

## Nylon6 / AgO 복합섬유의 연신 및 열처리에 따른 미세구조와 물성

김동환, 이선희, 정호규\*, 조현혹  
 부산대학교 섬유공학과, \*(주)효성 섬유연구소

### The fine structure and physical properties of Nylon6/AgO bicomponent fiber on drawing and annealing

**Donghwan Kim, Sunhee Lee, Hokyu Jung\*, Hyunhok Cho**  
 Department of Textile Engineering, Pusan National University, Busan, Korea,  
 \*Fiber R&D Center, Hyosung Corporation, Anyang Korea

#### 1. 서론

고분자 물질은 여러 가지 물질과 복합체를 형성하여 물리적 성질을 향상시켜왔다. 특히 유·무기 물질의 복합체는 의류용, 산업용 차원에서 관심이 증대되고 있으며, 유·무기 입자가 첨가된 고분자 복합소재는 고분자 매트릭스에 기계적, 열적 특성을 향상시킬 뿐만 아니라 이들의 다양한 기능을 부여할 수 있다.[1]

최근 수 십 년 동안 자연 오염문제로 인하여 섬유분야에서도 항균 처리가 관심이 증대되고 있다. 지금까지의 항균제 처리 방법은 항미생물 가공제를 섬유표면에 흡착 고정시키는 방법과 합성섬유 제조단계에서 항미생물 가공제를 고분자 중합체에 혼입하여 단일방사로 항미생물 가공제를 섬유내부에 함유시키는 방법 등이 사용되어져 왔다[2]. 특히 은은 독성이 매우 적고 열 안정성이 높기 때문에 합성섬유에 쉽게 혼입하여 항균성을 나타낼 수 있다. 본 연구자들은 앞선 연구[3]에서 Figure 1의 (b)와 같이 sheath/core 형태로 복합섬유를 제조하여 높은 항균력을 나타내는 것을 확인하였다.

연신 및 열처리는 배향성을 가진 고분자 물질의 결정화 공정에서 매우 중요한 단계 중 하나이다. 그러므로 연신 및 열처리에 따른 분자 배향성, 결정화 거동 등 구조적인 변화와 기계적 물성 등에 관한 연구가 활발하게 이루어지고 있다. 따라서 본 실험에서는 산화은이 함유된 나일론 6을 sheath 부분에 배치하고 복합방사한 것과 단일방사한 것의 항균도를 조사하고 연신 및 열처리를 통하여 미세구조의 변화 결정구조와 배향도 및 기계적 물성의 변화를 검토하였다.

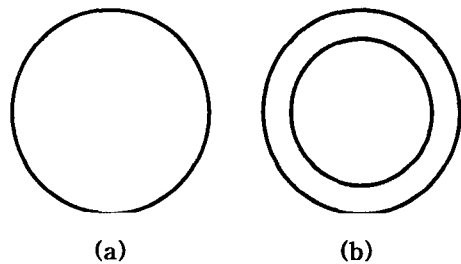


Figure 1. The scheme of cross-section shape in mono and sheath/core type.

#### 2. 실험

##### 2.1 nylon 6/ 산화은 섬유의 제조

###### 2.1.1 용융방사

나일론 6에 산화은을 master batches를 행하여 나일론 6-산화은복합체(이하 N6-AgO M.B.)칩을 얻었다. 이 칩을 사용하여 N6-AgO M.B.는 sheath 부분에, 단성분 nylon6은 core 부분에 배치하여 복합방사하여 섬유화하였다. 이 때의 성분비는 N6-AgO M.B.에 따라 전체 AgO 함량비를 Table 1과 같

이 하였다. 방사를 행하기에 앞서 100℃에서 24시간동안 수분을 완전히 제거하였다. 그리고 2종류의 폴리머를 방사구금내에서 동심원상으로 합류하게 하여 직경이 1.0mm인 노즐을 통해서 총 토출량을 5.4 g/min, 토출량비 (sheath:core) 1:1로 유지하여 복합 방사하였으며 이때 방사온도는 270℃이었다. 토출된 폴리머는 권취장치에 의해 1km/min의 속도로 권취하였다.

**Table 1.** The composition of N6-AgO/N6 M.B

Composition (sheath/core)	AgO contents (wt%)
N6/N6	0
M1/N6	0.5
M2/N6	1.0
M3/N6	1.5

**2.1.2 연신 및 열처리**

권취속도 1km/min로 방사한 Nylon6/AgO 섬유를 수동 연신기를 이용하여 80℃의 온도에서 60mm/min의 속도로 연신하였고, 연신 된 시료를 정상상태로 100, 130, 160, 190℃의 각 온도에서 60

**Table 2.** Sample name

AgO contents (wt%) Annealing temp.(℃)	Mono type				Bicomponent type			
	0	0.5	1	1.5	0	0.5	1	1.5
100	m1	m2	m3	m4	s1	s2	s3	s4
130	m5	m6	m7	m8	s5	s6	s7	s8
160	m9	m10	m11	m12	s9	s10	s11	s12
190	m13	m14	m15	m16	s13	s14	s15	s16

분간 열처리하여 열처리 효과에 따른 시료를 준비하였고, **Table 2**에 각각의 샘플명을 명기하였다.

**2.2. 섬유의 미세구조와 물성 평가**

**X-선회절 분석 :** Rigaku사의 D/max-III-A형의 X-선 회절장치로 Ni 필터로 여과한 CuKα선을 이용하여 적도선 방향의 광각 X선 회절 강도 분포곡선을 5°에서 40°까지 얻었다.

**열적 특성 :** 각 시료의 열적 특성을 알아보기 위하여 시차주사열량계(Seiko DDD 220C)를 이용하여 측정하였다. 시료무게는 3mg으로 하였고, N<sub>2</sub> 분위기하에서 측정하였다. 승온 속도는 20℃/min로 하였고 -50℃에서 300℃까지 측정하였다.

**인장강신도 측정 :** 섬유의 기계적 물성을 평가하기 위하여 인장 시험기 (Universal testing machine series 1000)를 이용하여 시료길이 20mm , 인장속도 20mm/min의 조건으로 측정하였다.

**복굴절률 측정 :** 복굴절률의 측정은 편광현미경 (Eringhaus tilting compensator)을 이용하여 시료의 지연시간과 직경을 측정하여 구하였다.

단면 분석 : 분산 정도와 단면의 특성을 알아보기 위해 SEM(Hitachi S-4200)을 이용하여 관찰하였다.

항균도 측정 : 항균처리된 섬유의 항균성은 shake flask법[4]을 이용하여 감균율로 평가하였으며, 사용된 공시균은 그람 양성균 Staphylococcus aureus(ATCC 6538)와 그람 음성균 Klebsiella pneumoniae(ATCC 4352)을 사용하였다.

$$\text{항균도(감균율, \%)} = \frac{A-B}{A} \times 100$$

A : 초기 생균수 평균

B : 24시간 후 생균수 평균

### 3. 결과 및 고찰

Figure 2는 열처리 온도에 따른 산화은이 0.5% 혼입된 복합방사 섬유의 X-선 회절피크를 나타낸 것이다. 나일론 6의 X-선 회절피크는  $\alpha$ -결정에 있어서 (200), (002+202)이 각각  $2\theta=20.5^\circ$ 와  $24^\circ$ 에서,  $\gamma$ -결정은 (200)이  $2\theta=21.5^\circ$ 에서 나타난다고 알려져 있다. 열처리 온도가 증가함에 따라 (200)면의 피크 강도가 조금씩 강해지고  $\alpha$ -결정으로 전이가 일어나지 않고  $\gamma$ -결정이 계속 우세함을 볼 수 있다.

Figure 3은 산화은의 함량에 따른  $190^\circ\text{C}$ 에서 열처리한 복합방사된 나일론 6 섬유의 X-선 회절피크를 나타낸 것이다. 산화은의 함량에 따라 피크의 강도가 낮아짐을 볼 수 있었다.

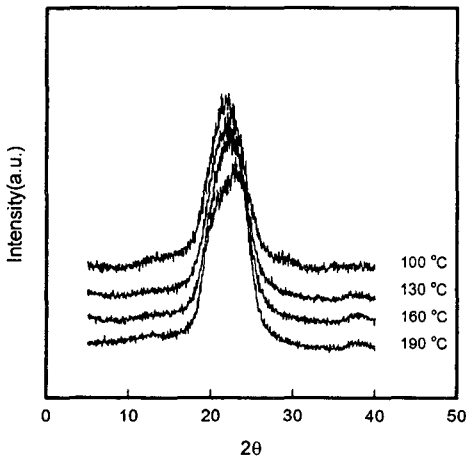


Figure2 WAXD equatorial scans for N6-AgO(0.5%)/N6 drawn fiber at various annealing temperatures.

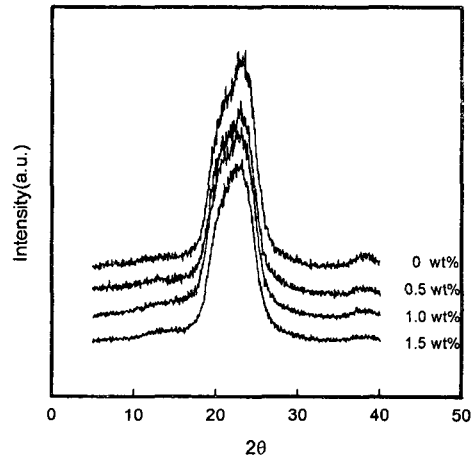


Figure3. WAXD equatorial scans for N6-AgO/N6 drawn and annealed fiber at various AgO contents.

Figure 4는 열처리 온도에 따른 산화은이 0.5% 들어간 복합방사 섬유의 DSC thermogram을 나타낸 것이다. 열처리 온도가 증가함에 따라 용점이 조금씩 증가함을 알 수가 있었다.

Figure 5는 열처리 온도에 따른 산화은이 0.5% 들어간 복합방사 섬유의 S-S곡선을 나타낸 것이다. 열처리 온도가 증가함에 따라 강도는 증가하고 신도는 감소함을 볼 수 있었다.

Figure 6은 Staphylococcus aureus ATCC 6538의 균을 사용하여 초기 생균수와 산화은이 0.5% 들어간 섬유의 24시간후의 균수를 사진으로 나타낸 것이다. sheath 부분에 산화은을 넣어 복합방사된 섬

유는 99.8% 이상의 좋은 항균 작용을 나타냄을 알 수 있다.

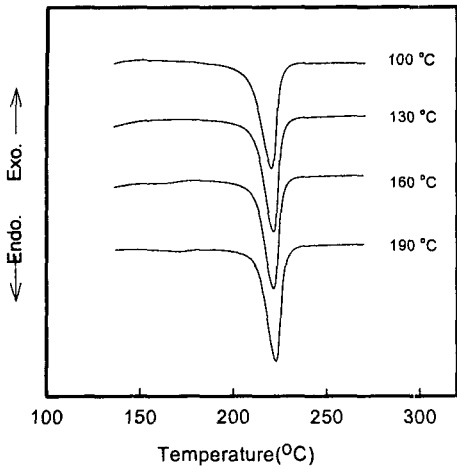


Figure 4. DSC thermograms of N6-AgO (0.5%)/N6 drawn fibers annealed at various temperatures.

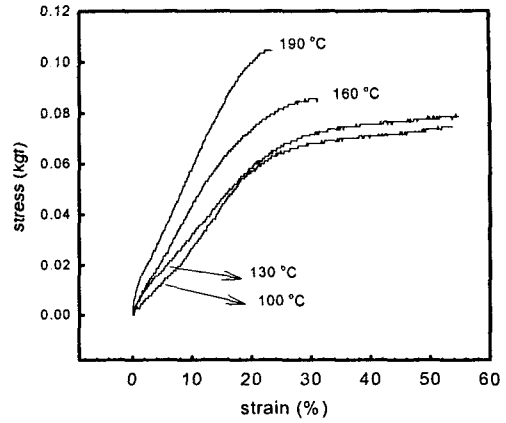
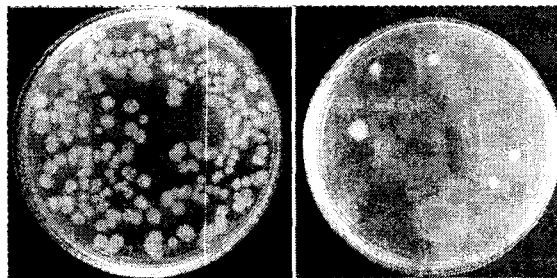


Figure 5. Stress-strain curves of N6-AgO(0.5%)/N6 drawn fibers annealed with various temperatures.



(a) Initial (b) 0.5% AgO  
Figure 6. Antimicrobial activity of N6-AgO (0.5%)/N6 fiber.

#### 4. 참고문헌

1. T.J. Pinnavaia and G.W.Beall, Polymer-Clay Nanocomposites, 2000 John Wiley & Sons Ltd.
2. J. M. Lee, J. W. Kim, K. J. Kim, K. Koo, 纖維加工學, 螢雪出版社, Seoul, Korea, 1998.
3. D. H. Kim, S. H. Lee, H. K. Jung, H. H. Cho, "The chracterization Nylon6/AgO Nanocomposites Fiber", Proceedings of Vision of the Textile and Fashion Industry, 441(2002).
4. AATCC TECHNICAL MANUAL, American Association of Textile Chemists and Colorists ,75, 2000.