

은 나노입자를 함유한 폴리(에틸렌 테레프탈레이트) 섬유의 구조 및 물성 (I)

임경율, 이정민, 채동욱, 오성근, 윤기종*, 김병철

응용화학공학부 한양대학교

*섬유공학전공 공학부 단국대학교

Preparation of Characterization of Poly(ethylene terephthalate) Fiber Containing Silver Nanoparticle

Kyung-Yul Lim, Jung-Min Lee, Dong-Uk Chae,
Seong-geun Oh, Kee-Jong Yoon and Byoung-Chul Kim

Division of Chemical Engineering, Hanyang University, Seoul, Korea

**Textile Engineering, School of Engineering, Dankook University, Seoul, Korea*

1. 서 론

유, 무기 입자가 첨가된 고분자 복합 소재는 고분자 매트릭스에 기계적, 열적 특성을 향상시킬 뿐만 아니라 이들의 다양한 기능성을 부여할 수 있다[1]. 특히 첨가되는 유, 무기 입자가 나노 크기로 감소할 경우 단위무게 당 표면적이 증가하므로 이들의 효과가 더욱 현저히 나타나는 장점이 있으며 그 밖에 고유한 광학적, 전기적 특성을 나타내게 된다[2-4]. 그러나 나노 입자간의 강한 표면 작용력으로 인해 균일한 분산상을 얻기 힘든 단점[5]이 있어 최근 이를 개선하기 위한 연구가 활발히 진행되고 있다. 이러한 연구 중 대표적인 방법은 나노입자를 표면 처리하여 고분자와의 작용력을 향상시키는 것이다[6]. 한편 나노입자가 첨가된 섬유의 경우도 상기의 특성을 나타낼 수 있어 고부가가치의 상품을 얻는데 매우 유리할 것으로 사료되나 현재 이에 대한 연구가 매우 적다. 본 연구에서는 항균성 및 전자파 차폐 효과가 있는 은 나노입자를 지방산으로 표면처리하고 이를 PET에 분산시켜 섬유를 제조하였다. 이 때 나노입자가 섬유내에 존재하는 위치에 따라 다음과 같은 경우를 생각할 수 있다. (1) 결정영역 혹은 비결정영역에만 선택적으로 존재하는 경우, (2) 결정영역과 비결정영역 구분없이 고르게 분포되어 있는 경우이다. 일반적으로 PET 섬유의 구조 분석의 수단으로 가아민분해에 대한 연구가 보고된 바 있다[7-8]. 즉, 아민 분해반응을 통해 비결정 영역을 선택적으로 제거할 수 있으므로 아민분해된 은 나노복합체 PET 섬유의 구조를 분석할 경우 PET 섬유 내부에 존재하는 나노입자의 분포 형태를 알 수 있다. 따라서 본 연구에서는 은 나노입자를 다양한 함량으로 PET 에 첨가하여 섬유를 제조하고 이들

나노복합체 섬유의 아민분해 반응을 통해 구조 분석과 기본적인 물성을 알아보고자 하였다.

2. 실험

2.1. 시료 및 시약

폴리에틸렌 테레프탈레이트(PET, (株)효성, I.V : 0.62 dl/g)는 진공오븐에서 수분을 충분히 제거한 뒤 사용하였다. 은 나노 분말은 100 nm 이하의 입자 크기를 가지며 이때 분산성을 향상시키기 위해 입자 표면을 stearic acid로 처리하였다. 아민분해에 사용한 메틸아민 수용액(Acros Organics, 40wt%)은 정제없이 그대로 사용하였다.

2.2. 섬유 제조

PET/은 나노복합체 섬유는 twin extruder(Teach-line™ ZK25T, Collin Co., Germany)를 사용하여 방사온도는 280℃, 권취속도 100 m/min, screw속도 1.5 m/min의 조건으로 제조하였으며 이 때 은 나노분말의 함량은 0.01, 0.05, 0.1, 0.3 및 0.5wt%로 각각 변화시켜 투입하였다.

2.3. 분석

열적 특성을 분석하기 위하여 시차주사열량계(DSC, TA Instrument 2100, U.S.A.)를 사용하였으며 이때 온도보정은 인듐으로 하였고 질소기류 하에서 10 m/min의 속도로 측정하였다. X선 회절 양상을 분석하기 위하여 Ni filter가 장착된 X선 회절기(Rigaku Denki, Japan)에서 40 kV, 100 mA의 Cu-K α 선을 이용하여 측정하였다. 나노입자의 분산 특성을 알아보기 위하여 제조된 섬유를 상온에서 과량의 메틸아민 수용액(40wt%)에서 가아민분해 반응을 수행하였다. 반응 후 분해 생성물은 여과하고 증류수로 충분히 세척하고 건조하였다. 기계적 특성을 분석하기 위해 인장시험기(Instron 4465, U.S.A.)를 사용하였으며 이 때 시료의 길이는 2 cm, 인장속도는 20 mm/min의 조건으로 측정하였다.

3. 결과 및 고찰

Figure 1은 은 나노입자의 함량에 따른 PET 섬유의 용융거동을 나타낸 것으로 제조된 섬유들의 용융온도 및 열량은 은 나노입자의 함량에 관계없이 거의 일정하게 나타났다. 이러한 결과는 은 나노입자가 0.5wt% 정도 소량 첨가될 경우 PET의 결정 크기나 결정화도에는 크게 영향을 미치지 않음을 알 수 있다. Figure 2는 은 나노입자의 함량에 따른 PET 섬유의 X선 회절 양상을 나타낸 것으로 PET의 경우 한 개의 broad한 피크로 나타났는데 이는 낮은 배향도에 기인한 것으로 사료된다. 은 나노입자가 0.3wt% 이상 첨가된 PET 섬유의 경우 은의 (111)과 (200) plane에 기인한 피크가 각각 38.0°와 44.3°에서 나타났다. Table 1은 은 나노입자의 함량에 따른 PET 섬유의 기계적 특성을 나타낸 것으로 은 나노입자가 첨가된 시료의 경우 순수 PET 섬유에 비해 우수한 인장 강도를 나타냈으며 신장율이나 탄성율은 크게 변하지 않는 것으로 나타났다. Figure 3은 은 나노입자가 0.5wt% 첨가된 PET 섬유의 가아민분해 반

응시간에 따른 무게 변화를 나타낸 것으로 반응시간이 증가함에 따라 아민분해 반응이 더욱 활발히 진행되는 것을 알 수 있으며 3 시간 반응시킬 경우 약 70wt%의 분해가 일어났음을 알 수 있다. 따라서 용융열량으로부터 구한 결정화도를 고려할 때 3 시간의 분해시간 동안 PET 섬유의 비결정영역이 거의 분해되었을 것으로 추정된다. Figure 4는 은 나노입자가 0.5wt% 첨가된 PET 섬유의 가아민분해 반응시간에 따른 X선 회절 양상의 변화를 나타낸 것으로 반응시간이 증가함에 따라 PET에 기인한 회절피크는 급격히 감소하고 3개의 sharp한 피크들이 새롭게 나타났으며 은 나노입자에 기인한 회절피크는 아민분해 반응시간과 관계없이 지속적으로 나타나는 것을 알 수 있다. 만약 은 나노입자가 비결정영역에만 선택적으로 존재하거나 비결정영역과 결정영역에 고르게 분포되어 있다면 은 나노입자에 기인한 회절피크의 강도는 감소해야 할 것으로 사료된다. 따라서 아민분해 반응시간과 관계없이 지속적으로 나타나는 것으로 보아 은 나노입자는 PET 섬유의 결정영역에 선택적으로 존재함을 추정할 수 있었다.

4. 참고문헌

1. M. I. Kohan, Ed., *Nylon Plastics*, New York : Wiley(1973).
2. G. Philipp, H. Schmidt, *J. Non-Cryst. Solids*, **63**, 283(1984).
3. A. Morikawa, Y. Iyoku, M. Kakimoto, and Y. Imai, *Polym. J.*, **24**, 107(2001).
4. B. M. Novak, M. W. Ellsworth, and C. Verrier, *Polym. Mater. Sci. Eng.*, **70**, 266(1993).
5. M. Rong, M. Zhang, H. Liu, H. Zeng, *Polymer*, **40**, 6169(1999).
6. M. Z. Rong, M. Q. Zhang, Y. X. Zheng, H. M. Zeng, R. Walter, K. Friedrich, *Polymer*, **42**, 167(2001).
7. J. R. Overton and S. K. Haynes, *J. Polym.Sci.; Symp.*, **43**, 9(1973).
8. R. E. Metha and J. P. Bell, *J. Polym. Sci.; Polym. Phys. Ed.*, **11**, 1793(1973).

Table 1. Mechanical properties of PET fiber and nanocomposite fibers

Content of silver nanoparticles (wt%)	Tenacity (g/d)	Strain (%)	Modulus (g/d)
0	0.67	288	29.2
0.01	1.32	301	38.2
0.05	1.53	314	26.8
0.1	1.24	329	33.8
0.3	1.22	316	28.6
0.5	1.24	309	36.1

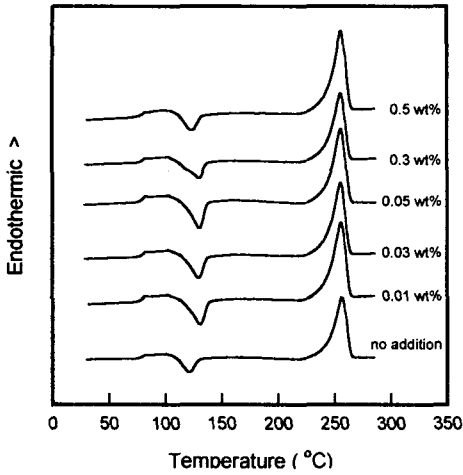


Figure 1. Melting behavior of PET fibers with the content of silver nanoparticle.

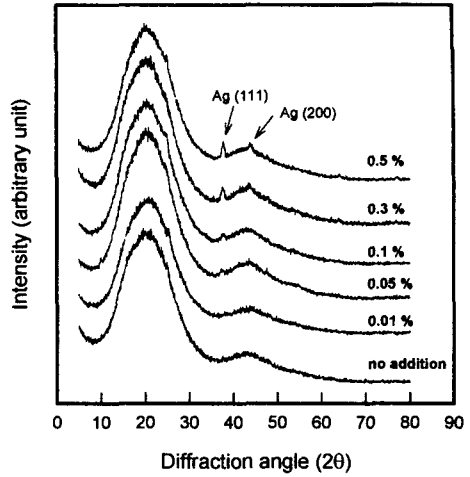


Figure 2. X-ray diffraction patterns of PET fibers with the content of silver nanoparticle.

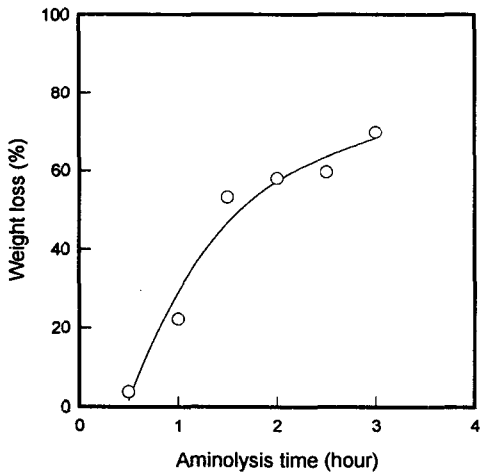


Figure 3. Effects of aminolysis time on weight loss of PET fiber containing 0.5wt% silver nanoparticle

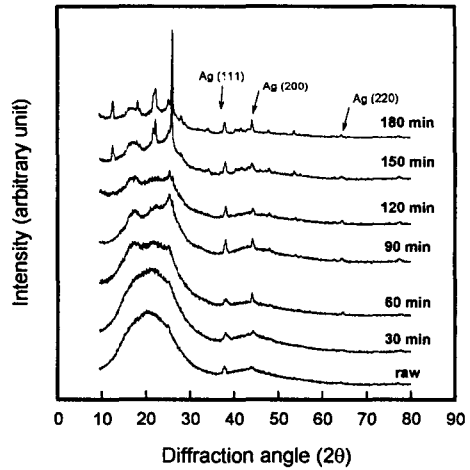


Figure 4. Effects of aminolysis on the X-ray diffraction patterns of PET fiber containing 0.5wt% silver nanoparticle.