

액정 폴리에스테르의 합성 및 light intensity를 통한 액정성의 확인

최선호, 김환철, 박병기, 김학용
전북대학교 공과대학 섬유공학과

1. 서론

액정 고분자는 고분자가 용융 또는 용액상태에서 결정성을 보이는 고분자를 말하며, 그 중에서도 열방성 액정 고분자(thermotropic liquid crystalline polymer)는 열에 의하여 액정성을 나타내는 고분자를 말한다. 이 액정 고분자는 용융점(T_m)이상에서도 결정이 존재하여 액상의 고분자와 결정을 형성하고 있는 고분자가 상존하는 열적 성질을 가지는 것이 큰 특징이며, 내열성과 기계적 강도 등의 우수한 물리적 성질을 나타낸다. 그러므로 플라스틱의 초대 약점 중의 하나인 내열성과 기계적 강도 등의 물성을 향상시키기 위한 방법으로 열방성 액정 고분자 재료에 대한 꾸준한 연구가 진행되어지고 있다. Fig. 1은 EP(engineering plastic)들의 열안정성을 나타내고 있으며, 그 중에서도 방향족 폴리에스테르(aromatic polyester or polyarylate)는 현재까지 개발된 각종 EP와의 내열성을 비교해 볼 때 높은 수준의 내열성을 보이고 있다.

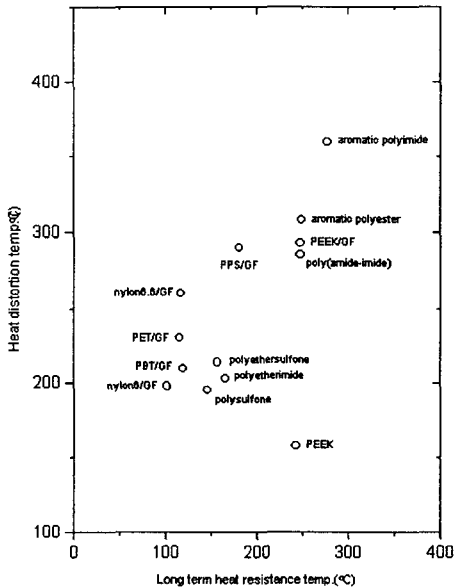


Fig.1 Thermal stabilities of engineering plastics

n-linear link를 공중합시키는 방법이다. 이 세 가지 방법은 모두가 PHBA의 분자 주쇄에 공중합 성분을 도입시켜 강직성이나 규칙성을 저하시켜 열에 대한 가소성을 증가

시켜 주는 방법이다.

본 실험에서는 이중에서 aliphatic link를 도입하는 방법으로 중합도가 8~10정도인 BHET를 HBA(p-hydroxybenzoic acid)와 공중합하여 공중합 비율에 따른 고분자의 물성 변화를 알아보려고 한다.

2. 본 론

합성 : 중합도가 8~10정도인 BHET와 HBA를 일반 batch식 ester 중합 장치를 이용하여 중합하였다. 촉매로는 sodium acetate 0.2wt%를 사용하였으며, 중합 조건은 260°C에서 1시간, 290°C로 승온하여 1시간 교반후, 30분 동안 서서히 300mmHg로 감압하여 1시간 반응한다. 여기서 다시 0.5mmHg로 감압, 1.5시간 반응시킨 후 310°C에서 30분간 종결반응을 시켰다.

분석 : Bio-Rad FT-IR FTS 165를 사용하여 액정의 공중합성분의 비율에 따른 구조의 변화를 비교하여 보았다. 시차주사열량분석기(Dupont 2010 DSC)는 승온속도 10°C/min, 질소는 50ml/min으로 하였고, 열중량 분석기(Dupont 2050 TGA)는 승온속도 승온속도 20°C/min, 질소는 100ml/min으로 하여 액정의 공중합성분의 비율에 따른 열적성질의 변화와 열안정성을 관찰하여 보았다. 공중합물의 액정성을 알아보기 위하여 가열판이 부착된 편광현미경을 사용하여 승온속도 10°C/min로 한후 온도에 따른 light intensity의 변화를 알아 보았다.

3. 결과 및 고찰

Fig. 2는 공중합물의 단량체인 BHET와 HBA의 중합 비율에 따른 FT-IR의 스펙트럼을 나타내었다. HBA의 공중합 비율이 증가함에 따라 1200cm⁻¹, 1064cm⁻¹의 peak의 상대적 성장이 보였으나, 750cm⁻¹, 1610cm⁻¹의 peak의 흡수대가 상대적으로 감소됨을 확인할 수 있었다.

Fig. 3은 공중합물의 단량체인 BHET와 HBA의 중합 비율에 따른 중합물의 열안정성을 나타낸 TGA curve이다. HBA의 함량이 증가할수록 분해개시 온도와 residue가 점차 증가함을 알 수 있었다. 이는 방향족기의 함량이 증가할수록 열적 안정성이 개선되어지고 공중합물의 열안정성은 주쇄의 방향족기의 함량에 의존한다고 생각되었다.

Fig. 4는 공중합물의 단량체인 BHET와 HBA의 중합 비율에 따른 DSC curve를 나타낸 것이다. HBA의 함량이 증가할수록 T_m peak가 줄어들면서 폭이 넓어지는 것에 반해, T_c peak는 저온으로 이동하면서 약해지는 것을 알 수 있었다. 이는 공중합체가 액정 형태의 열적거동을 하므로 결정으로 남아있는 부분이 증가하기 때문으로 생각되었다.

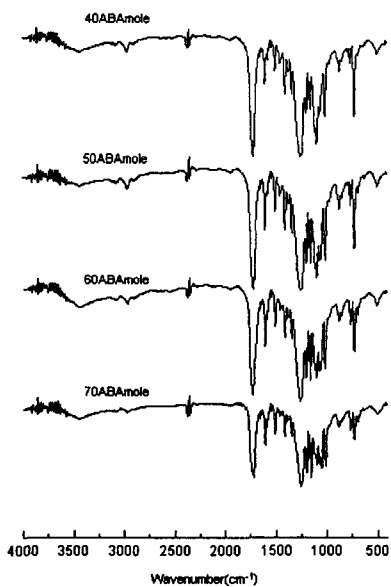


Fig. 2 FT-IR spectrums of co-polyester

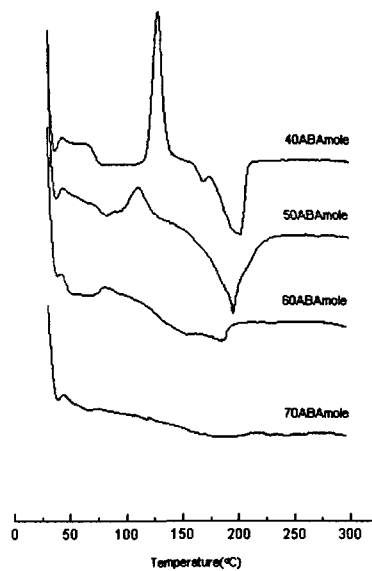


Fig. 4 DSC curve of co-polyesters (heating rate 10[°C/min])

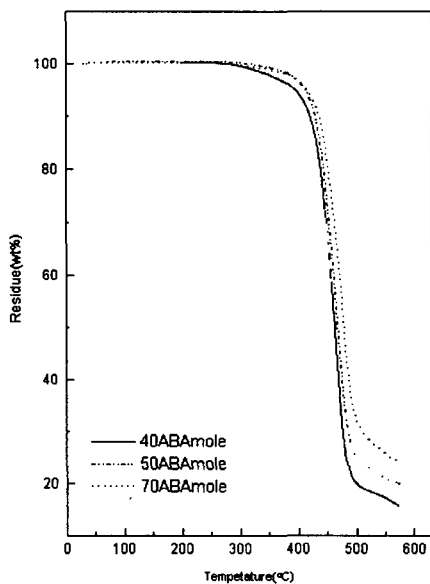


Fig. 3 TGA curve of co-polyesters. (heating rate 20[°C/min])

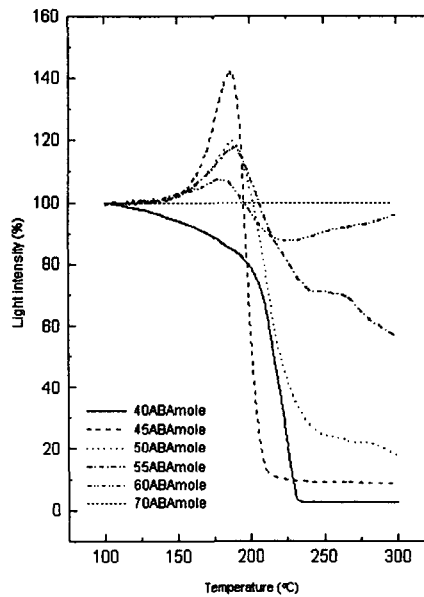


Fig. 5 Light intensity (%) vs temp.(°C) for the co-polyesters.