

PEN의 점도차에 따른 PEN/PET 용융 블렌드 필라멘트의 특성 및 상호에스테르 교환반응

손준식 · 이태균* · 지동선

단국대학교 섬유공학과, *(주)호성 섬유연구소

Characteristics and Transesterification of PEN/PET Melt Blend Filaments by Viscosity Difference of PEN

Jun Sik Son, Tae Gyun Lee*, and Dong Sun Ji

Department of Textile Engineering, Dankook University, Seoul 140-714, Korea

*Hyo Sung(Co.), R&D Center for Fiber & Textile, Seoul Korea

1. 서 론

폴리에스테르계 고분자를 용융온도 이상에서 가공하면 두 고분자간의 화학적인 상호교환반응이 일어나고, 이러한 상호에스테르 교환반응은 이들의 공중합체를 생성시켜 블렌드계의 상용성을 증대시킬 수 있으며, 구조와 물리적 성질을 상당한 수준까지 변화시킬 수 있기 때문에 용융가공시 중요한 인자가 되고 있다. 일반적으로 상호에스테르 교환반응에 의해 공중합체가 형성될 때 반응초기에는 블록 공중합체가 형성되며, 반응이 진행될수록 랜덤 공중합체가 형성[1] 되며, 블렌딩 시간, 온도 그리고 조성비에 따라 상호교환반응 정도가 달라지게 된다[2-3]. 따라서 동종 폴리에테르계와 블렌딩을 통하여 PET를 개질할 경우 가공조건에 따라서 최종 물성이 달라지므로 가공조건을 적절히 제어하는 것은 원하는 소재개발의 핵심이 될 것이다. 최근 PET의 고강도 및 고내열성을 위해 PET와 구조적으로 유사한 PEN을 이용한 연구[4-7]들이 보고되고 있다. 그러나 PEN/PET 블렌드에 대한 연구들은 에스테르 교환반응에 의해 형성된 공중합체들에 대한 연구가 대부분이며, 실제로 두 고분자를 이용한 블렌드 필라멘트에 대한 연구는 미흡한 실정이고, 더구나 고강도의 섬유를 얻기 위하여 기존의 PEN을 고상중합하여 분자량을 높인 고점도 PEN을 이용한 PEN/PET 블렌드 필라멘트에 대한 연구는 거의 전무하다고 할 수 있다.

본 연구에서는 저점도 PEN과 고점도 PEN을 각각 원료로 사용해 PET와 직연신 용융 방사기에서 방사하여 PEN/PET 블렌드 필라멘트를 제조한 후 PEN의 점도차에 의한 상호에스테르 교환반응의 확인 및 상호에스테르 교환반응이 블렌드 필라멘트의 열적 및 물리적 특성에 미치는 영향을 고찰하였다.

2. 실험

2.1 원 료

PEN(H사)은 고유점도가 0.44, 0.93 dL/g,을 사용하였고, PET(H사)는 고유점도 0.62 dL/g을 사용하였다.

2.2 PEN/ PET 블렌드 필라멘트 제조

PEN/PET 블렌드 필라멘트는 직연신 용융 방사기 Single Screw Extruder(L/D=30, 60 rpm)를 이용하여 285℃에서 용융방사 하였으며, 이때 냉각은 air cooling으로 하였고, 방사 노즐은 Ø0.7 mm, 36 holes인 것을 사용하였다. 그리고 PEN/PET 블렌드의 조성비는 0/100, 10/90, 20/80, 30/70, 40/60, 50/50, 100/0 (wt.%)로 하였다.

2.3 시차 주사 열 분석

PEN/PET 블렌드의 열적 특성을 알아보기 위해 Instrument사의 시차 주사 열량계 (DSC 2010, U.S.A)를 사용하였다. 이 때 온도 보정은 인듐으로 하였으며 약 5~10 mg의 시료를 질소 기류 하에서 10℃/min으로 측정하였다.

3. 결과 및 고찰

Figure 1은 고점도 및 저점도 PEN을 이용한 PEN/PET 블렌드 필라멘트의 용융 온도의 변화를 나타낸 것이다. PEN의 함량이 증가할수록 PEN/PET 블렌드 필라멘트의 용융 온도가 감소하는 경향이 나타남으로써 두 고분자간에 상호에스테르 교환반응이 어느 정도 진행되었음을 알 수 있다. 그리고 고점도 PEN을 이용한 PEN/PET 블렌드 필라멘트의 용융 온도가 저점도 PEN을 이용한 PEN/PET 블렌드 필라멘트 보다 다소 높은 용융 온도를 나타내고 있으며, 용융 온도의 감소폭이 적은 경향을 나타냄으로써

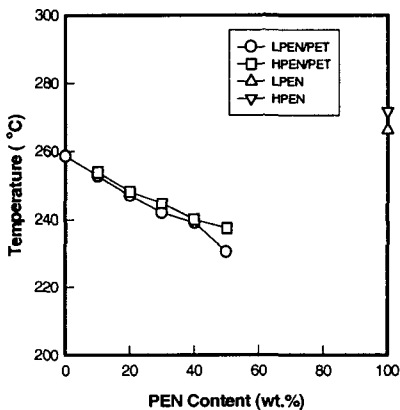


Figure 1. Changes in melt temperature of PEN/PET blend filaments with PEN contents.

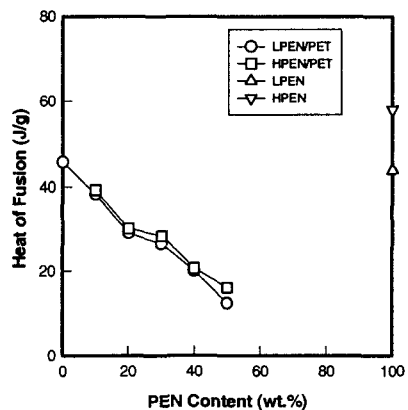


Figure 2. Changes in heat of fusion of PEN/PET blend filaments with PEN contents.

저점도 PEN을 사용할 경우 반응계내에 존재하는 PEN 자체의 mobility가 고점도 PEN을 사용한 경우 보다 우수함으로 급격한 용융 온도의 강화가 나타나며 이는 상호에스테르 교환반응이 증가하고 있음을 나타낸다. Figure 2는 고점도 및 저점도 PEN을 이용한 PEN/PET 블렌드 필라멘트의 용융 열량의 변화를 나타낸 것이다. 용융 열량 또한 PEN의 함량이 증가할수록, 고점도 PEN 보다 저점도 PEN을 이용한 PEN/PET 블렌드 필라멘트의 용융 열량이 더욱 감소하는 경향이 나타나고 있다. 이는 조성비의 증가에 의한 상호교환 반응의 증가, 그리고 고점도 PEN 보다 저점도 PEN을 이용한 PEN/PET 블렌드 필라멘트의 상호에스테르 교환반응이 많이 진행되어 결정화가 어려운 랜덤한 공중합체를 형성함으로써 나타나는 결과라고 생각된다.

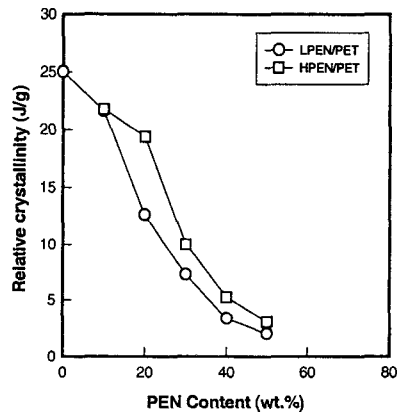


Figure 3. Changes in relative crystallinity PEN/PET blend filaments with PEN contents.

Figure 3은 고점도 및 저점도 PEN을 이용한 PEN/PET 블렌드 필라멘트의 상대 결정화도를 나타낸 것이다. PEN 함량이 증가할수록 그리고 고점도 보다 저점도 PEN을 이용한 PEN/PET 블렌드 필라멘트의 상대 결정화도가 급격히 감소하는 경향을 나타내고 있다. 이는 PEN의 함량이 증가할수록 상호에스테르 교환반응은 증가하며 이로 인해 생선 된 공중합체가 PET 또는 PEN의 결정 형성을 방해함으로써 나타나는 결과라고 생각되며, 저점도 PEN을 이용한 PET/PET 블렌드 필라멘트에서 이러한 감소 경향이 더욱 크게 나타남을 확인할 수 있었다.

4. 결론

저점도 PEN과 고점도 PEN을 각각 원료로 사용해 PET와 직연신 방사기에서 방사하여 PEN/PET 용융 블렌드 필라멘트를 제조하는 경우 PEN 함량이 증가할수록 용융 온도, 용융 열량 및 상대결정화도가 감소함으로써 두 고분자간에 상호에스테르 교환

반응이 일어나는 것을 확인할 수 있었다. 또한 저점도 PEN을 사용한 PEN/PET 블렌드 필라멘트가 고점도 PEN을 사용한 경우 보다 PEN 자체의 mobility 증가로 인해 더욱 활발한 상호에스테르 교환반응이 일어남을 확인할 수 있었다.

참고문헌

1. R. S. Porter and L. H. Wang, *Polymer*, **33**, 2019(1992).
2. N. Avramova, *Polymer*, **36**, 801(1995).
3. K. H. Yoon, S. C. Lee, I. H. Park, H. M. Lee, O. O. Park and T. W. Son, *Polymer*, **38**, 6079(1997).
4. M. E. Stewart, A. J. Cox, and D. M. Naylor, *Polymer*, **34**, 19(1993).
5. M. Guo and H. G. Zachmann, *Polymer*, **34**, 12(1993).
6. F. J. B. Calleja, L. Giri, and H. G. Zachmann, *J. Materials Sci.*, **32**, 1117(1997).
7. L. S. Park and J. H. Yoon, *Polymer(Korea)*, **18**, 5(1994).