

PPS/PHE Blend 에 관한 연구 (Ⅱ)

박광현, 이동원, 임상규, 구강, 손태원

영남대학교 섬유학부

1. 서론

환경 및 첨단산업과 관련하여 섬유소재의 중요성이 날로 더해가고 있다. 특히 기능성을 부여한 섬유의 이용이 산업적으로 폭넓게 전개되고 있으며, 최근에 등장한 특수 고분자를 활용한 기능성 섬유소재의 개발은 미래산업에서 요구되는 필수적인 소재로서 자리를 차지해 가고 있다. 섬유소재의 산업적 이용은 보온, 보강, 보호 등 일반적 특성에서부터, 분리, 정화, 조직 및 내구성 부여 등 정밀기능에 이르기까지 다양하게 전개되고 있으며, 최근 산업의 고도화와 더불어 극한조건에 적용 가능한 특수소재에 대한 요구가 크게 증가하고 있다. 본 연구에서는 내구성, 특히 극심한 환경에서도 내성이 우수한 특수 고분자 PPS⁽¹⁾를 선별하여 섬유소재를 제조하고 이의 표면을 활성화하여 공기정화, 정수, 필터 등 환경정화용 소재로서 이용을 극대화하고자 한다. 산업에서 요구되는 특성의 섬유제조 방법에 대한 연구와 섬유의 극세화 및 표면적 거대화 연구가 지금까지 여러차례 이루어져 왔다. ^{(2), (3), (4)}

본 연구에서는 PPS의 우수한 특성중 화학약품의 강한 저항성⁽⁵⁾을 이용해서 blend 물질로 만든 filament를 PHE의 용제인 THF(Tetrahydrofuran)로 처리하여 극세섬유를 만들고자 하였다.

PPS-PHE blend의 특성을 이용하여 2상 혼합물의 melt stretching에 의하여 극미세 피브릴화 섬유의 소재의 제조를 추진하였고, 생성된 filament의 표면 극대화를 이용하여 지금까지 수행된 방법들과는 다른 독특한 섬유형성법을 개발 채택하여 구조적으로 독창적인 섬유제조에 주력하였다. 또한, 개발된 섬유의 성질이 요구특성에 적합하게 주어진도록 섬유

제조 과정에서 특성을 부여할 수 있는 최적조건에 관해서 연구해서 blend fiber의 표면 활성을 극대화시켜서 표면활성을 가진 filament를 만들고자한다.

2. 실험

2-1. 시료

본 연구에서 사용된 시료는 SKI에서 제조한 SUNTRA Fiber grade용을 사용하였다. 그리고 Phenoxy수지는 미국 UCC회사에서 제조한 Mn = 10000~17000 (n=38~60), Tg = 101℃인 chip을 사용하였다.

2-2. Blend 제조

90/10, 80/20, 70/30, 60/40, 50/50, 40/60, 30/70, 20/80, 10/90 (PPS/PHE) 의 중량비로 혼합하여 Brabender의 twin-screw를 사용해서 310°C에서 60rpm, 7분으로 용융 혼합하였다. Blend하기전 PPS chip을 VACUUM OVEN, 100°C에서 48시간 동안 건조한 후 사용하였다.

2-3. Blend filament 제조

Rosand Precision Ltd Capillary Rheometer 을 사용하여 온도 300°C에서 stretch ratio 30으로 방사를 한후 filament 가 파단이 일어날 때 까지 연신을 하였다.

2-4. 열적성질

Blend filament 의 미연신, 연신, etching 에 따른 열적인 성질, 유리전이온도, 용점, 재결정화온도 등을 측정하기 위해서 Blend filament 를 각각 4~6mg을 취하여 DSC 2010 (TA)을 사용하여 측정하였다. 내부표준물질로서 indium 을 사용하였고, 질소기류하에서 측정하였으며 heating rate 10°C/min, cooling rate 10°C/min의 속도로 측정하였다. blend 된 물질의 Tg, Tm은 승온과정에서 조사되었고 melt crystallization temperature 는 시료를 완전히 용융시킨 뒤 감온시키면서 조사하였다. 온도 범위는 30~ 310°C 까지로 실험을 하였고 heating 시킨 뒤 잔류결정들을 완전히 용융시키기 위해서 310°C에서 5분동안 등온처리한 후 cooling 실험을 하였다.

2-5. SEM에 의한 filament 관찰

Capillary 을 사용하여 만든 filament을 미연신, 연신, etching 처리 후 생성된 filament 를 조사하기 위해서 SEM 으로 filament 표면을 관찰하고자 HITACHI S-2100 주사전자현미경을 사용하여 금으로 진공증착하여 배율 1000배로 표면을 관찰하였고, filament 직경을 계산해 섬도를 알아보고자 HITACHI S-4100 주사전자현미경을 사용하여 30000배로 filament 의 직경을 조사하고 denier을 계산하였다.

3. 결과 및 고찰

Fig 1 은 PPS/PHE (50/50) wt% 미연신사, 연신사, etching 처리한 filament 의 열적인 성질을 나타낸 것이다.

Fig 1-A 에서 filament 를 연신하는 경우 heating 할 때의 결정화 peak 가 연신 하기전 보다 더욱 작아졌다는 것을 알수 있다. etching 한 경우의 DSC curve 보면 melting point 가 상온 쪽으로 이동하고, ΔH_{melt} 는 처리하기 전의 filament 보다 더 큰 흡열량을 가지고

있다는 것을 알 수 있다. Fig 1-B cooling scan 에서 결정화 온도가 etching 한 경우가 고온 쪽으로 이동함을 알 수 있다. 이는 etching 처리과정 중 PPS 가 용제인 THF 에 의해서 결정화가 일어났다는 것을 알 수 있다.

Fig 2. 는 PPS/PHE blend filament 를 극대 연신한 후 PHE 의 용제로 추출처리를 한 그림이다. Fig 2 에서와 같이 균일한 굵기의 filament 를 가지기는 어렵지만 최대 0.0002 denier 의 극세사를 가질 수 있다는 것을 알 수 있다.

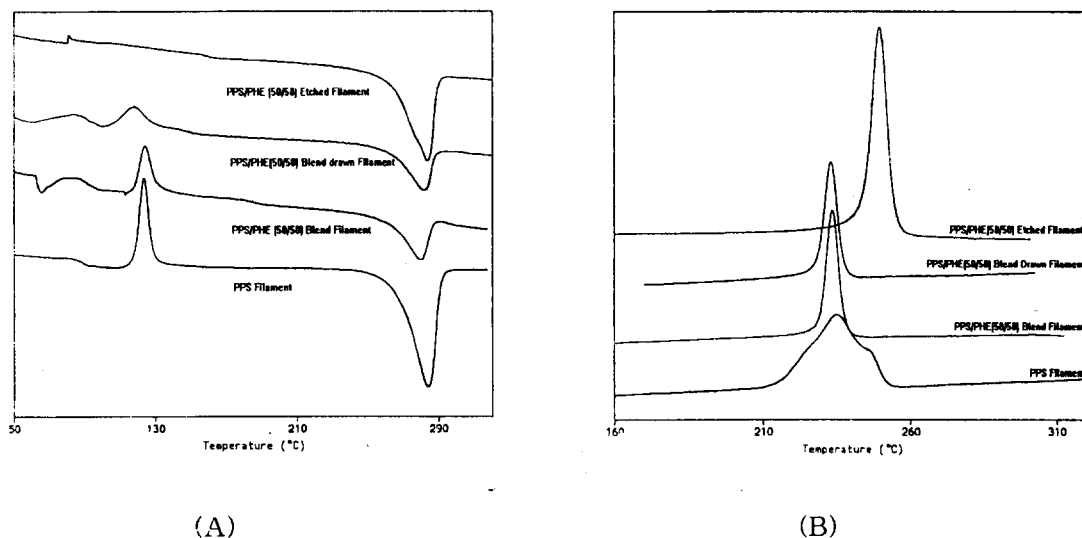


Fig. 1. (A) DSC heating diagram of PPS/PHE (50/50) filament.
 (B) DSC cooling diagram of PPS/PHE (50/50) filament.

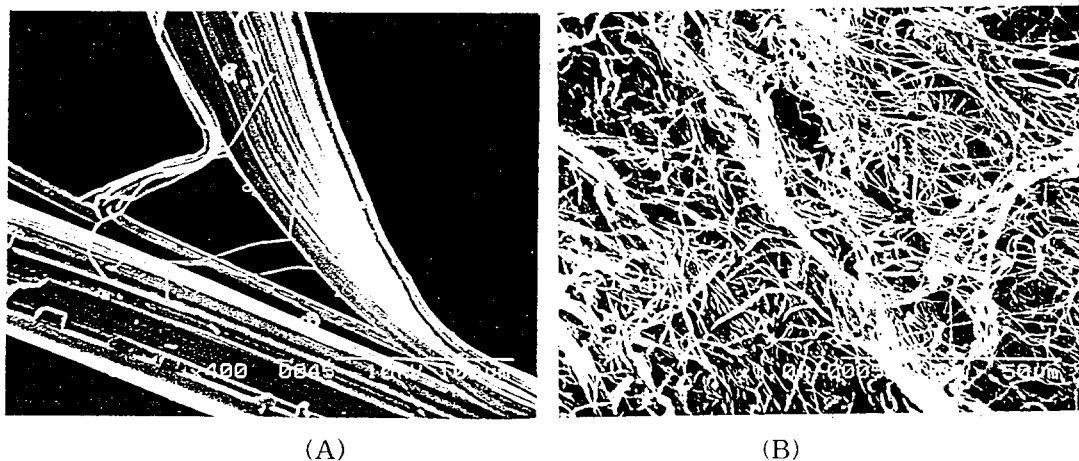


Fig. 2. (A) Scanning election micrograph of fractured part of drawn PPS/PHE (50/50)
 (B) Scanning election micrograph of the oriented and cruhed PPS/PHE(50/50)
 (etched in THF)

4. 결론

1 PPS/PHE (50/50 60/40) wt% As-spun filament, drawn filament, etching 처리한 filament를 분석한 결과 etching 처리한 filament 의 경우 용제인 THF 에 의해서 filament 의 결정화가 일어났음을 알수 있다.

2 밀도 측정의 결과, blend filament 의 밀도 보다는 etching 처리한 filament의 밀도가 다소 높은 값을 가짐을 알수 있지만 etching 처리를 한 filament에서 PHE 가 완전히 빠져 나오지 않아 PPS filament 보다는 다소 낮은 값을 가짐을 알수 있다.

3 SEM 으로 filament 를 관찰한 결과 PPS/PHE (60/40) wt% blend drawn filament 는 streak 구조를 가진다. PPS/PHE (50/50, 60/40) wt% blend fiber 의 연신공정시에 파단된 부분에서 fiber separation 이 일어남이 확인된다. 50/50 wt% blend fiber 인 경우 THF 로 etching 처리한 것은 0.0002 denier를 얻을수 있고, 60/40 wt% blend fiber 인 경우 THF 로 etching 처리한 경우는 0.0007 denier을 얻을수 있다.

reference

1. H. N. Beck., J. Appl. polym. Sci., 45, 1361, (1992).
2. L. A. Utracki, M. M. Dumoulin and P. Toma, Polym. Eng. Sci., 26, 34 (1986).
3. SATOSHI NAGO, J. Appl. polym. Sci., 62, 81, (1996).
4. Gabriel Luna-Barcenas, Polymer, 36, 3173, (1995).
5. Jerry O. Reed, High Technology Fibers Part A, 340.