

Poly(L-lactic acid) 첨가가 폴리프로필렌 섬유의 미세결정 구조에 미치는 영향

박경철, 김정철*, 김영호

송실대학교 유기신소재·파이버공학과 및 서울대학교 지능형텍스타일 연구센터, *한국생산기술연구원 부품소재팀

Effect of Mixing of Poly(L-lactic acid) on the Microcrystalline Structure of Polypropylene Fiber

Kyung Chul Park, Jeong Cheol Kim*, and Young Ho Kim

Department of Organic Materials and Fiber Engineering, Soongsil University, Seoul 156-743, Korea

*Materials and Parts Team, Korea Institute of Industrial Technology, Gwangju 500-460, Korea

1. 서론

isotactic polypropylene (iPP) 고분자로부터 생산되어지는 PP 섬유는 가격이 싸고 기계적 물성이 우수하며, 가볍고 보온성이 뛰어나다. 또, 대부분의 용제에 용해되지 않아 내화학약품성과 내오염성이 있다. 그러나, PP 섬유는 용점이 167°C로 낮고, 소수성으로 인해 염색이 되지 않기 때문에 의류용으로 사용하는 데 제약이 따른다. 이러한 PP 섬유의 염색성을 개선하기 위하여 PP 수지의 개선, 새로운 염료의 개발, 각종 첨가제 개발 등 여러 분야에서 많은 연구가 진행되어 왔다. 이러한 여러 방법들 중에서 첨가제를 사용하여 PP에 염색성을 부여하는 방법이 우수하고 공업적으로 쉬운 방법이다.

본 연구에서는 지방족 폴리에스터 고분자인 poly(L-lactic acid)(PLA)를 PP 섬유 방사시 첨가하여 PP 섬유에 염색성을 부여하고자 하였으며, PLA를 첨가함에 따라 PP 섬유의 미세결정 구조가 어떻게 변하는가를 검토하였다. 이를 위하여 PLA가 혼합된 PP 섬유를 직접 방사하고, 방사된 섬유의 열분석, X-ray 분석 등을 통해 PLA의 혼합에 따른 PP 섬유의 미세결정 구조 변화를 분석하였고, 분산염료에 의한 염색성 변화를 검토하였다.

2. 실험

2.1. 시료

MI 24인 PP 칩에 PLA를 몇 가지 비율로 혼합한 후 260°C에서 용융방사하여 75 denier/36 filament 섬유를 제조하였다. 이들 섬유는 PPL_x로 나타내었는데, 여기서 x는 PLA의 함량(wt%)을 나타낸다. 이 섬유 중 일부는 편물로 제조하였고, 일부는 200°C에서 용융 압착시킨 후 얼음물에 급냉하여 두께 200 μm인 필름으로 만들어 실험에 사용하였다.

2.2. 인장 강신도 측정

Hounsfield H10KS 만능재료시험기를 사용하여, 파지거리 25cm, crosshead speed 300mm/min.의 조건에서 섬유 시료를 10회씩 측정하여 평균을 구하였다.

2.3. Synchrotron Wide Angle X-ray Scattering (WAXS) 측정

포항가속기연구소 Beamline 4C2의 Synchrotron X-ray source (E=8.98keV, wavelength=1.381 Å)를 광원으로 하고, two-dimensional CCD detector (resolution 1042×1042 pixel)를 사용하여 상온 및 2°C/min.로 승온하면서 WAXS 측정하였다. 이때 X-ray 노출 시간은 2초(섬유), 또는 5초(필름)로 하였다.

2.4. IR 및 열분석

FT-IR(Bioread FTS-3000 Spectrometer)을 사용하여 scan수 1000, resolution은 4cm⁻¹로 하여 ATR 법으

로 IR 스펙트럼을 얻었으며, Perkin-Elmer DSC-7을 사용하여 질소기류 하에서 5°C/min.의 승온속도로 열적 성질들을 분석하였다.

3. 실험결과 및 고찰

PLA 함량이 다른 PPLx 섬유를 200°C에서 용융시키고 급냉하여 얻은 필름을 시료로 하여, DSC에서 5°C 속도로 승온시키면서 얻은 곡선으로부터 T_m 및 ΔH_m 을 구하여 이를 Fig. 1에 나타내었다. PLA 함량이 변하더라도 T_{m1} 및 T_{m2} 는 크게 변하지 않아 용융온도는 거의 비슷하였다. 그러나, PLA 함량이 증가함에 따라 ΔH_m 은 점차 감소하여 PP의 결정화도가 감소함을 알 수 있다. PP와 PLA의 용융온도는 서로 비슷하기 때문에 이들 ΔH_m 값에는 PLA 용융열도 포함되어 있어 실제 PP의 결정화도는 Fig. 1 보다 더 심하게 감소하였다고 판단할 수 있다. PLA 첨가에 의해 PP 결정화도가 감소하여 PP 섬유의 비결정 영역이 많아지고, 이에 따라 염료가 침투할 수 있는 공간을 제공함으로써 PP 섬유의 염색성 향상에 도움이 될 것으로 판단된다.

용융 압착후 급냉(Q)시킨 PP와 PPL7 및 이들을 130°C에서 1시간 열처리시킨 시료들(130)의 2D WAXS 패턴을 얻고, 이들 2D WAXS 패턴에서 회절 강도를 2 θ 방향으로 적분시켜 얻은 1D WAXS 프로파일을 Fig. 2에 나타내었다. 먼저 PP를 급냉시켜 얻은 시료 PP(Q)의 곡선은 PP의 β 형 결정 구조를 보이고 있다. 그런데 PPL7 프로파일에는 PP(Q)에는 없는 shoulder 형태의 작은 피크가 16.7° 부근에서 나타나고 있다. 이 위치는 PLA 결정에 의해서 피크가 나타나는 곳이다. 따라서 이 shoulder가 PLA에 기인하는 것인지, 아니면 다른 요인에 기인하는 것인지 확인하기 위하여 PPL7(Q)에서 PP(Q)를 뺀 차감 프로파일을 구하여 Fig. 2에 같이 나타내었다. 이 차감 곡선을 보면 PLA를 130°C에서 열처리시킨 PLA(130)보다는 PP를 130°C에서 열처리시킨 PP(130) 곡선, 즉 PP의 α 형 결정에 의한 프로파일과 같다. 이런 결과에서 PPL7(Q) 결정은 급냉 PP(Q)의 β 형 결정에 α 형 결정이 합쳐져 있다고 판단할 수 있다. 즉, PP에 PLA가 혼합되는 경우 급냉후 열처리과정에서 PLA가 PP의 결정 형성에 영향을 미쳐 PP의 β 형 결정보다 α 형 결정 생성을 촉진시킨다는 것을 알 수 있었으며, 이런 사실은 PPLx 시료들을 승온시키면서 WAXS 분석한 결과에서도 같게 나타났다.

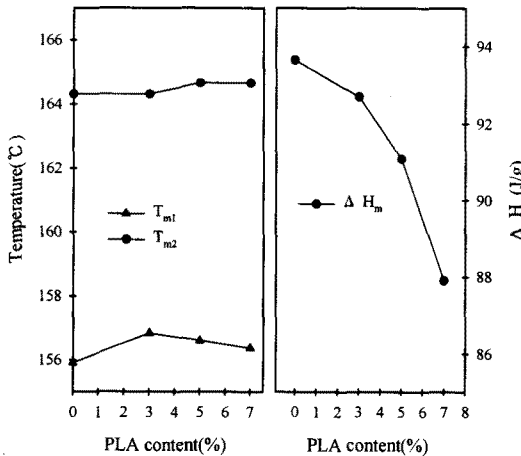


Fig. 1. Changes in T_{m1} , T_{m2} , and ΔH_m of melt-quenched PPLx films with PLA content.

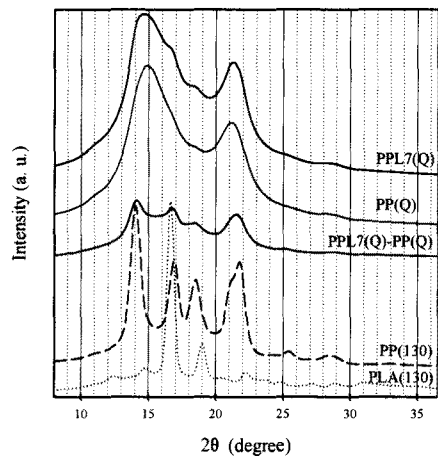


Fig. 2. WAXS profiles of melt-quenched (Q) and annealed (130) PPLx films.

4. 참고문헌

1. A. Martorana, S. F. Piccarolo, and D. Sapoundjieva, *Macromol. Chem. Phys.*, 1999, **200**, 531.
2. A. Seves. T. D. Marco, and A. Siciliano., *Dyes and Pigments*, 1995, **28**, 19.