리에 따른 형태학적 변화로 실란처리한 (c), (d)가 실란처리 전 섬유 (a), (b)에 비해 BF 표면이 매끄러워짐을 확인할 수 있고, EDS 실험결과 실란처리 시료에서 미량의 Si가 검출되어 실란계 상용화제가 처리되었음을 확인하였다.

Figure 4는 화학처리 전후의 BF에 대한 열안정성을 고찰하기 위해 측정한 TGA 곡선이다. 실란 커플링제 농도에 따른 TGA 변화는 미미하여 농도 3 wt%에서의 TGA 결과만 나타내었다. 알카리 처리에 따른 BF의 열안정성이 300 °C 부근에서 미처리한 BF 대비 약간의 감소를 확인할 수 있다. Ndazi 등에²⁶ 의하면 셀룰로오스의 분해는 220 °C부터 일어나며, 290 °C 부근에서 헤미-셀룰로오스의 분해가 일어나는데, 이러한 헤미-셀룰로오스의 존재로 셀룰로오스의 분해거동이 지연된다고 설명한다. 따라서 알카리 처리 시 헤미-셀룰로오스의 제거로 셀룰로오스의 분해가 빨리 일어나게 되어 열안정성이 감소된 것으로 생각할 수 있다. 알카리 처리에 따른 잔여물의 증가는 BF 표면에 남은 Na⁺에 의한 것으로 간주된다. 실란처리만 진행한 Na0Si13BF의 열안정성이 미처리한 시료와 실란과 알카리를 동시에 처리한 시료보다 개선됨을 확인할 수 있었다. 이는 일부 OH기 등이 실란 화합물로 처리되어 열안정성이 증가하는 것으로 유추할 수 있다.

BF 화학처리에 따른 PP/EOR/BF 복합체의 물성. BF 화학처리가 PP/EOR/BF 복합체의 기계적 물성에 미치는 영향

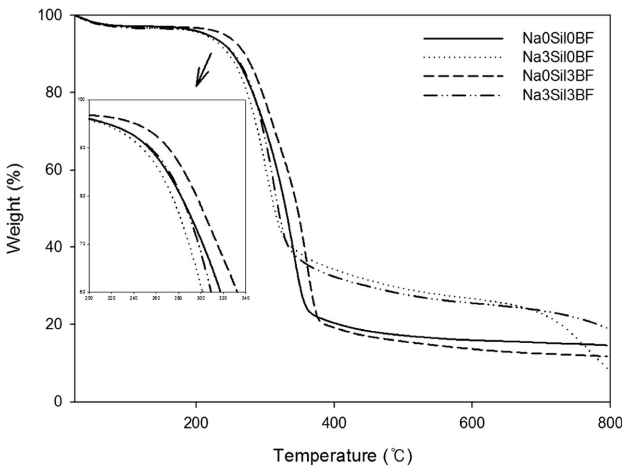


Figure 4. TGA curves of Na(a)Si(b)BF.

을 고찰하기 위해 복합체의 굴곡특성, 인장특성 및 충격특성을 평가하였다. Figure 5는 PP/EOR/BF 복합체의 굴곡강도 및 굴곡탄성률을 나타낸 것으로, 미처리 BF 대비 실란처리 시료의 물성이 크게 개선됨을 확인하였고, 실란 커플링제 농도에 따라 다소 증가하다가 5 wt% 농도에서는 감소하는 경향을 나타내었다. 그러나 실란처리 전 알카리의 처리 여부는 굴곡특성에 큰 영향을 주지 않는 결과를 나타내었다.

Figure 6은 PP/EOR/BF 복합체의 인장강도 및 인장탄성률을 나타낸 것이다. 실란 커플링제 농도가 3 wt%까지는 인장강도와 인장탄성률이 크게 증가하는 반면, 4 wt% 이상에서는 인장특성이 감소하는 경향을 나타내었다. 실란 커플링제 함량에 따른 인장 특성이 굴곡강도와 충격강도와 다른 경향을 보이는 이유는 측정 방식 메커니즘 차이에 기인하는 것으로 유추되며, 보다 면밀한 원인 규명을 위해 현재 추가적인 연구를 진행중에 있다.

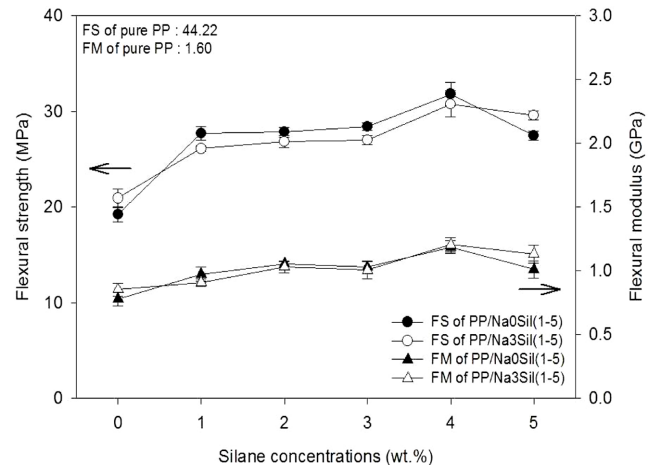


Figure 5. Flexural strength (FS) and flexural moduli (FM) of PP/Na(a)Si(b) composites.

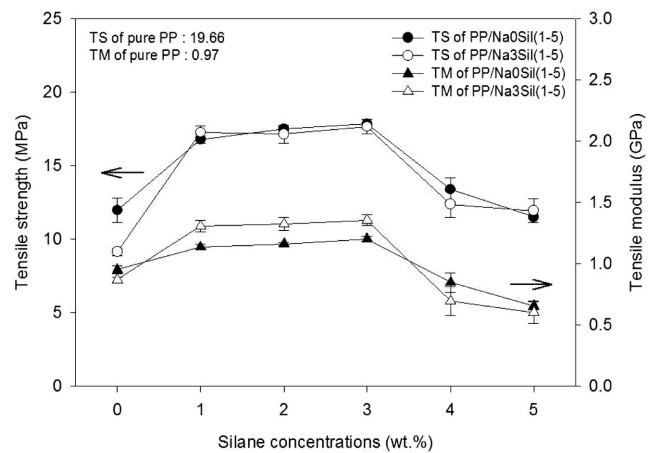


Figure 6. Tensile strength (TS) and tensile moduli (TM) of PP/Na(a)Si(b) composites.

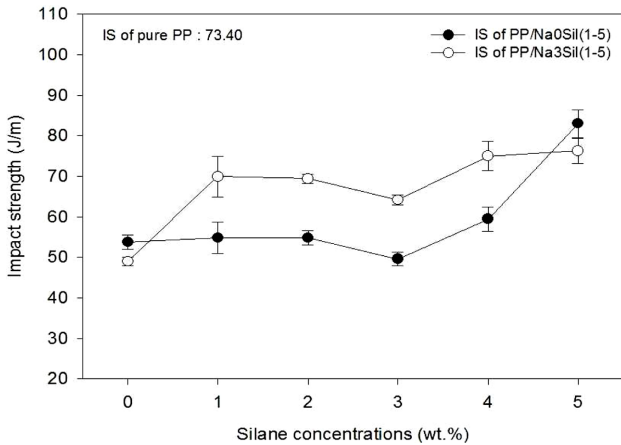


Figure 7. Impact strength (IS) of PP/EOR/BF composites.

Figure 7은 PP/EOR/BF 복합체의 충격특성을 나타낸 것이다. 충격특성의 경우 실란 커플링제 농도가 증가함에 따라 유지되거나 소폭 감소하는 경향을 보이다가 3 wt%를 기점으로 증가하는 경향을 나타내고 있다. 다음으로 실란처리 전 알카리 처리 여부에 따른 PP/EOR/BF 복합체의 충격특성에 있어서는 5 wt%를 제외하고 큰 차이를 보이고 있는데, 5 wt%의 경우 상대적으로 고농도 처리에 의한 추가적인 화학반응 등이 발생할 수 있어 나타나는 현상으로 유추되며 향후 이에 대한 면밀한 관찰을 위해 추가 연구를 계획하고 있다. 또한 굴곡 및 인장 특성과는 달리 알카리와 실란처리를 동시에 진행한 BF를 이용하여 제조한 PP/EOR/BF 복합체의 충격특성이 실란처리만 진행한 PP/EOR/BF 복합체의 경우보다 크게 증가하는 것을 알 수 있다. 이는 실란처리는 계면접착특성을 향상시켜 물성을 향상시키는 역할을 하며, 알카리 처리의 경우 리그닌과 헤미-셀룰로오스가 제거되어 복합체 제조 과정에서 휘발성 기체 발생의 감소로 인해 보이드가 줄어들어 나타나는 것으로 예측되며, 기존의 알카리 연구에서 유사한 결과를 발표하였다.¹¹ 화학처리한 BF 섬유의 특징 및 기계적 물성 등을 고려할 때, 리그닌 제거에 의한 냄새 제거와 충격특성 향상 측면에서 알카리 단독처리보다는 알카리와 실란을 동시에 처리한 경우가 복합소재로 적용 시 유리할 것으로 판단된다.

BF의 화학처리가 PP/EOR/BF 복합체의 열적 특성에 미치는 영향을 고찰하기 위해 TGA와 DSC를 측정하였다. Figure 8은 PP/EOR/BF 복합체의 TGA 결과를 나타낸 것으로 BF 첨가 시 pure PP에 비해 BF의 OH기 등에 의해 열분해 온도가 감소함이 확인 되었으며, BF의 화학처리가 PP/EOR/BF 복합체의 열안정성에 미치는 영향은 미미함을 알 수 있었다. Figure 9는 PP/EOR/BF 복합체의 DSC 곡선을 나타낸 것으로 화학처리가 복합체의 용융온도, 결정화온도 등에 미치는 영향은 미미하였다. Table 1에 PP/EOR/BF 복합체의 열적특성을 정리하였다.

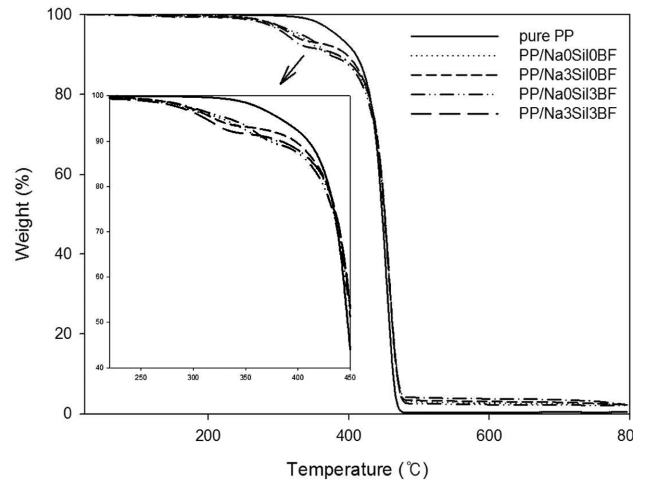


Figure 8. TGA curves of PP/EOR/BF composites.

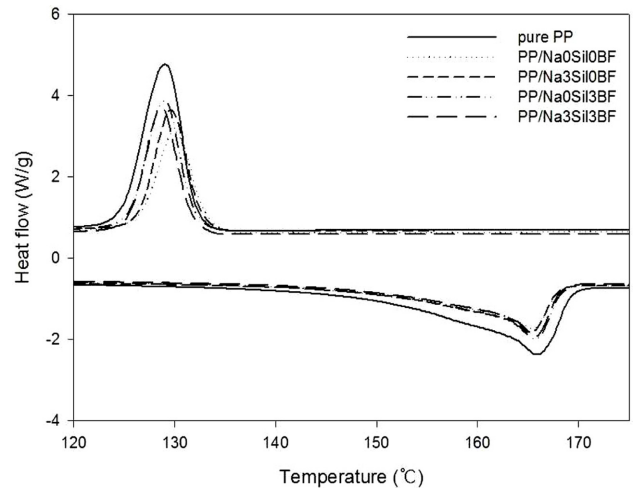


Figure 9. DSC thermograms of PP/EOR/Na(a)Si(b) composites.

Table 1. Thermal Properties and Contact Angles of PP/EOR/BF Composites

Sample	T_m (°C)	T_c (°C)	Contact angle (°)
PP	165.9	129.0	90.1 (±2.9)
PP/Na0Si0BF	165.4	129.9	67.5 (±1.4)
PP/Na3Si0BF	165.3	129.6	69.8 (±2.8)
PP/Na0Si3BF	165.6	129.0	80.7 (±1.1)
PP/Na3Si3BF	165.7	128.7	80.9 (±2.5)

알카리 처리와 실란처리에 따른 용융점도의 변화 즉, PP/EOR/BF 복합체의 가공성에 미치는 영향을 살펴보기 위해 복소점도를 측정하여 Figure 10에 나타내었다. 알카리 처리와 실란처리에 따른 용융점도의 변화 즉, PP/EOR/BF 복합체의 가공성에 미치는 영향을 살펴 BF 복합체의 복소점도와 비교

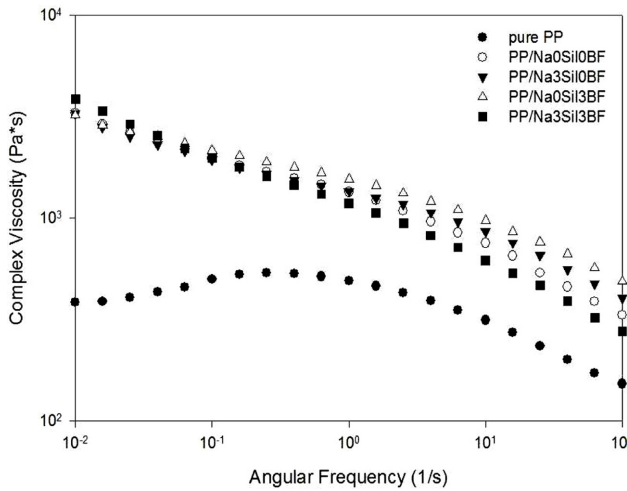


Figure 10. Complex viscosities of PP/Na(a)Si(b)BF composites.

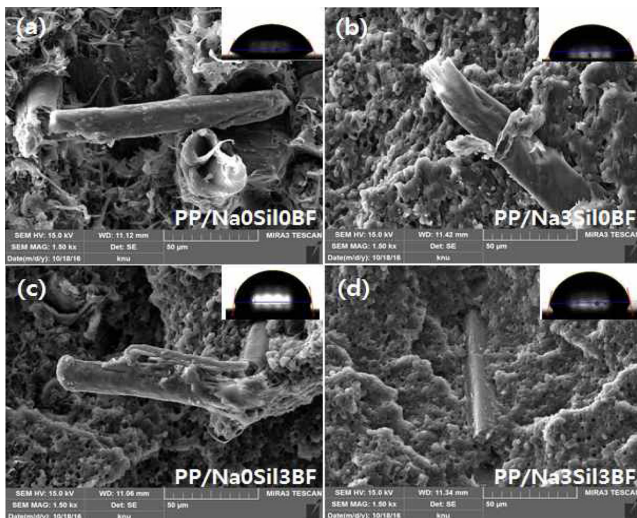


Figure 11. SEM images (main) and contact angle images (inserted) of PP/Na0Si10BF (a); PP/Na3Si10BF (b); PP/Na0Si13BF (c); PP/Na3Si13BF (d) composites.

할 때, 알칼리와 3 wt% 실란처리가 동시에 진행된 시료의 낮은 주파수 영역에서의 복소점도가 높지만 전단박화(shear thinning) 현상이 가장 커 실제 가공영역인 높은 주파수 영역에서는 유사한 값을 보이고 있다. 이는 PP/EOR/Na3Si13BF 복합체의 경우 계면접착특성이 양호하여 PP에 BF의 고체상 특성이 반영되어 주로 고체상 특성이 반영되는 낮은 전단속도 영역에서 복소점도가 증가하는 것으로 해석할 수 있다.

Figure 11은 PP/EOR/BF 복합체의 인장실험 후 파단면에 대한 SEM 사진을 나타낸 것이다. 화학처리 전 시료인 (a)의 경우 PP와 BF 사이에 보이드가 관찰되며 계면 접착이 열세한 반면, 알칼리와 실란이 동시에 처리된 (d)의 SEM 사진을 통해 BF가 PP에 잘 접착되어 있음을 확인할 수 있고, 이는

앞부분의 기계적 물성 개선에 대한 증거로 고려될 수 있다.

계면접착특성에 대한 추가적인 확인을 위해 접촉각 측정을 실시하여 Figure 11과 Table 1에 정리하였다. 비극성 고분자인 PP의 경우 접촉각이 90°에 가까운 값을 나타내는 반면, PP/EOR/BF 복합체의 경우는 BF의 수산기(-OH)와 일부 형성된 보이드 등으로 인해 접촉각이 감소하는 것을 확인할 수 있었다. 실란처리된 BF를 이용한 PP/EOR/BF 복합체의 경우에는 미처리 복합체 대비 높은 접촉각을 나타내고 있는데, 이는 실란처리한 경우 BF의 전체적인 재질 극성이 친수성에서 소수성으로 변하여 접촉각이 증가한 것으로 간주되며, 또한 PP와 실란처리된 BF 사이의 화학반응에 의해 계면접착특성 개선에 영향을 미친 것으로 해석할 수 있다.

결론

본 연구에서는 알칼리 및 실란 커플링제 처리가 PP/EOR/BF 복합체의 물성 및 계면접착특성에 미치는 영향을 고찰하였다. 알칼리 처리 시 리그닌과 헤미-셀룰로오스 등이 감소됨을 FTIR 결과로 확인하였고, 실란처리 여부는 EDS에 의한 Si 존재로 확인하였다. 인장 및 굴곡특성의 경우 실란처리 BF를 이용한 PP/EOR/BF 복합체의 기계적 물성은 미처리 BF 복합체 대비 증가하였고 실란 커플링제의 농도가 3 wt%일 때 최적의 물성을 나타내었다. 실란처리 전 알칼리 처리의 영향은 인장 및 굴곡 특성의 경우 미미하였으나, 충격강도에 있어서는 알칼리 처리와 실란처리가 동시에 진행된 BF의 PP/EOR/BF 복합체에서 가장 우수한 결과를 나타내었다. 실란처리가 BF 자체의 열안정성에는 일부 영향을 주는 것으로 확인되었으나, PP/EOR/BF 복합체의 열안정성에는 영향을 주지 않았다. 복소점도를 통해 확인한 가공성의 경우 화학처리 전후의 PP/EOR/BF 복합체가 유사할 것으로 예상되며, SEM 사진, 접촉각 및 위상차 분석 등을 통해 BF의 실란처리가 PP와 BF의 접착특성을 향상시키는 것을 확인하였다.

감사의 글: 본 연구는 산업통상자원부 지정 공주대학교 자동차의장 및 편의부품 지역혁신센터의 지원과 2016년도 산업통상자원부의 재원으로 한국에너지기술평가원(KETEP)의 지원을 받아 수행한 연구 과제(No. G02B001079008)에 의한 것입니다.

참고 문헌

1. K. H. Kim, *Trends Met. Mater. Eng.*, **27**, 4 (2014).
2. S. S. Ka, K. H. Moon, and C. J. Jang, *Annual Conference of KSAE*, April, 1349 (2009).
3. S. B. Kwak, S. L. Lee, H. Y. Lee, S. H. Yun, S. H. Kim, and J. Y. Lee, *Annual Conference of KSAE*, November, 2491 (2011).
4. P. Zakikhani, R. Zahari, M. T. H. Sultan, and D. L. Majid, *Mater.*

- Design*, **63**, 820 (2014).
5. H. P. S. Abdul Khaili, I. U. H. Bhat, M. Jawaid, A. Zaidon, D. Hermawan, and Y. S. Hadi, *Mater. Design*, **42**, 353 (2012).
 6. D. Liu, J. Song, D. P. Anderson, P. R. Chang, and Y. Hua, *Cellulose*, **19**, 1449 (2012).
 7. X. Chen, Q. Guo, and Y. Mi, *J. Appl. Polym. Sci.*, **69**, 1891 (1998).
 8. F. Chang, J. Kwon, N. Kim, T. Endo, and S. Lee, *Bioresources*, **10**, 1366 (2015).
 9. H. Demir, U. Atiker, D. Balköse, and F. Tihminlioğlu, *Compos. Part A*, **37**, 447 (2006).
 10. Y. Xie, C. A. S. Hill, Z. Xiao, H. Militz, and C. Mai, *Compos. Part A*, **41**, 806 (2010).
 11. J. G. Gwon, S. Y. Lee, S. J. Chun, G. H. Doh, and J. H. Kim, *Compos. Part A*, **41**, 1491 (2010).
 12. A. El-Sabbagh, *Compos. Part B*, **57**, 126 (2014).
 13. S. Yeh, C. Hsieh, H. Chang, C. C. Yen, and Y. Chang, *Compos. Part A*, **68**, 313 (2015).
 14. H. S. Kim, B. H. Lee, S. W. Choi, S. Kim, and H. J. Kim, *Compos. Part A*, **38**, 1473 (2007).
 15. J. A. Méndez, F. Vilaseca, M. A. Pèlach, J. P. López, L. Barberà, X. Turon, J. Gironès, and P. Mutjé, *J. Appl. Polym. Sci.*, **105**, 3588 (2007).
 16. P. J. Herrera-Franco and A. Valadez-González, *Compos. Part B*, **36**, 597 (2005).
 17. L. Conzatti, F. Giunco, P. Stagnaro, A. Patrucco, C. Tonin, C. Marano, M. Rink, and E. Marsano, *Compos. Part A*, **61**, 51 (2014).
 18. D. García, A. Carbonell, M. D. Samper, D. García-Sanoguera, and R. Balart, *Compos. Part B*, **78**, 256 (2015).
 19. B. Xiao, X. F. Sun, and R. C. Sun, *Polym. Degrad. Stabil.*, **74**, 307 (2001).
 20. L. Y. Mwaikambo and M. P. Ansell, *J. Appl. Polym. Sci.*, **84**, 2222 (2002).
 21. G. Xu, L. Wang, J. Liu, and J. Wu, *Appl. Surf. Sci.*, **280**, 799 (2013).
 22. I. Kellersztein and A. Dotan, *Polym. Compos.*, **37**, 2133 (2016).
 23. J. S. Oh, S. Lee, and K. Kim, *Polym. Korea*, **39**, 99 (2014).
 24. J. W. Lee, S. G. Ku, B. H. Lee, K. Lee, C. W. Kim, K. S. Kim, and Y. C. Kim, *Appl. Chem. Eng.*, **26**, 615 (2015).
 25. B. H. Lee, J. W. Lee, K. W. Lee, C. W. Kim, K. S. Kim, and Y. C. Kim, *Polym. Korea*, **40**, 1 (2016).
 26. B. S. Ndazi, S. Karlsson, J. V. Tesha, and C. W. Nyahumwa, *Compos. Part A*, **38**, 925 (2007).