



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2013년08월22일
(11) 등록번호 10-1298570
(24) 등록일자 2013년08월14일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C08J 3/22 (2006.01) B82B 3/00 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2006-0137772
(22) 출원일자 2006년12월29일
심사청구일자 2011년12월08일
(65) 공개번호 10-2008-0062237
(43) 공개일자 2008년07월03일
(56) 선행기술조사문헌
KR1020040060915 A*
KR1020050088023 A*
*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
주식회사 피앤아이
경기도 하남시 하남대로 630 (천현동)
에스케이케미칼주식회사
경기도 성남시 분당구 판교로 310 (삼평동)
(72) 발명자
김태영
경기도 수원시 팔달구 수성로101번길 20, 꽃피양
지마을 대우아파트 123동 1005호 (화서동)
황정준
경기 안양시 동안구 갈산동 샘마을대우아파트
101-501호
고석근
서울특별시 강남구 도곡로7길 22, 101동 1302호
(역삼동, 금호어울림아파트)
(74) 대리인
이상현, 특허법인 신우

전체 청구항 수 : 총 4 항

심사관 : 손연미

(54) 발명의 명칭 **철 나노입자를 함유하는 플라스틱 마스터배치 및 이를포함하는 용기**

(57) 요약

산소투과도가 낮아 식품의 보존기간을 연장시킬 수 있는, 철(Fe) 나노입자를 함유하는 플라스틱 마스터배치(master batch) 및 이를 포함하는 용기가 개시된다. 상기 철 나노입자를 함유하는 플라스틱 마스터배치는 플라스틱 펠렛 표면에 철 입자가 진공 증착되어 이루어진다.

특허청구의 범위

청구항 1

평균직경이 1 내지 5 mm인 플라스틱 펠렛 표면에 평균직경이 10 내지 1000 nm인 철(Fe) 입자가 진공 증착되어 이루어진, 철 나노입자를 함유하는 플라스틱 마스터배치(master batch).

청구항 2

삭제

청구항 3

제1항에 있어서, 상기 플라스틱은 폴리에틸렌테레프탈레이트(PET), 폴리메틸메타크릴레이트, 폴리카보네이트, 폴리프로필렌, 폴리에틸렌 및 폴리스티렌으로 이루어진 군으로부터 선택되는 것인 플라스틱 마스터배치.

청구항 4

상기 청구항 1의 철 나노입자를 함유하는 플라스틱 마스터배치와, 플라스틱 수지가 블렌드 가공되어 이루어진 용기.

청구항 5

평균직경이 1 내지 5 mm인 플라스틱 펠렛을 교반시키는 동시에, 상기 플라스틱 펠렛 표면에 평균직경이 10 내지 1000 nm인 철 입자를 진공 증착시키는 단계를 포함하는, 철 나노입자를 함유하는 플라스틱 마스터배치의 제조방법.

명세서

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

- [0001] 본 발명은 철 나노입자를 함유하는 플라스틱 마스터배치 및 이를 포함하는 용기에 관한 것으로서, 더욱 상세하게는 산소투과도가 낮아 식품의 보존기간을 연장시킬 수 있는, 철 나노입자를 함유하는 플라스틱 마스터배치 및 이를 포함하는 용기에 관한 것이다.
- [0002] 나노입자는 입자의 크기가 나노미터(보통 100 nm 이하) 단위로 작으므로, 기존의 마이크로미터 단위의 입자와는 다른 새로운 기계적, 화학적, 전기적, 자기적, 광학적 물성 등을 갖는다. 이는 단위부피에 대한 표면적 비율이 극도로 높아짐에 따라 나타나는 현상으로, 이러한 양자크기 효과를 이용하여 기존의 마이크로미터 크기의 입자에서 얻을 수 없는 새로운 응용분야가 꾸준히 개발되고 있으며, 학문적, 기술적 관심이 증대되고 있다.
- [0003] 종래의 나노입자 제조방법으로는 기계적 분쇄법, 액상 침전법, 분무법, 졸-겔법, 전기폭발법 등이 대표적이다. 그러나 기존의 나노입자 제조방법은 여러 단계의 작업공정을 거치거나, 나노입자로 제조할 수 있는 재료가 한정되는 등의 문제점이 있었다. 또한, 나노입자 간의 응집이 쉽게 발생하여 크기가 불균일하게 되고, 이를 방지하기 위하여 계면활성제나 분산제 등의 첨가제를 사용하는 경우, 제조된 나노입자에 다량의 불순물이 존재하게 되어 나노입자의 순도가 떨어지는 등의 문제가 발생되어 왔다.
- [0004] 순도가 높은 나노입자를 제조하기 위한 방법으로는, 진공 중에서 건식 증착법을 이용하여 금속 또는 세라믹을 증기로 만든 후, 차가운 벽에서 응축시켜 이를 회수하는 방법이 대표적이다. 그러나, 이 방법은 나노입자를 대량으로 생산하기에 부적합하며, 나노입자의 크기와 균일성 제어가 매우 어렵다.

[0005] 이와 같은 문제를 해결하기 위한 방법으로서, 진공 증착법을 이용하되, 파우더를 모재로 하여 나노입자를 증착하는 방법이 고안되었다[한국특허공개 제10-2005-0088023호]. 이 방법은 진공 증착법을 이용하여 파우더 표면에 직접 나노입자를 증착시킴으로써, 나노입자들이 서로 응집되는 문제를 해결하고 순도가 매우 높은 나노입자를 얻을 수 있다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

[0006] 따라서 본 발명의 목적은 진공 증착법을 이용하여 모재인 플라스틱 펠렛 표면에 철을 코팅함으로써, 나노크기의 철 입자가 효과적으로 분산된 플라스틱 마스터배치를 제공하는 것이다.

[0007] 본 발명의 또 다른 목적은 상기 철 나노입자를 함유하는 플라스틱 마스터배치를 일반 플라스틱 수지와 블렌드 가공하여, 산소 투과도가 획기적으로 줄어든 용기를 제공하는 것이다.

발명의 구성 및 작용

[0008] 상기 목적을 달성하기 위하여, 본 발명은 플라스틱 펠렛 표면에 철 입자가 진공 증착되어 이루어진, 철 나노입자를 함유하는 플라스틱 마스터배치를 제공한다.

[0009] 본 발명은 또한 상기 철 나노입자를 함유하는 플라스틱 마스터배치와 플라스틱 수지가 블렌드(blend) 가공되어 이루어진 용기를 제공한다.

[0010] 이하, 본 발명을 더욱 상세히 설명하면 다음과 같다.

[0011] 본 발명에 따른 철 나노입자를 함유하는 플라스틱 마스터배치는, 플라스틱 펠렛 표면에 철 입자가 진공 증착되어 이루어진 것으로서, 여기서 철 입자는 플라스틱 펠렛 표면에서 그 입자가 과도하게 성장하지 않고 균일한 나노크기를 가진다. 본 발명에 사용될 수 있는 플라스틱 펠렛의 비한정적인 예로는, 폴리에틸렌테레프탈레이트(PET), 폴리메틸메타크릴레이트(PMMA), 폴리카보네이트, 폴리프로필렌, 폴리에틸렌, 폴리스티렌 등의 펠렛을 예시할 수 있다. 또한, 상기 플라스틱 펠렛의 평균직경은 1 내지 5mm인 것이 바람직하며, 펠렛의 표면에 증착된 철 입자의 평균직경은 10 내지 1000nm, 바람직하게는 10 내지 500nm이다. 상기 철 입자의 크기가 1000nm를 초과하면 최종 제품의 투명도를 훼손하게 되어 바람직하지 못하다. 상기 플라스틱 마스터배치에 대하여 철 입자의 함량은 무게비로 10 내지 10000ppm이며, 철 입자의 함량이 10ppm 미만이면 산소제거 능력이 감소하고, 10000ppm을 초과하면 재료의 유변물성이 달라져 성형공정시 문제를 일으킬 가능성이 있다.

[0012] 본 발명에 따른 플라스틱 마스터배치의 제조는, 플라스틱 펠렛 표면에 철 입자를 진공 증착시킴과 동시에, 철 입자가 증착된 플라스틱 펠렛을 교반시키는 방법을 통하여 이루어진다. 이와 같이 증착공정 중에 교반을 수행하는 것은, 철 입자를 펠렛 전체에 고르게 증착시키기 위함이다. 따라서, 증착공정 후 균일한 나노미터 크기의 철 입자들이 펠렛에 붙어 있게 되며, 결과적으로 이러한 펠렛들로 구성되는 마스터배치는 나노크기의 철 입자들이 고르게 분포하는 형태를 가진다.

[0013] 본 발명에서 사용될 수 있는 증착장치로는 이온빔 스퍼터링(sputtering) 장치, 직류/교류 스퍼터링 장치, DC 마그네트론 스퍼터링 장치 등을 예시할 수 있다. 본 발명에서 진공 증착방법의 바람직한 예로는, 먼저, 플라스틱 펠렛을 진공조에 주입한 후 진공펌프를 이용하여 진공상태를 형성한다. 이때, 진공도의 조절은 작업조건에 따라 저진공 펌프만을 이용하거나 고진공 펌프를 조합하여 수행하며, 초기 진공은 10^{-1} 내지 10^{-6} torr 범위로 유지한다. 스퍼터링 가스로는 아르곤 가스를 이용하고, 아르곤 가스의 주입량은 작업조건에 따라 변화될 수 있으며, 10^{-1} 내지 10^{-4} torr 범위에서 진공을 유지하도록 주입한다. 그런 다음, 배럴 내의 임펠러를 회전시키며 철 타겟의 스퍼터링을 실시하여 플라스틱 마스터배치를 얻는다. 이때 임펠러의 회전속도는 조절이 가능하고, 스퍼

터링 속도는 인가파워에 따라 1 내지 200 W/cm²의 범위에서 조절할 수 있다. 플라스틱 마스터배치에 대한 철의 함량은 스퍼터링 파워, 스퍼터링 시간, 진공도 등의 작업조건을 조절하여 변화시킬 수 있다.

[0014] 본 발명에 따른 철 나노입자를 함유하는 플라스틱 마스터배치는 일반적인 플라스틱 수지와 함께 블렌드 가공하여 다양한 형태의 용기로 성형될 수 있다. 이때, 마스터배치와 혼합 사용되는 플라스틱 수지로는, 사용되는 마스터배치와 동종의 플라스틱 수지를 사용하는 것이 바람직하다. 예를 들어, PET 펠렛으로 구성된 마스터배치를 사용하여 용기를 성형하는 경우, 일반 PET 수지를 적절한 비율로 혼합하여 사용한다. 상기 플라스틱 수지의 사용량은, 사용되는 PET 마스터배치의 철 함유량 및 용도에 따라 다양하며, 바람직하게는 PET 마스터배치와 플라스틱 수지의 혼합비는 1:1 내지 1:20 이다. 상기 PET 마스터배치의 사용량이 너무 적으면 산소제거 능력이 미미할 우려가 있고, 사용량이 너무 많으면 전체 재료비가 상승하게 되어 바람직하지 못하다.

[0015] 이하, 실시예와 비교예를 통하여 본 발명을 더욱 상세히 설명한다. 하기 실시예는 본 발명을 보다 구체적으로 설명하기 위한 것으로서, 본 발명의 범위가 이들 실시예에 의해 한정되는 것은 아니다.

[0016] [실시예 1] 철 나노입자를 함유하는 PET 마스터배치의 제조

[0017] 진공 이온빔 스퍼터링 장치에 철 타겟을 장착하고, PET 펠렛(SK케미칼, SKYPET BR, 펠렛 직경: 2mm) 15Kg을 진공조에 로딩한 후 진공펌프를 이용하여 약 0.001 torr의 진공이 유지되도록 하였다. 스퍼터링 가스로 아르곤 가스를 주입하여 약 0.01 torr에서 진공을 유지하도록 하였다. 상기 스퍼터링 가스 주입 후, 배럴 내의 임펠러를 회전시키며 철 타겟의 스퍼터링을 실시하였다. 제조된 PET 마스터배치에서 철 함유량은 무게비로 100 ppm이었고, 철 입자의 평균직경은 100 nm이었다.

[0018] [실시예 2] PET 마스터배치를 이용한 PET 필름의 제조

[0019] 실시예 1에서 제조된 PET 마스터배치 20Kg에 PET 수지(SK케미칼, SKYPET BR) 20Kg를 펠렛 상태에서 교반하고, 이 혼합물을 260℃에서 압출 공정을 이용하여 두께 0.5mm의 PET 필름을 제조하였다. 이렇게 얻어진 철이 함유된 PET 필름에 대하여, 일리노이사의 산소투과도 측정기를 사용하여 산소투과도를 측정한 결과, 0.7 cm³/m² day atm이었다.

[0020] [실시예 3] PET 마스터배치를 이용한 PET 필름의 제조

[0021] 실시예 1에서 제조된 PET 마스터배치 10Kg에 일반 PET 수지 30Kg를 펠렛 상태에서 교반하고, 이 혼합물을 260℃에서 압출 공정을 이용하여 두께 0.5mm의 PET 필름을 제조하였다. 이렇게 얻어진 철이 함유된 PET 필름에 대하여, 일리노이사의 산소투과도 측정기를 사용하여 산소투과도를 측정한 결과, 1.7 cm³/m² day atm이었다.

[0022] [실시예 4] PET 마스터배치를 이용한 PET 필름의 제조

[0023] 실시예 1에서 제조된 PET 마스터배치 5Kg에 일반 PET 수지 35Kg를 펠렛 상태에서 교반하고, 이 혼합물을 260℃에서 압출 공정을 이용하여 두께 0.5mm의 PET 필름을 제조하였다. 이렇게 얻어진 철이 함유된 PET 필름에 대하여, 일리노이사의 산소투과도 측정기를 사용하여 산소투과도를 측정한 결과, 2.7 cm³/m² day atm이었다.

[0024] [비교예 1] PET 수지를 이용한 PET 필름의 제조

[0025] 일반 PET 수지 100g를 260℃에서 압출 공정을 이용하여 두께 0.5mm의 PET 필름을 제조하였다. 이렇게 얻어진 PET 필름에 대하여, 일리노이사의 산소투과도 측정기를 사용하여 산소투과도를 측정한 결과, 7.7cm³/m² day atm이었다.

[0026] 본 발명에 따른 철 나노입자를 함유하는 PET 마스터배치를 사용하여 PET 필름을 제조한 경우(실시예 2 내지 4), 산소투과도는 0.7 내지 2.7 $\text{cm}^3/\text{m}^2 \text{ day atm}$ 으로 낮았으나, 일반 PET 수지만을 사용한 경우(비교예 1)에는 산소투과도가 7.7 $\text{cm}^3/\text{m}^2 \text{ day atm}$ 으로 월등히 높은 것을 알 수 있었다. 이는 본 발명의 PET 마스터배치가 극히 소량의 철을 함유하고 있지만, 철 나노입자가 이상적으로 분산되어 있어 산소투과를 매우 효과적으로 방지할 수 있음을 나타낸다.

발명의 효과

[0027] 이상 상술한 바와 같이, 본 발명에 따른 철 나노입자를 함유하는 플라스틱 마스터배치는, 산소를 차폐하는 성능이 우수하므로, 산소차단성을 요구하는 다양한 플라스틱 제품 분야에 적용 가능하며, 플라스틱 용기에 적용할 경우 내용물의 보존기한을 획기적으로 연장시킬 수 있는 장점이 있다.