

# 메조페이스/등방성핏치의 방사성판단을 위한 점탄성거동

양갑승, 김용중,

전남대학교 섬유공학과

## 개 요

나프탈렌으로부터 제조된 메조페이스 핏치(NMP)와 개질된 등방성 콜타르 핏치(MCP)의 방사성을 유변학적거동에 기초해 설명하고자 시도되었다. 기본적으로, 방사성은 1/4, 1/1, 4/1(wt. NMP/wt. MCP)로 블렌드비를 달리 하면서 shear rate를 증가시켰을 때 등방성의 농도가 클 경우 급격한 점도 감소로 cohesive fracture의 원인이 됨을 관찰할 수 있었고 NMP가 증가할수록 탄성에너지 값이 전형적인 고분자의 거동처럼 응답하는  $\tan \delta$  값의 임계점이 고주파수영역으로 이전되어 최대값을 나타내었고 임계정보다 낮은영역에서 상대적인 크기는 NMP가 증가함에 따라 작아지는 현상을 관찰할 수 있었다. MCP내에서 비드로써 분산된 NMP는 심지어  $0.2 \text{ sec}^{-1}$ 의 매우낮은 shear하에서도 미세하게 섬유화되었고, 이는 NMP가 쉽게 연신되는 특성을 보였다. 그러나, 사출된 핏치가 파단될 때는 shear 하에서 형성된 연신된 구조가 비드상으로 회복됨을 관찰할 수 있었다.

## 1. 서 론

유체의 방사성은 유체의 탄성에 의해 기인하는 cohesive, brittle fracture 또는 표면장력 때문에 발생하는 capillary break-up에 의해 제한되어진다. cohesive, brittle fracture는 높은 분자량을 가지는 유체내에서 주로 발생하고 capillary break-up은 낮은 분자량을 가지는 유체내에서 발생한다. 메조페이스와 등방성핏치의 블렌드는 서로다른 두종류의 상이 존재하기 때문에 cohesive fracture가 원인이 되어 방사하기가 매우어려운 것으로 알려져있다. Kato등<sup>1)</sup>은 등방성핏치내에 메조페이스비드를 함유한 계에서 분자량 분포를 좁게 함으로써 방사가 가능함을 보고한바 있다.

## 2. 실험

등방성의 성질을 지닌 개질된 콜타르핏치(MCP)는 10wt%의 파라벤조퀴논(p-benzoquinone)에 의한 콜타르핏치의 중합과 380℃에서 연속적인 질소 blowing에 의해 제조되었다. 나프탈렌으로부터 합성된 핏치(NMP, Mitsubishi Gas Co.)는 미세한 분말상으로 갈아서 330℃에서 기계식 교반기를 사용해 혼합되었다. NMP, MCP 혼합물의 연화점은 혼합된 핏치와 섬유의 구조는 편광현미경으로 관찰되었고, 이것의 모세관에서의 유변학적 성질은 Instron 3211 series를 사용하여 시료의 연화점 20℃위에서 다양한 shear rate로 그 거동이 관측되었다. 동적 유변성질은 직경 25mm, 두께 2mm의 디스크형태 샘플을 사용하여 rheometer(Physica US 200)를 이용해 측정되었다.

블렌드 비 1/1(wt. NMP/wt. MCP)의 샘플은 80m/min의 권취속도로 방사되었다. 방사된 섬유는 편광현미경으로 관찰하였다. 블렌드의 비는 NMP의 무게비로 표시하였다(NMP/MCP = 1/1, NMP 50).

### 3. 결과 및 고찰

그림 1은 블렌드와 그 성분들의 shear와 apparent viscosity간의 관계를 표로서 나타내었다. NMP는 전형적인 액정고분자처럼 거동한다. 즉, shear rate 증가에 따라 전단박화 현상 이후 domain의 파괴와 상존의 평형을 가리키는 정도의 평탄부, 이어 완전한 domain의 유체로 유입 파괴에 의한 급격한 점도감소현상을 관찰할 수 있다. 다른 블렌드와 MCP는 shear rate에 비례해 전단박화현상을 보임을 관찰할 수 있었고, 1/1의 블렌드가 가장 낮은 점도를 가짐을 관찰할 수 있다. 이러한 현상이 cohesive fracture의 원인이 됨을 알 수 있다.

Tan  $\delta$  (G''/G')의 값은 NMP의 함량이 클수록 높은 각 주파수영역에서 그래프의 임계점을 보였고, 낮은 각주파수영역에서는 NMP함량이 많을수록 낮은 값을 보임에 반해 고주파수영역으로 갈수록 높은값을 보임을 관찰할수 있었다(그림 2). NMP는 일본에서 상업화된 핏치로 방사성은 이미 입증되어있으며 블렌드시 NMP의 함량이 많을수록 방사성이 개선되어짐을 확인할 수 있었다. 블렌드 섬유의 precursor로 사용된 핏치내에서 잘 분산되어있던 NMP는 0.2sec<sup>-1</sup>의 작은 shear하에서도 섬유의 형태로 잘 형성되었고 이러한 섬유의 파단면에서 섬유상의 구조가 완화되고 무질서하게 되어짐을 관찰할 수 있었다.

Table 1. Softening point of various blends(unit;°C)

NMP 100	NMP 80	NMP 50	NM0 20	NMP 0
278.8	283.4	278.8	268.8	268.4

Table 2. Characteristics of NMP 0 and NMP 100

Sample	Solubility			Elemental analysis			H/C	*AP	**fa
	BS	BI-PS	PI	C	H	N			
MCP	29	38	33	93.0	3.9	0.94	0.51	0	-
NMP	33	19.5	47.5	94.7	4.8	-	0.67	100	74.6

\*anisotropy %, \*\*aromaticity

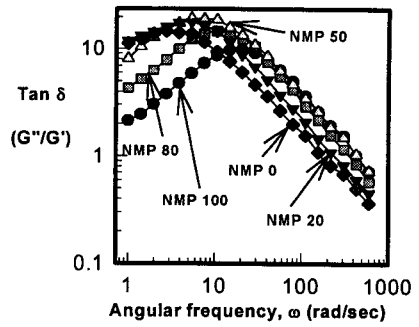
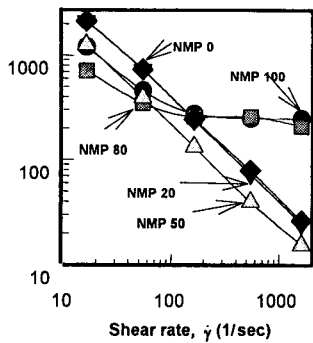


Fig. 1.  $\dot{\gamma} - \eta$  relationship from capillary rheometry. Fig. 2.  $\text{Tan } \delta$  dependence on the angular frequency ( $\omega$ )

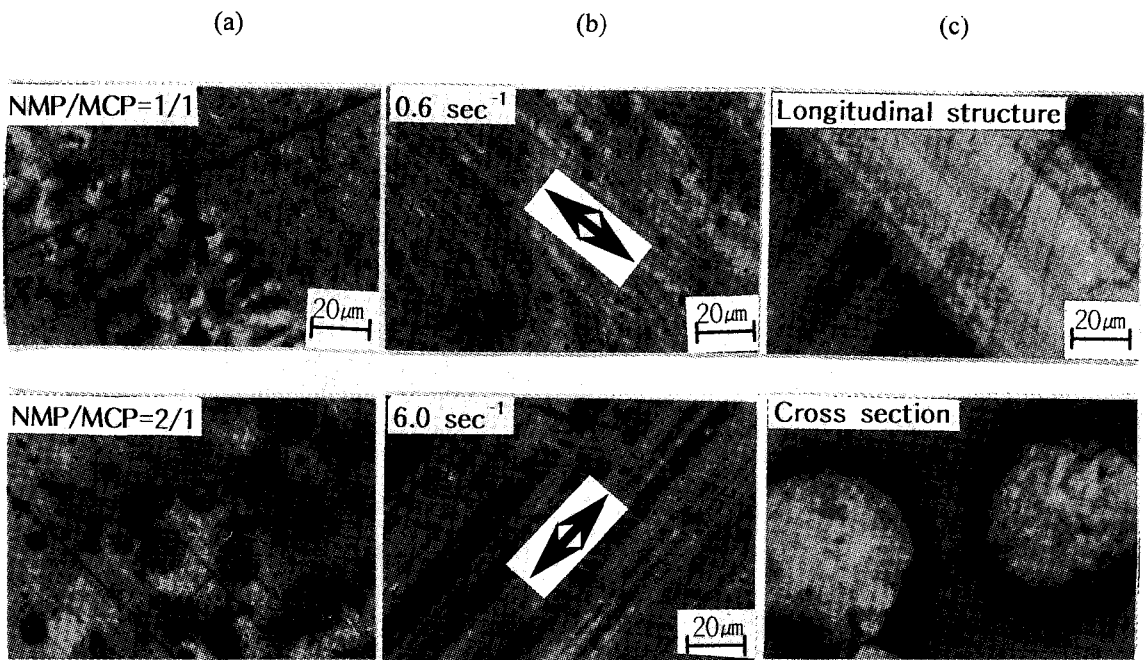


Fig. 3. Polarized light microphotographs of the various samples.  
(a) Steady state, (b) Shear rate effect, (c) Spun at 80m/min

#### 4. 참고문헌

- 1) O. Kato, M. Nagai, H. Nakajima and T. Nakamura, *Proceedings, 21st Annual Meeting of The Carbon Society of Japan*, pp. 36 (1994)