

# 나노섬유의 제조와 응용 및 한국의 차세대 섬유산업

이재락\*, 박수진\*, 김효중\*, 정효진\*, 지승용\*, 김준현\*\*.

## Fabrication and Application of Nano-Fibers for Korean Post-Textile Industry

Jae-Rock LEE\*, Soo-Jin PARK\*, Hyo-Joong KIM\*, Hyu-Jin CHUNG\*, Seung-Young JI\*,  
Joon-Hyun KIM\*\* .

**Key Words:** Fabrication, Application, Nano-Fiber, Korea, Textile.

### Abstract

In this work, poly(ethylene oxide) nanofibers were fabricated by electrospinning to prepare nanofibers-reinforced composites. And the PEO powders-impregnated composites were also prepared to compare with physicochemical properties of nanofibers-reinforced composites. Morphology and fiber diameter of PEO nanofibers were determined by SEM observation. Mechanical interfacial properties of the composites were investigated in fracture toughness tests and interlaminar shear strength (ILSS) test. As a result, the fiber diameter decreased in increasing applied voltage. However the optimum condition for the fiber formation was 15 kV, resulting from increasing of jet instability at high voltage and the prepared PEO nanofibers were useful in fiber reinforced composites. The PEO-based nanofibers-reinforced composites showed an improvement of fracture toughness factors ( $K_{IC}$  and  $G_{IC}$ ) and ILSS, compared to the composites impregnated with PEO powders. These results were noted that the nanofibers had higher specific surface area and larger aspect ratio than those of the powder, which played an important role in improving the mechanical interfacial properties of the composites.

### 1. 서론

한국은 지난 40여 년간 세계 5위의 섬유 생산국으로서 발돋움 해왔다. 그러나 최근에 기술개발의 미진과 인건비의 상승 등으로 중국, 인도 등의 후발개도국에 비하여 상당한 열세에 처하고 있다. 이러한 사정을 먼저 경험한 미국, 유럽 및 일본 등에서는 각종 기능성 나노섬유의 제조 및 응용으로 고부가가치화를 달성함으로써 이를 극복하고자 상당한 연구비를 투입하여 이에 대한 대처를 하고 있다. 한국에서도 지난 4년 동안 이

에 대한 일부 연구개발 투자가 이루어져왔으나 아직은 상당히 미미한 수준이다. 이에 대한 인식을 제고하고자 나노섬유 제조에 있어서 가장 경제적인 방법으로 부각되고 있는 전기방사기법에 대한 일반적인 소개와 더불어 본 연구팀에서 얻어진 폴리에틸렌옥사이드 나노섬유에 대한 복합재료에 대한 응용사례를 소개하고자 한다. 특히 나노섬유와 나노파우더의 복합재료에 있어서의 물성차이를 극명하게 보여줌으로서 나노파우더에 치우쳐있는 연구개발 방향의 전환을 모색해 보았다.

### 2. 나노섬유에 대한 개요

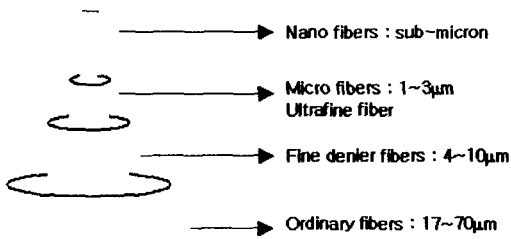
#### 2.1 나노섬유기술

나노섬유란 지름이 수십에서 수백 나노미터에

\* 한국화학연구원 화학소재연구부

\*\* 삼우기업 연구소

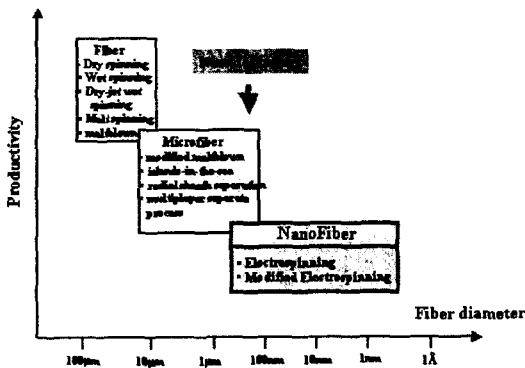
불과한 초극세 실로서 기존의 섬유보다 적은 직경과 부피대 비표면적이 커서 필터<sup>1</sup>, 방호복<sup>2</sup>, 생체용융제품<sup>3</sup> 그리고 재료의 강인화재<sup>4</sup>로 사용되고 있다.



현재 나노섬유를 제조할 수 있는 기술로서 상용화 가능성이 존재하고 다양한 고분자를 적용할 수 있으며, 제조공정의 단순성 등을 고려할 때 전기방사법에 의한 나노섬유의 제조가 가장 효율적이라 할 수 있다. 따라서 본 실험에서 사용한 PEO 나노섬유를 전기방사법에 의해 제조하였다.

## 2.2. 전기방사 (Electrospinning)

기존의 고분자 섬유를 제조하는 방법에는 용융된 고분자나 고분자 용액을 압출기를 사용하여 기계적인 힘에 의해 섬유를 제조하게 되는데 이러한 방법으로 제조할 경우 수 마이크로미터 직경의 섬유를 얻을 수 있다.



반면에 전기방사는 정전기적 힘을 이용하여 나노스케일의 섬유를 생산할 수 있는 직접적인 방법이다. 즉, 표면장력에 의해 모세관 튜브 끝에 매달려 있는 고분자 용액 방울에 고전압의 전기장을 가하게 되면 그 방울의 표면에 전하가 도입되어 방울이 일그러지기 시작하고 전압이 임계전압 이상으로 증가하면서 방울의 끝 정점부터 분

사되어 나가는데 고분자 용액 제트가 공기중을 날아가는 동안 용매는 휘발되고 전하를 띤 수.수 천 나노미터 크기의 직경을 가지는 섬유가 3차원의 네트워크 구조로 콜렉터에 적층되어 부직포 형태의 다공성 나노웹을 형성하게 되는 것이다.

## 3. 3장 제목 나노섬유 제조 및 평가의 예

### 3.1. 폴리에틸렌옥사이드 나노섬유의 제조

#### 3.1.1. 나노섬유 제조 방법

본 실험에서 나노섬유 제조는 분자량 200,000인 poly(ethylene oxide) (PEO)를 증류수에 용해시켜 12 wt% PEO 방사 용액을 제조한 후 전기방사하였다. 12 wt% PEO 방사용액을 주사기 안에 넣고 (+)전하를 띤 전압선을 용액 안에 침지시킨 후 콜렉터 판에 접지시켜 방사하였다. 방사조건으로 온도는 상온에서 실행되었으며, 방사구와 콜렉터 사이의 방사거리 (TCD)는 10 cm로 고정하고 방사전압을 10, 12, 15, 18 그리고 20 kV로 변화시켰다.

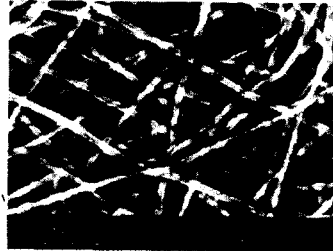
제조된 나노섬유의 형태학적인 관찰을 위해 주사전자현미경을 사용하였다.

#### 3.1.2. 나노섬유의 형태학적인 관찰

전기방사의 중요한 공정인자는 방사거리, 인가된 전압, 그리고 고분자 용액의 농도 등이 있다. 특히 인가된 전압은 고분자 용액 또는 용융된 고분자 내에 고분자 사슬간의 정전기력을 발생시켜 같은 극으로 하전된 고분자 사슬끼리 서로 반발력이 발생하고 임계전압 이상에서는 섬유상으로 방사가 이루어진다<sup>5</sup>. 따라서 주어진 전압은 방사된 섬유의 굵기 및 콜렉터에 적층된 섬유의 구조에 큰 영향을 미치므로 적절한 전압을 결정하는 것은 중요하다. 전압에 따른 섬유상의 형태를 나타낸 Fig. 1을 살펴보면 10 kV의 전압에서는 섬유상으로 분산된 형태를 나타내긴 하였지만 서로 교착되는 것을 확인할 수 있었다. 이는 인가된 전압이 낮은관계로 용매가 덜 휘발되어 나타난 것으로 판단된다. 12 kV에서는 약간의 비드 형태 섬유상이 많이 보이지만 10 kV에서 보인 섬유 교착현상을 발견할 수 없었으며, 15 kV로 전압을 가할 경우 12 kV에서 보인 비드 형태의 결함은 거의 발견할 수 없었으며 직경이 고른 분포의 부



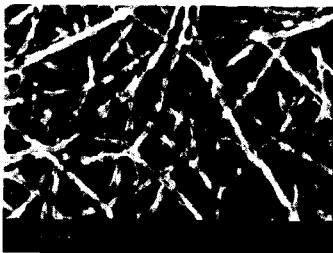
(a)



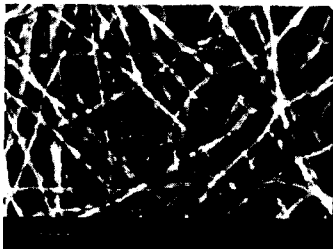
(b)



(c)



(d)



(e)

Fig 1. SEM micrograph of PEO nanofibers as a function of voltage (a) 10 kV, (b) 12 kV, (c) 15 kV, (d) 18 kV, (e) 20 kV.

직포를 나타내었다. 하지만 18 kV 이상으로 전

압을 가할 시에는 15 kV에서 보인 섬유상보다 얇은 섬유상이 많이 관찰되지만 섬유간 뭉침 현상, 비드형 결합, 불연속적인 섬유등의 불안정한 형상이 나타나게 되는데, 이는 높은 전압으로 인하여 주변분위기와 전기장이 상호작용함에 따라 테일러 콘이 불안정하게 형성되어 나타나는 결과라 판단된다. 따라서 본 연구의 12 wt% PEO 고분자 용액이 전기방사에서 안정적인 섬유상을 얻으려면 12-15 kV 범위의 전압이 필요한 것을 확인하였으며, 가장 균일하고 작은 직경의 섬유상을 얻은 15 kV 전압으로 방사된 부직포를 본 복합재료의 강인성을 향상시키기위한 강화제로 사용하였다.

### 3.2. PEO 나노파우더와 나노섬유 보강복합재료의 특성 비교

#### 3.2.1. 시편의 제조

본 복합재료의 제조는 매트릭스인 이판능성 에폭시 (2EP)함량을 100으로 일정하게 유지한 후 전기방사방법으로 제조된 PEO 나노섬유 (PEO (n))와 PEO 입자 (PEO (p))를 2EP에 대하여 각각 5 phr 첨가하였고 경화 사이클로는 120°C (2 h), 150°C (2 h), 180°C (1 h) 시편을 경화 시킨 후 각 분석에 사용하였다.

제조된 복합재료의 기계적 계면특성을 알아보기 위해서 시편을 ASTM D5045-95에 준하여 준비하였고, span-to-depth ratio를 4:1로 고정하고 cross-head speed는 2 mm/min으로 유지하여 만능 시험 측정기를 사용해서 파괴인성인자와 층간 전단 강도를 측정하였다.

#### 3.2.2. 기계적 계면특성 관찰

제조한 복합재료의 파괴인성값을 관찰한 결과 Fig. 2와 같이 나타내었다.

Fig. 2에서 보여지는 바와 같이 PEO 입자와 PEO 나노섬유로 강인화된 에폭시의 파괴인성 인자들의 값은 강인화되지 않은 에폭시의 파괴인성 인자들보다 각각 약 15%, 40% 씩 향상되는 결과를 확인할 수 있었다. 또한 층간 전단 강도 결과를 Fig 3에 나타내었는데 보는 바와 같이 PEO 나노섬유로 강인화된 에폭시의 층간전단강도가 향상되는 것을 확인할 수 있었다

파괴인성과 층간 전단 강도의 향상에 영향을 주는 요인으로는 분산상의 크기 그리고 강화재와

#### 4. 결론

본 연구에서는 12 wt% PEO 고분자 용액을 전기방사법을 이용해 나노섬유로 제조한 결과 직경이 작고, 구조가 안정적인 섬유상은 15 kV에서 얻을 수 있었고, 이때 제조된 PEO 나노섬유를 사용하여 강인화시킨 에폭시가 기계적 계면특징이 모두 우수함을 확인할 수 있었다. 이는 에폭시를 PEO로 강인화 시킴으로써 에폭시와 PEO의 분자간 수소결합이 형성됨에 따라 semi-IPN 구조가 유도되어 기계적 계면특징이 증가되게 되고 PEO 나노섬유가 PEO 입자보다 높은 비표면적과 aspect ratio를 가지고 있기 때문에 계면에서의 반응면적이 증가되어 PEO 입자보다 향상된 기계적 계면특징을 가지는 것으로 판단된다

#### 후 기

본 연구는 나노 프론티어 사업의 일환으로 수행되고 있다.

#### 참고문헌

- (1) P. Gibson, H. Schreuder-Gibson, and D. Rivin, *Colloids and Surf. A: Physicochem.Eng. Asp.*, vol. 187/188, 2001, pp469-481.
- (2) E. R. Kenawy, G. L. Bowlin, K. Mansfield, J. Layman, D. H. Simpson, E. H. Sander, and G. E. Wenk, *J. Control. Release*, Vol. 81, No.1/2, 2002, pp57-64.
- (3) C. J. Buchko, K. M. Kozloff, and D. C. Martin, *Biomaterials*, Vol. 22, No. 11, 2001, pp1289-1300.
- (4) M. M. Bergshoef and G. J. Vancso, *Adv. Mater.*, Vol. 11, No. 16, 1999, pp1362-1365.
- (5) M. M. Hohman, M. Shin, G. Rutledge, and M. P. Brenner, *Phys. Fluids*, Vol. 13, No. 8, 2001, pp2201-2220.
- (6) A. J. Kinloch and D. L. Hunston, *J. Mater. Sci. Lett.*, Vol. 6, No. 2, 1987, pp137-139.

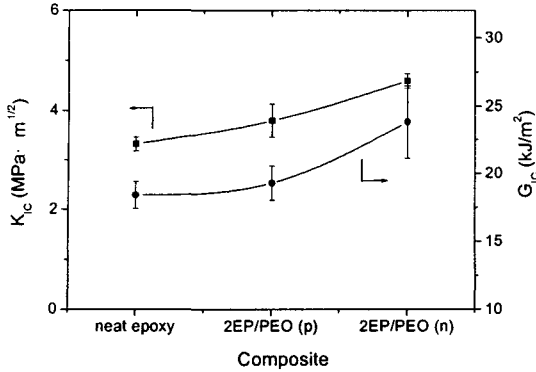


Fig. 2. Critical intensity and critical strain energy release rate of 2EP/PEO powder and 2EP/PEO nanofibers.

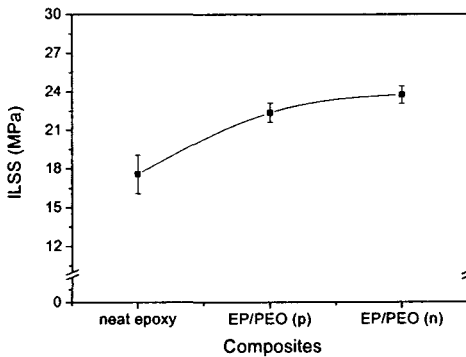


Fig. 3. Interlaminar shear strength of 2EP/PEO powder and 2EP/PEO nanofibers

연속상과 물리적 결합을 통한 계면 접착력의 증진이 매우 중요한 요소로 알려져 있는데<sup>6</sup>, 에폭시를 PEO로 강인화 시킴으로써 에폭시의 -OH 그룹과 PEO의 -O- 그룹이 수소결합을 형성하여 본 복합재료의 기계적 계면특성이 증가되게 되고 PEO 입자보다 부피분율이 훨씬 큰 PEO 나노섬유로 에폭시 수지를 강인화시킬 경우 계면에서의 물리적 결합 면적의 증가로 인해 PEO 입자로 강인화시킨 경우보다 기계적 계면특징이 향상되는 것을 확인할 수 있었다. 이는 나노섬유가 입자에 비해 높은 비표면적과 aspect ratio를 가지고 있어서 이 특징들이 기계적 계면특징을 향상시키는 데 중요한 역할을 하는 것으로 관찰되어 진다.