

나노섬유 생산과 집속체의 인장 특성

Manufacturing Nano Fibers and Tensile Properties of Nano Fiber Bundle

*임정호¹, 김종성¹, #허유²

*Jung. H. Lim¹, Jong. S. Kim¹, #You Huh(huhyou@khu.ac.kr)²

¹ 경희대학교 대학원 섬유공학과, ² 경희대학교 기계산업 시스템 공학부

Key words : nano fiber, bundle, electro spinning, friction spinning, cross-sectional structure, tensile property

1. 서론

길이 가 굵기에 비해 현저히 큰 형태적 특징을 갖는 소재는, 재료의 형태적 특성을 활용하거나, 후속 공정을 통하여 2차, 3차 구조물의 형태로 가공되어 다양한 산업 분야에서 활용된다. 특히 이러한 소재는 단면의 직경이 가늘수록 인장강도와 같은 역학적 특성이 개선되는 경향을 가지므로, sub-micron 또는 나노 단위의 직경을 갖는 극세 섬유의 제조 및 그 활용방안에 대한 연구가 활발히 진행되고 있다. 나노 단위의 직경을 갖는 초극세 섬유의 제조 공정 중, 공정의 단순성, 적용원료의 다양성 및 생산된 섬유의 응용성 등의 측면에서 효율적으로 평가되고 있는 전기방사법(electrospinning)은 대전된 고분자 용액이 방사구(spinneret)에서 연속적으로 방사가 이루어지는 과정에서 정전기적 반력에 의하여 섬유 단면에 균열이 일어나서 세섬화가 이루어지는 현상을 이용한 방법으로, 1934년 Formhals¹에 의해 그 개념이 제시된 이래 섬유화가 가능한 고분자 재료 및 방사조건에 대한 연구²⁻⁵와 고효율 필터, 전지 격리막, 고감성 직물 및 흡수재 등 기초소재로서의 나노 섬유의 활용방안에 대한 연구가 진행되고 있다.

본 연구에서는 전기방사법을 이용하여 박층 웹(web) 형태의 나노 섬유를 생산하고, 생산된 소재의 산업적 활용도를 높이기 위해 표면 마찰을 이용하여 나노 웹을 집속체(Bundle)의 형태로 전환시키는 공정을 제안하고, 집속체의 표면 및 단면 구조와 인장 시험을 통하여 생산된 집속체(nano-fibered yarn)의 인장 성질을 살펴보았다.

2. 나노섬유 생산

본 연구에서는 전기방사법을 통하여 나노섬유를 생산하기 위해 Fig. 1과 같이 고전압 발생장치(a), 정밀이송 펌프(b), 정밀노즐(c), 포집부(d)로 구성된 시스템을 구축하였다. 실험에 사용된 고분자 용액은 폴리비닐리덴플루오라이드(PVDF) 고분자 칩을 디메틸아세트마이드(DMAc)와 아세트산을 각각 6:4로 혼합한 용매에 20 wt% 비율로 용해시켜 사용하였으며, 내경 0.33 mm의 방사노즐을 사용하여 0.2 ml/min의 토출량으로 포집거리 13 cm에서 17 kV의 전압을 가하였다. 나노 섬유를 생산하기 위한 공정조건은 Table 1과 같다.

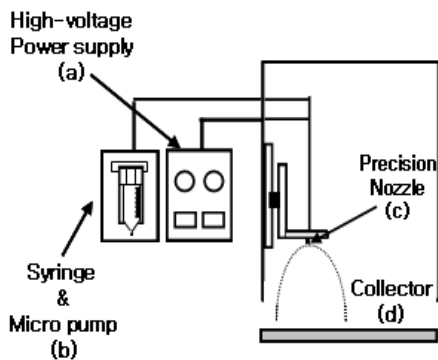


Fig.1 Schematic representation of nano-fiber manufacturing process

Table 1. Conditions of electrospinning process

Electro Spinning Process	Material	PvDF	
	Nozzle size	mm	0.33
Number of Nozzle	EA	10	
Distance of Tip to collector	mm	130	
solution feeding rate	ml/min	0.2	
Voltage	kV	17	

3. 나노섬유 집속화

전기방사법을 통하여 생산된 나노 섬유는 포집부에 sheet 형태로 수집되므로 소재가 갖는 형상적 한계에 기인해 활용범위가 제한적이다. 이에 본 연구에서는 생산된 나노 섬유의 활용 범위를 보다 높이기 위하여 이동 수집면에 전기방사하여 적층된 나노 섬유를 집속체의 형태로 구조화하는 후처리 공정에 대한 실험을 진행하였다.

Table 2. conditions of bundling process.

Bundle Formation Process	Friction drum speed	rpm	610
	Drum Diameter	mm	250
	Input fleece width	mm	80
	Length of spinning zone	mm	80
	Delivery speed	mm/s	16.6

Fig. 2는 본 연구에서 제안하는 나노 섬유 집속화 장치의 개략도로, 시스템은 Fig. 2와 같이 1) 나노 섬유가 형성되어, 웹 상태를 나타내는 섬유 유동 구간(I), 2) 방사된 나노 섬유가 움직이는 집속 평면에서 적층되는 구간(II), 그리고, 3) 적층된 플리스가 공급되어 표면 마찰에 의하여 집속체 회전이 이루어짐으로써 입력 플리스가 집속체로 적층/구조화 되는 구간(III), 구조화된 나노 섬유 집속체가 권취되는 구간으로 구성되어 있다. 한편 적층된 나노 섬유는 집속구간으로 이송되는 과정에 건조기를 이용하여 초기 건조 후 투입 하였으며, 생산되는 집속체의 굵기 profile을 고려하여 회전 드럼 사이의 간격을 조정하였다. 집속화 실험이 진행되는 동안의 공정조건은 Table 2와 같다.

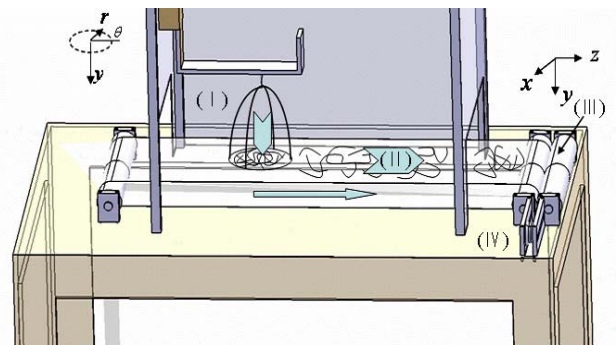


Fig.2 Schematic Representation of Nano-fiber Bundling Process by Surface Friction.

4. 집속체 단면 및 인장 특성

생산된 나노 섬유 집속체를 구성하는 개별 섬유 및 섬유 배열 상태를 확인하기 위해 주사 전자 현미경을 이용하여 생산된 집속체의 표면(Fig. 3) 및 단면(Fig. 4a,b)을 살펴보았다. 결과에 따르면 집속체를 구성하는 나노 섬유의 굵기는 평균 670nm로 나타났으나, 섬유화가 일어나지 못한 응결체(bead)와 분화가 충분히 일어나지 못해 다소 굵은 부분이 공존함을 확인할 수 있다. 이러한 현상은 방사구(spinneret)와 포집부 사이에 형성된 전기장 및 자기장이 불안하게 형성되었으며, 토출량에 비하여 비행거리가 짧아 휘발 성분의 기화 및 섬유의 분화가 충분히 진행되지 못해 불안정한 상태에서 방사가 되었기 때문이라고 판단된다. 또한 표면에서의 섬유 배열은 일정한 규칙성을 가지고 있지 않음을 확인할 수 있다.

집속체의 단면 Fig. 4-a를 살펴보면, 출력 집속체는 많은 층(layer)으로 구성되어 있으며, 단면의 중심을 축으로 하여 원형으로 배열되어 있음을 확인할 수 있다. 단면을 보다 높은 배율로 살펴보면(Fig. 4-b), 부분적으로 분화가 충분히 일어나지 않아 섬유가 뭉쳐 있는 부분을 관찰할 수 있다. 이러한 섬유 뭉침 현상과 응결체 등이 나노섬유의 균제도를 흐트러뜨리고, 집속 상태에 부정적으로 작용하여, 출력 집속체의 물성 및 역학적 성질에 영향을 미칠 것으로 판단된다. 본 연구에서는 나노섬유로 구성된 출력 집속체의 인장성을 측정하기 위해서 인장시험을 수행하였다. 인장 시험에 사용된 시료는 섬유 집속체의 시험 표준에 따라 길이 250 mm인 시편을 택하였으며, 인장속도를 250 mm/min로 유지하며 시험하였다.

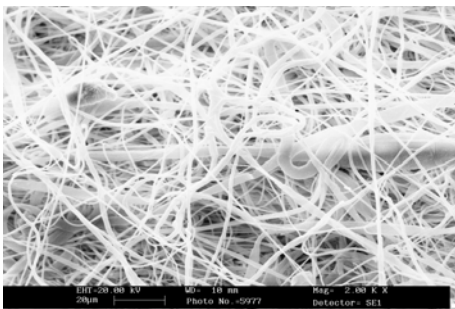
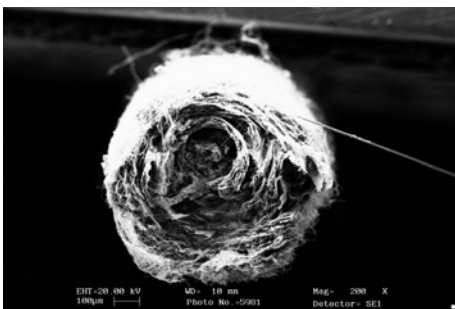


Fig. 3 SEM image of surface of nano fibered bundle.

a)



b)

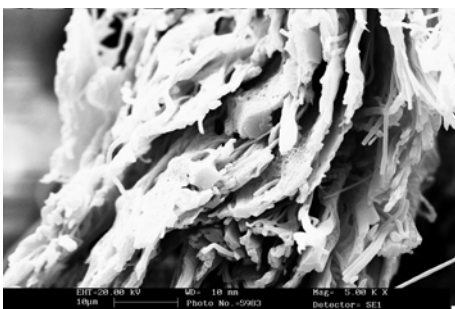


Fig. 4 SEM image of cross section of output bundle. a) 200X and b) 5,000X.

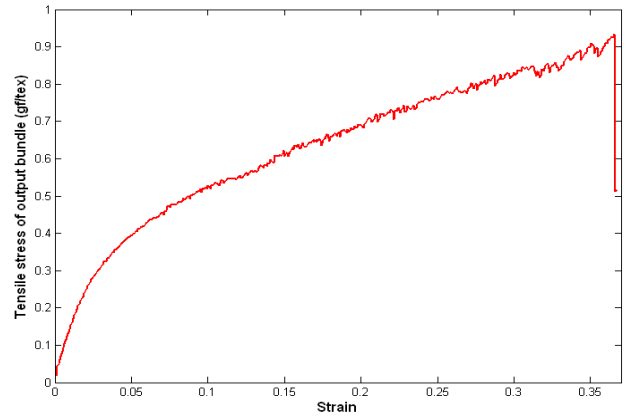


Fig. 5 Stress-Strain curve of nano-fibered yarn.

시험에 사용된 집속체 시료의 평균 직경은 0.684 mm 이다. Fig.5는 측정을 통해 얻은 응력-변형률 곡선이다.

인장시험 결과에 따르면, 변형 초기에 비교적 높은 기울기, 즉 강성을 가지며 응력이 증가하다가, 변형률 $\epsilon = 0.05$ 이후부터 일정한 기울기를 가지며, 선형적 거동을 보임을 확인할 수 있다. 이는 생산된 나노섬유 집속체가 여러 층으로 구성되어 있기 때문에 일정 변형 이후에 각 층에서 약한 부분부터 시작하여 순차적으로 파손이 일어나며, 이에 따라 응력의 변화가 일어나는 것으로 해석할 수 있다. 한편 시험에 사용된 시편의 경우는 약 0.85 gf/tex에서 최대 인장강도를 나타냈으며, 변형률은 약 0.38 정도로 매우 큰 신도를 보였다.

5. 결론

본 연구에서는 대전된 고분자 용액의 정전기적 반력을 이용하여 나노섬유를 생산하고, 생산된 나노섬유의 활용도를 높이기 위하여 표면 마찰을 이용한 나노섬유 집속화 실험을 통해 집속체를 생산하였으며, 출력 집속체의 표면 및 단면을 SEM을 통해 관찰하고, 인장시험을 통하여 인장성을 살펴보았다. 결과에 따르면 전기 방사법을 통하여 생산된 나노 섬유는 평균 670 nm의 직경 분포를 보였으며, 응결체 및 섬유 뭉침 등의 현상에 의하여 굵기 불균제가 발생하였다. 또한 포집부에 수집된 나노섬유는 무배열 웹 상태로 생산되어, 마찰 집속화 과정을 거쳐 집속체로 변환되었다. 집속체의 단면을 관찰한 결과, 다층 웹으로 구성된 원통형으로 확인하였다. 한편, 출력 집속체의 인장시험 결과를 살펴보면, 집속체는 초기 변형에서 강성이 크게 나타나며, 일정 변형 이후에는 초기 변형 강성에 비하여 낮은 강성을 가진 선형 응력-변형률 거동을 보이며, 신도가 매우 크게 나타남을 확인하였다.

계속되는 연구를 통하여 안정된 공정을 위한 공정조건의 개선 및 강신도의 개선이 이루어질 것이다.

참고문헌

1. A. Formhals, U. S. Patent, 1,975,504(1937)
2. Thandavamoorthy Subbiah, G. S. Bhat, R. W. Tock, S. Parameswaran, S. S. Ramkumar, "Electrospinning of Nanofibers", Journal of Applied Polymer Science, Vol 96, 557-569 (2005)
3. T.A. Kowalewski, S. Blonski and S. Barral, "Experiments and modelling of electrospinning process", Bull. Pol. Ac.: Tech. 53(4), 385-394, 2005
4. D. H. Reneker, A. L. Yarin, Hao Fong, Sureeporn Koombhongse, " Bending instability of electrically charged liquid jets of polymer solutions in electrospinning", J. App. Phy. 87(9), 4531-4547, 2000
5. Seung G. Lee, Sung S. Choi, and Chang W. Joo, "Nanofiber formation of poly(etherimide) under various electrospinning conditions", J. Korean Fiber Soc., 39 (1), 1-13 (2002).