

## 전기방사된 PEI(polyetherimide) 웹의 플라즈마 표면개질

권미연, 이승구<sup>†</sup>, 추보영, 주창환

충남대학교 섬유공학과

### Plasma Surface Modification of Electrospun PEI(polyetherimide) Web

Mi-Yeon Kwon, Seung Goo Lee, Bo-Young Choo, Chang-Whan Joo

Department of Textile Engineering, Chungnam National University, Deajon, Korea

<sup>†</sup> : lsgoo@cnu.ac.kr

#### 1. 서론

PEI(polyetherimide)는 고강도, 고탄성율을 가지며 200℃에서 연속사용이 가능한 고내열성, 내화학성을 가진 고성능 고분자이다. 우수한 물성과 더불어 성형성도 뛰어나 다양한 제품설계를 할 수 있으며, 특히 연소시 낮은 연기배출율(smoke emission)을 지니며, 고유의 우수한 난연성을 가지고 있다. 또한 광범위한 온도와 주파수대에서 높은 유전율과 전기 저항 특성을 유지할 수 있다. 따라서 PEI를 나노섬유화하면 고내열성을 가지면서 난연성을 갖는 나노섬유 웹을 만들 수 있고 이는 고온용 필터재로 응용될 수 있다. 본 연구에서는 PEI를 나노 규모의 직경을 갖는 나노섬유로 만들기 위하여 전기방사하고 소수성인 표면특성을 개질하여 더 다양한 분야에 적용하기 위한 목적으로 산소(O<sub>2</sub>) 가스를 이용하여 플라즈마 표면처리하였다. PEI 웹의 표면을 플라즈마 처리를 이용하여 친수성으로 개질됨을 확인하고 그 특성을 분석하고자 하였다.

#### 2. 실험

##### 2.1 실험재료

실험에 사용된 PEI는 General Electric사의 ULTEM 1000<sup>®</sup>을 사용하였고 용매는 1,1,2-trichloroethane(TCE)을 사용하였다. PEI 칩을 120℃에서 2시간 건조시킨 후, PEI와 TCE를 중량비로 15wt% 조절하여 80℃에서 3시간동안 완전히 녹을 때까지 교반하여 방사용액을 제조하였다.

##### 2.2 실험방법

전기방사 장치로는 (주)청파 EMT의 CPS-40K03 모델을 사용하였으며, 집적판인 원형 드럼은 회전속도를 50rpm으로 일정하게 조절하였다. 전기방사에 사용된 방사용 주사기는 6ml 용량으로서 팁의 내경이 0.686mm(외경 1.067mm)인 것을 사용하였다. PEI 나노섬유를 제조하기 위한 조건은 선행연구에서 도출된 최적 조건으로, 방사용액의 농도는 15wt%이며, 사용된

전압은 15kV, 집적 거리는 20cm로 고정하여 방사하였다.

플라즈마 장치는 베큘사이언스사의 플라즈마 장치를 사용하였고 플라즈마 carrier 기체로 O<sub>2</sub> 가스를 사용하였다. 실험순서는 먼저 계를 진공으로 만든 후 99.9%의 O<sub>2</sub>가스를 플라즈마 전력 및 처리시간을 조절하여 표면을 처리하였다. 이때 O<sub>2</sub> 유속은 10sccm으로 일정하게 하여주었고, 전력은 5W, 10W, 15W, 20W, 처리시간은 50, 100, 150, 200sec로 조절하였다.

### 2.3 측정 및 분석

플라즈마 처리된 PEI 웹의 표면 모폴로지 변화를 관찰하기 위해 SEM을 이용하여 미세구조 변화를 관찰 하였다. 표면의 화학적 변화를 알아보기 위하여 XPS를 이용하여 관찰하였고, 친수성의 정도를 평가해 보기 위해서 물과 메틸렌요오드(CH<sub>2</sub>I<sub>2</sub>)에 대한 접촉각을 측정하였다.

## 3. 결과 및 고찰

Fig. 1은 O<sub>2</sub> 전압과 시간을 변화시켜 플라즈마 처리한 후의 PEI 표면의 관찰한 결과이다. 플라즈마 처리 전후의 PEI 웹의 표면미세구조를 SEM으로 관찰하면 표면의 직경이 가는 섬유들이 끊어져 있는 것을 관찰할 수가 있다. 이것은 전기방사된 섬유의 직경이 나노미터 수준으로 매우 가늘기 때문에 플라즈마 에칭에 의해 절단된 결과로 판단된다.

Fig. 2는 공정변수인 O<sub>2</sub>의 전압과 시간에 따른 PEI 웹의 표면에 화학조성을 XPS를 이용하여 분석한 결과이다. 미처리한 경우에 O<sub>2</sub>에 의한 피크(550~570eV)가 작게 나타나는 반면에 플라즈마 처리한 후에는 약 22000정도로 피크가 크게 증가한 것을 관찰할 수 있었다. 이것은 O<sub>2</sub> 플라즈마에 의해 발생된 라디칼로 인하여 PEI 웹의 표면에 친수성기가 도입됨에 따른 결과로 판단된다.

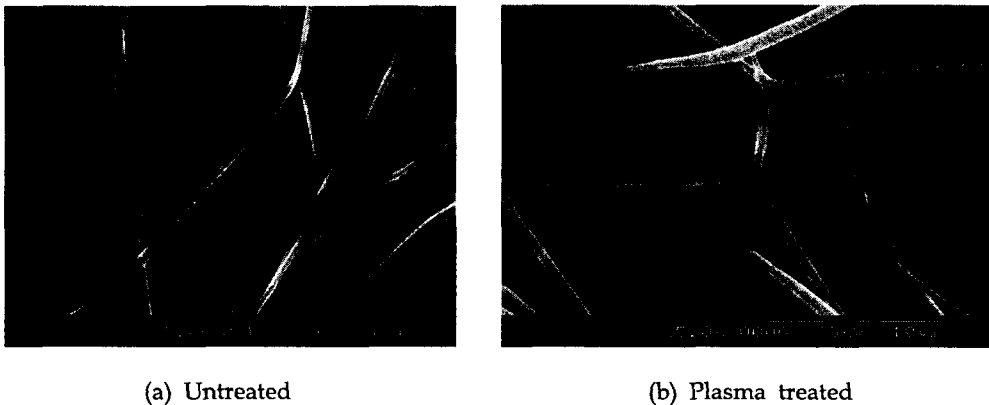
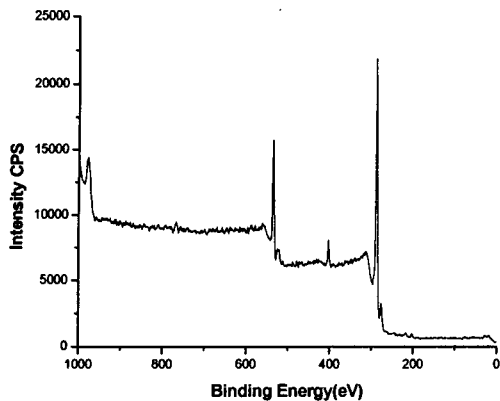
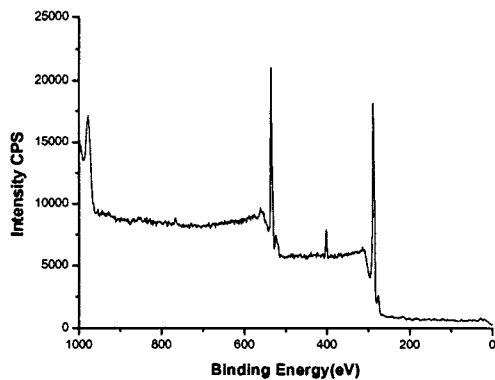


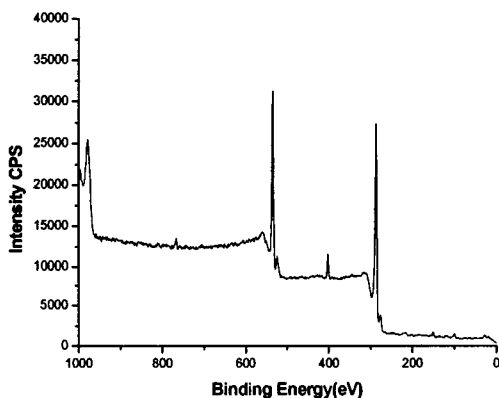
Figure 1. SEM microphotographs of the electrospun PEI web



(a) Untreated



(b) Effect of treating time : 10W, 200sec



(c) Effect of plasma power : 20W, 100sec

Figure 2. XPS spectra of the O<sub>2</sub> plasma-treated PEI web

Table 1은 플라즈마 표면처리 전후의 물에 대한 동적 접촉각을 측정한 결과이다. Table 1은 플라즈마 처리시간에 따른 접촉각의 영향을 나타낸 것으로 전반적으로 플라즈마 처리에 의한 젖음성이 향상됨을 확인 할 수 있었다. 처리조건이 10W, 50sec로 비교적 약한 처리조건에서는 접촉각이 나타나지만 처리시간 증가에 따라 젖음성이 크게 향상되는 것을 물 접촉각에서 관찰할 수 있었다. 이것은 XPS의 결과에서 570eV 부근의 O와 관련된 피크가 크게 생성되어 PEI의 표면에 산소 성분이 도입되어 PEI 웹의 표면에 친수성기가 증가하여 나타나는 현상으로 플라즈마 처리를 이용하여 웹의 표면이 소수성에서 친수성으로 개질되었음을 확인할 수 있다.

Table 1. Water contact angles of the O<sub>2</sub> plasma-treated PEI web

	Untreated	10W, 50sec	10W, 100sec	10W, 150sec	10W, 200sec
Distilled water	88.50	8.69	0	0	0
Methylene iodide	26.84	64.34	0	0	0

#### 4. 결론

전기방사법으로 제조된 PEI 웹의 표면을 산소 플라즈마로 처리하여 표면개질한 결과 처리시간의 증가함에 따라, 처리 전압이 증가함에 따라 친수성기가 증가됨을 XPS를 이용하여 상대적인 정도를 알아 볼 수 있었다. 또한 SEM을 이용하여 웹의 표면을 관찰한 결과 플라즈마 처리에 의해 웹을 형성하는 섬유는 절단이 일어남을 관찰 할 수 있었다. 이는 전기방사된 섬유가 나노 수준의 직경을 가지므로 플라즈마 에칭에 의해 절단되기 때문으로 판단된다. 접촉각을 통하여 플라즈마 처리에 의한 표면의 개질 정도를 관찰하여 본 결과 약간의 처리에도 쉽게 젖음성이 향상됨을 확인 할 수 있었다. 따라서 본 실험결과 전기방사로 제조된 나노섬유를 갖는 소수성의 PEI 웹을 플라즈마 처리하여 친수성의 표면 특성을 갖는 웹으로 표면개질할 수 있음을 알 수 있었다. 플라즈마 처리 정도를 변화시키면 웹의 친수성의 정도를 조절하여 원하는 친수성을 갖는 웹을 제조할 수 있다.

#### 참고문헌

1. Ruoh-Chyu Ruan. et al., "Oxygen/nitrogen separation by polybutadiene/polycarbonate composite membranes modified by ethylenediamine plasma", *J. Membrane Sci.*, 138, pp 213-220, (1998)
2. H. Yasuda., "Plasma for modification of polymer", *J. Macromol. Sci-Chem.*, A10(3), pp 383-420 (1976)
3. J. Doshi and D. H. Reneker, "Electrospinning Process and Applications of Electrospun Fibers", *J. Electrostatics*, 35, pp.151-160(1995).
4. K. V. Peinemann, J. F. Maggioni, and S. P. Nunes, "Poly(etherimide) Membranes Obtained from Solution in Cosolvent Mixtures", *Polymer*, 39(15), pp.3411-3416(1998).