

폴리락타이드/실리카 복합체 제조 및 특성 평가

이병익, 임균택, 이무성
전남대학교 응용화학공학부

Preparation and Characterization of PLA/silica composites

Byung Ick Lee, Gyun Taek Lim and Moo Sung Lee

Faculty of Applied Chemical Engineering, Chonnam National University, Gwangju, Korea

1. 서론

본 연구에서는 불규칙한 형상의 파쇄 실리카를 다양한 관능기를 지닌 실란 커플링제로 처리할 경우, 실란 처리 여부 및 실란 커플링제의 종류, 첨가된 실리카 함량에 따라 폴리락타이드/실리카 복합체의 물성 (분자량, 동적 역학특성, 용융점도거동, 결정화도)이 어떻게 달라지는가를 연구하였다.

2. 실험

2.1 재료

본 연구에 사용된 폴리락타이드 (PLA)는 Dow carginll의 PLA 4032D로 실리카와 용융혼합하기 전에 80°C 진공조건에서 충분히 건조하였다. 무기충진제로는 불규칙한 형상의 2.2 μ m 크기의 (주) SAC의 파쇄실리카를 사용하였고, 용융혼합 전에 120°C 진공에서 충분히 건조하였다. 실리카의 표면처리에 사용한 실란 표면처리제는 미국 Dow Corning의 제품으로 관능기의 종류에 따른 표면처리 효과를 살펴보기 위하여 말단기에 아민, 에폭시 등이 도입된 N- β -(Aminoethyl)-g-aminopropyl-Trimethoxysilane (APTS), g-Methacryloxypropyltrimethoxysilane (MPTS) g-Glycidoxypropyltrimethoxysilane (GPTS)를 사용하였다. 용융혼합 동안 발생하는 PLA의 분자량 저하를 방지하고 열 안정성을 높이기 위하여 Ciba®의 Irganox 1076을 열안정제로 사용하였다.

2.2 폴리락타이드/실리카 복합체 제조

침지법 (dipping method)을 사용하여 실리카의 표면을 실란 커플링제로 처리하였다. PLA/실리카 복합체는 Haake Rheomixer 600을 이용하여 190°C의 온도에서 70rpm의 로터속도로 7분간 용융혼합하여 제조하였고, DMA, SEM, rheometer, DSC를 이용하여 물성을 측정하였다. 실리카의 함량은 10phr로 고정하였다.

3. 결과 및 고찰

Figure 1은 Haake internal mixer를 이용하여 용융혼합방법으로 제조한 PLA/파쇄실리카 복합체의 SEM 사진이다. 불규칙한 형태의 파쇄실리카 입자는 PLA 매트릭스에 골고루 분산된 상태로 존재한다. 실란이 처리되지 않은 파쇄실리카와 MPTS로 처리된 파쇄실리카가 첨가된 경우에는 매트릭스와 실리카 입자 사이에 미세한 틈이 존재한다. 그러나 GPTS와 APTS로 처리된 파쇄실리카가 첨가된 경우에는 매트릭스와 실리카 입자 사이에 어떠한 미세한 틈도 발견되지 않는다. 이로부터 MPTS와 APTS가 PLA와 파쇄실리카의 계면접착력을 높이는 데 기여하고 있음을 확인할 수 있다.

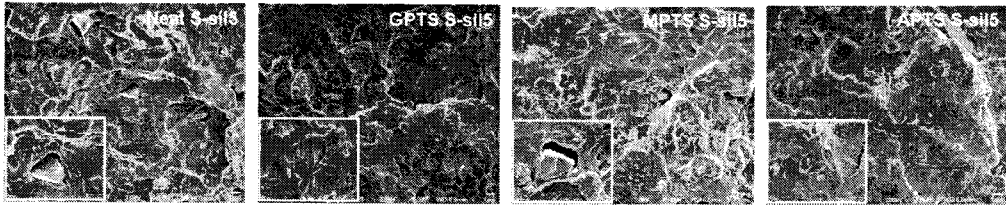


Figure 1. SEM micrographs of PLA/modified S-sil5 composites

Rheometer를 이용하여 complex viscosity ($|η^*|$)를 측정된 결과 실란처리를 하지 않은 경우와 APTS 처리한 경우에는 $|η^*|$ 가 증가하였으나, GPTS와 MPTS를 처리한 경우에는 오히려 $|η^*|$ 가 감소하였다. 이는 파쇄실리카에 의한 PLA의 분자량 저하와 GPTS와 MPTS에 의한 가소화 효과가 복합적으로 작용한 결과로 판단된다.

DSC로 복합체의 열특성을 분석한 결과, 파쇄실리카를 첨가한 경우에 PLA의 냉결정화 온도가 낮아짐을 확인할 수 있다. 이로부터 파쇄실리카의 첨가에 의해 PLA의 결정화속도가 다소 빨라짐을 알 수 있다. 그러나, 실란 처리에 따른 결정화 속도의 차이는 그리 크지 않았다.

Figure 2는 PLA/실리카 복합체의 저장탄성계수가 상승한 정도를 Kerner 모델과 비교한 결과이다. Figure 2를 보면 파쇄실리카의 첨가에 의해 저장탄성계수가 Kerner 모델로 계산한 값보다 10~20%이 상 큰 값이 얻어지는데 이는 파쇄실리카의 형태가 구형이 아니기 때문에 생기는 형태 효과 때문으로 보인다.

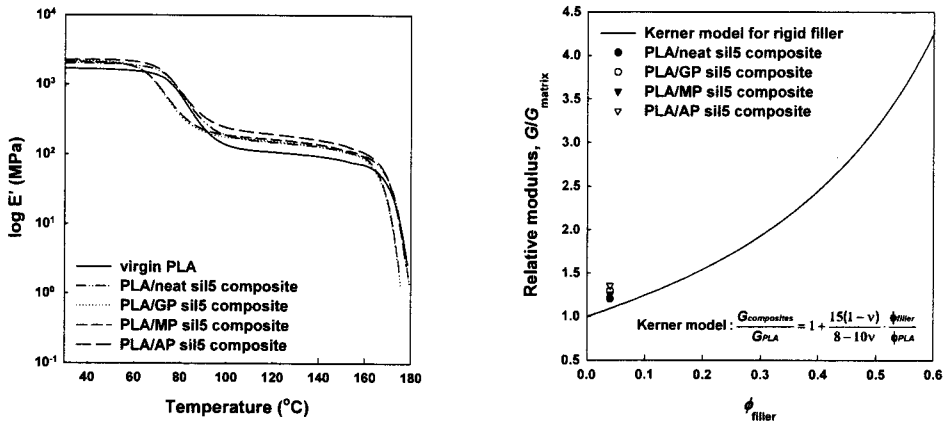


Figure 2. Effect of surface treatment on $E'_{\text{composite}}/E'_{\text{matrix}}$. Solid line is the result obtained from the Kerner model.