

# Surface Study of PBS(Poly Butylene Succinate) Single-Crystal mats by ATR FT-IR

유 의상 · 한 성호 · 임 승순

한양대학교 공과대학 섬유공학과

## Introduction

생분해성 고분자로 잘 알려진 지방족 polyester, PBS의 단결정 구조에 대한 많은 연구가 행해진 결과 단사정계의 pyramidal 구조를 가지고 있다는 것이 확인 되었다<sup>1)</sup>. 그러나 결정구조내에서 분자의 배열 또는 단결정에서의 분자사슬의 접힘부분에 대하여는 규명되어 있지 않다. 이러한 결정구조에 대한 연구는 결정영역의 분해기구를 연구하는 데 기초자료로서 많은 도움이 될것으로 생각된다. 본 연구에서는 ATR FT-IR을 이용하여 열처리 및 알카리 가수분해에 따른 PBS 단결정 표면의 사슬 접힘부분의 변화를 관찰하여 보았고, 단결정 라멜라의 표면을 HDPE로 decoration 하여 투과형 전자현미경(TEM)으로 관찰하여 보았다.

## Experiment

### \* 시료준비 및 처리

재결정 과정을 거쳐 불순물을 제거한 PBS를 o-dichlorobenzene에 0.05wt%로 용해시킨 후 silicon oil bath에서 65℃로 등은 결정화하여 단결정 용액을 얻었다. 이와 같이 준비된 단결정용액을 filtering하여 단결정 mat를 얻었다. 또한 단결정의 표면과 bulk상태의 IR peak를 비교하기 위하여 bulk상태의 PBS film을 제조하였다. 준비된 시료를 90℃ 및 100℃에서 각각 1, 3, 6 시간 열처리 하여 ATR FT-IR으로 변화를 관찰하였고, 또한 NaOH 알칼리 용액 (pH9) 으로 표면을 처리하여 시간에 따른 변화를 관찰하여 보았다.

### \* IR 측정

IR spectrum은 MIDAC사의 FT-IR을 이용하여  $2\text{cm}^{-1}$ 의 해상도로 측정하였다. 단결정에 대해서는 표면의 ATR spectrum을, bulk film에 대해서는 투과 스펙트럼을 얻어서 서로를 비교하였다.

## Result and Discussion

Fig. 1은 단결정 표면의 ATR spectrum을, Fig. 2는 bulk film의 투과 spectrum을 나타낸 것이다. CO 흡수 밴드에 대한 CH<sub>2</sub>흡수밴드의 상대적인 크기를 서로 비교하기

위해서 그림의 scale을 달리하였다<sup>2)3)</sup>.

그림에서 보는 바와 같이 bulk film의 spectrum에서는  $2900\text{cm}^{-1}$ 부근에서의 메틸렌 흡수 밴드와  $1700\text{cm}^{-1}$ 부근에서 나타나는 에스터의 C=O결합의 흡수 밴드가 비슷한 정도의 강도를 나타내고 있지만 단결정의 표면 spectrum에서는 메틸렌 흡수 밴드가 C=O에 의한 흡수 밴드보다 현저하게 작게 나타나고 있는 것을 볼 수 있다.

이를 통해 볼 때, PBS의 단결정 구조는 단사정계의 pyramidal 구조를 가지면서 표면에 COO에 의한 folding이 존재하고 있다는 것을 알 수 있다. 이를 더 확실하게 하기 위해서 앞으로 가수분해에 의한 단결정 표면의 IR변화, 열처리에 의한 변화<sup>4)</sup>등을 관찰하였다. 결과적으로 표면의 사슬접힘 부분에 존재하는 에스터 결합의 C=O 흡수 밴드는 열처리에 의하여서는 강도의 변화가 없었음을 알 수 있었다.

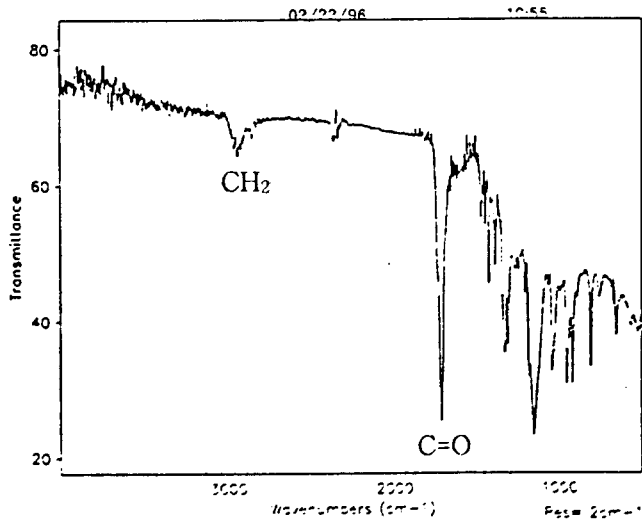


Fig. 1 ATR spectrum of surface of PBS single crystal lamella.

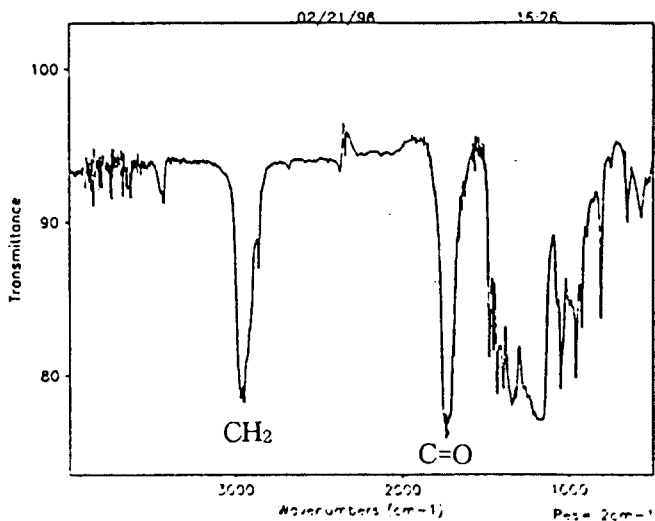


Fig. 2 IR spectrum of bulk PBS film.

## References

1. K. J. Ihn, E. S. Yoo and S. S. Im, *Macromol.* Vol. 28, No. 7, 1995.
2. P. C. Painter, J. Havens, W. W. Hart and J. L. Koenig, *J. Polym. Sci., Polym. Phys. Ed.*, 15, 1223, 1977.
3. Q. R. Zhu, K. L. Hong, L. Q. Ji, R. R. Qi, G. E. Zhou, M. S. Song and Y. W. Wong, *J. Polym. Sci., Polym. Phys.*, 33, 739, 1995.
4. T. Ichida, M. Tsuji, S. Murokami, A. Kawaguchin and K. Katayama, *Colloid Polym. Sci.*, 263, 293, 1985.