

고내열 POF용 클래드 재료 제조(II)-Methacrylic Acid 첨가 효과

박은주, 김진봉*, 이무성*

전남대학교 광소재부품연구소, *전남대학교 응용화학공학부

Preparation of Cladding Polymers for Heat Resistant Plastic Optical Fiber(II)-Effect of Addition of Methacrylic Acid

Eun Ju Park, Jin bong Kim*, Moo Sung Lee*

Center for Photonic Materials & Devices, Chonnam National University, Kwangju, Korea

*Department of Applied Chemistry, Chonnam National University, Kwangju, Korea

1. 서론

전보[1]에서 PMMA 코어 플라스틱 광섬유의 클래드 재료로 사용하기 위하여 MMA/불소계메타크릴레이트(FAMA) 공중합체를 제조하고 FAMA 종류 및 함량에 따른 굴절률, 내열성의 변화를 살펴 보았다. FAMA의 함량이 증가함에 따라 굴절률은 효과적으로 낮출 수 있었으나 유리전이온도와 계면 접착력은 감소하여 내열성 및 PMMA와의 계면 접착력을 향상시킬 수 있는 새로운 화학구조의 클래드 재료 설계가 필요하였다. 본 연구에서는 분자간 상호 작용을 유발시킬 수 있는 메타크릴산(methacrylic acid, MAA)을 첨가하였을 경우 계면 접착력 변화에 대하여 연구하였다.

2. 실험

2.1. 재료

개시제 AIBN, 감압정제된 THF 용매에 MMA, 2,2,2-trifluoroethyl methacrylate(TFEMA), MAA를 N₂, 60°C, 12hr조건에서 용액중합 후 n-hexane으로 침전하여 얻은 고분자를 진공 건조하였다. 중합된 고분자의 공중합 조성, 분자량, 굴절률, MAA의 함량과 열분석은 각각 ¹H-NMR, GPC, prism coupling 법, 적정법과 DSC로 분석하였으며 특성은 Table 1에 나타내었다. 시료는 사용전까지 50°C, 진공 조건에서 충분히 건조하였다.

Table 1. Properties of TFEMA/MMA/MAA(80/20/X) series

Sample No.	Molecular weight (Mn)	Molecular weight (Mw)	Refractive Index	MAA concentration	Tg(°C)
80/20/0	47964	165566	1.4236	-	66.1
80/20/3	62167	251043	1.4243	3.39	85.0
80/20/5	68975	265945	1.4252	6.03	92.5
80/20/10	88516	412457	1.4279	10.4	100.5

2.2. 계면접착력 실험

계면 접착력 측정을 위해 먼저 용융압착으로 제조한 두께 1mm 크기의 PMMA 판 위에 1)20wt% 고분자 용액을 5 μ m의 두께로 스핀 코팅한 경우(직접 코팅)와, 2)유리판에 코팅 후 벗겨낸 박막을 150°C에서 30sec동안 부착(열부착)한 계면접착력 시편을 각각 제작하였다. 계면 변화는 cross-hatch adhesion

testing법[2]를 실시한 후 광학현미경으로 관찰하였다. PMMA판의 표면이 계면 특성에 영향 주는 것을 방지하기 위해 170℃/30min 열처리하였다.

3. 결과 및 고찰

TFEMA/MMA에 MAA를 첨가할 경우 굴절률은 1.42~1.43정도로 거의 변하지 않았으며 MAA 함량이 증가할수록 Tg는 증가하였다(Table 1). 이는 80/20 TFEMA/MMA에 도입된 MAA가 분자간 상호작용을 통해 분자의 움직임을 효과적으로 억제하고 있음을 의미한다.

PMMA판에 직접 코팅하여 충분히 진공 건조(50℃/6days)한 경우와 열부착한 경우의 계면 접착력 변화를 보여주는 광학현미경 사진을 Figure 1에 나타내었다. 직접 스핀 코팅한 경우 용매의 효과로 PMMA판과 클래드 재료 사이의 계면이 불명확해졌고 이로 인해 부착력이 우수하게 평가되었다. 용매의 효과를 제거하여 박막을 제조한 열부착 시료의 경우 MAA첨가 전에는 넓은 부분에서 박막이 분리가 일어났으나 MAA가 증가함에 따라 PMMA와 박막 계면은 MAA=10에서 거의 탈리 현상이 보이지 않았다.

Figure 1. Result for cross hatch testing

	MAA=0	MAA=3	MAA=5	MAA=10
solution coating (×100)				
heat adhesion (×50)				

4. 결론

80/20 TFEMA/MMA에 MMA를 첨가하는 경우 굴절률 변화없이 유리전이온도가 상승하였다.

cross cut hatch법을 이용한 부착력 시험에서는 PMMA판에 클래드 재료를 직접 스핀 코팅한 경우 MAA 효과를 관찰하기 어려웠으나 두 재료를 열 부착한 경우 MAA 증가에 따라 박막 이탈현상은 거의 관찰할 수 없어 MAA가 계면접착력 향상에 기여함을 알 수 있었다.

결국, 고내열 POF 제조시 클래드 재료의 내열성과 코어와의 계면 부착력을 높이기 위해서는 분자간 상호작용을 유발할 수 있는 제 3의 단량체 도입이 필요함을 확인하였다.

감사의 글: 본 연구는 산업자원부 차세대신기술개발 사업인 "합성수지 광섬유 개발" 사업의 지원에 의해 수행되었음.

5. 참고문헌

1. M. J. Jung, Y. F. Kim, J. B. Kim, M. S. Lee, M. Y. Jin, M. Park, "Preparation of Cladding Polymers for Heat Resistant Plastic Optical Fiber", *J. Kor. Fib. Soc.*, **40**(4), 355-340(2003)
2. J. Robinson, "Adhesion Testing of Coating on Steel", www.corp.indgalv.com.au/cm magazine/0501/may013.pdf, 2001