

FTIR Specular Reflection을 이용한 Isotactic Polypropylene 표면의 배향 연구

이상준 · 박현길* · 손영곤* · 구정기* · 송기국[†]

경희대학교 공과대학 화학공학과, 재료과학연구소, *제일모직 삼성화학종합연구소

(1998년 5월 24일 접수)

Characterization of Surface Orientation in Isotactic Polypropylene by Specular Reflection FTIR Spectroscopy

S. Lee, H. Park*, Y. Shon*, J. Koo*, and K. Song[†]

Department of Chem. Eng., Inst. of Materials Sci. and Tech.,

Kyung Hee University, Youngin, Kyunggi-do 449-701, Korea

*Cheil Industries Inc., Euiwang, Kyunggi-do 437-010, Korea

[†]e-mail : ksong@nms.kyunghee.ac.kr

(Received May 24, 1998)

요약: FTIR specular reflection을 이용하여 사출성형된 *i*-PP 시편 표면에서의 고분자사슬의 배향에 관한 조사를 하였다. Specular reflection 실험방법에 의해 얻어진 스펙트럼으로부터 Kramers-Kronig transformation을 이용하여 absorption index 스펙트럼을 얻었고, 각 편광에서의 반사에 따른 보정상수를 Hansen's expansion formula로부터 구한 후 absorption index 스펙트럼에 적용하여 IR dichroism을 조사하였다. *i*-PP 시편에서의 위치에 따른 배향을 조사하기 위하여 *i*-PP 결정상의 특성피크인 997 cm^{-1} band의 dichroic ratio를 측정하였다. 사출성형된 시편에서 사출방향으로 사슬들이 배향이 되었으며, 시편의 각 지점에 따라 배향된 정도가 다름도 확인할 수 있었다. 또한 이 시편을 $130\text{ }^{\circ}\text{C}$ 에서 열처리 하였을 때 사슬들의 배향과 결정화도가 증가함을 알 수 있었다.

ABSTRACT: Using an FTIR specular reflection technique, surface orientation of the injection molded *i*-PP sample was investigated. By applying Kramers-Kronig transformation to the IR spectra obtained from the specular reflection technique, absorption index spectra were obtained. Dichroic ratio was derived from the polarized absorption index spectra which had been corrected with a reflectivity correction factor calculated using Hansen's expansion formula. To determine orientation of the *i*-PP sample, we measured dichroic ratio of the 997 cm^{-1} peak which is a characteristic band of the *i*-PP crystalline phase. It was shown that the orientation direction, even slightly different from each position of the injection molded sample, was almost parallel to the injection direction. It was also found that dichroic ratio and crystallinity of the *i*-PP sample were increased after annealing at $130\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Keywords: FTIR, specular reflection, polypropylene, polarized IR, chain orientation.

서 론

Infrared (IR) spectroscopy는 분자 내 특정한 관능기의 존재를 알아냄으로써 유기화합물이나 고분자의 화학 구조를 분석할 수 있는 실험방법으로 널리 사용되어져 왔다. 하지만 IR 스펙트럼의 피크들은 분자의 화학적인 구조뿐만 아니라 입체적인 구조와 분자간의 상호작용 등에 의하여서도 피크의 세기와 위치가 변하므로 이를 이용하게 되면 고분자 사슬들의 conformation, 배향, 그리고 결정 구조 등에 관한 정보를 얻을 수 있다.¹⁻⁸ IR spectrometer를 이용한 대부분의 고분자 실험에서는 IR beam을 시료에 통과시켜 시료가 빛을 흡수하는 정도를 측정하는 transmission 실험방법을 이용하는데, 이 경우 시료의 두께가 두꺼우면 시료에 의한 빛의 흡수가 많아 빛이 통과하지 못하거나 흡수가 강한 피크들에 관한 정보를 얻을 수 없어, micron 두께의 필름으로 준비하여 실험을 하거나 분말 상태로 만들어 시료를 준비하여야 한다. 그러므로 일반적인 IR 실험방법인 transmission 실험을 이용하게 되면 사출, 압출 등의 여러 고분자 가공 공정 상에서 얻어지는 시료를 형태의 변형 없이 직접 분석하기는 어렵다는 단점이 있다. 이러한 문제점들은 IR beam을 시료에 통과시키지 않고 시료의 표면에서 반사시켜 측정하는 reflection 실험방법을 이용하여 해결할 수 있다. IR reflection 실험방법은 크게 internal reflection (또는 attenuated total reflection, ATR)과 external reflection으로 나누어지는데, ATR 실험은 ATR element와 시료와의 접촉 면적 및 압력의 균일성이 문제가 되는 접촉에 의한 실험방법인³ 반면 external reflection 방법인 specular reflection 실험방법은 비접촉에 의한 non-destructive 실험방법으로 두께가 두꺼운 고분자 시료들의 구조 및 배향의 연구에 유용하게 이용이 되고 있다.³⁻⁶

시료의 표면에서 반사되는 빛을 측정하여 IR 스펙트럼을 얻는 specular reflection 방법은 시편의 표면이 매끈하여 빛이 균일하게 반사되는 두꺼운 시료를 사용하여야 한다. 반사되는 빛의 세기는 각 파장에서 시료에 의하여 흡수되는 정도에 따라 변할 뿐만 아니라 시료의 굴절률에 따라서도 세기가 변하게 되므로, specular reflection 실험에 의하여 얻어지는

IR 스펙트럼은 시료의 흡수 정도에 의해서만 나타나는 transmission 실험의 결과와는 달리 스펙트럼의 피크들이 일그러져 나타나게 된다. 그러므로 얻어진 specular reflection 스펙트럼으로부터 빛의 흡수에 의한 기여도인 absorption index (k)를 반사에 의한 기여도인 refractive index (n)와 분리하여 일반 transmission 스펙트럼과 동일하게 나타내기 위하여^{9,10} 수학적인 연산인 Kramers-Kronig transformation을 이용하여야 한다.⁶ 이렇게 얻어진 absorption index 스펙트럼으로부터 transmission 실험방법에 의해 얻어지는 absorbance 스펙트럼과 마찬가지로 고분자의 구조 및 배향에 대한 여러 가지 정보를 얻을 수 있다.

이와 같은 specular reflection 방법은 반사되는 빛의 양이 적어 스펙트럼의 noise를 없애기가 힘들고, 얻어진 스펙트럼으로부터 absorption index 스펙트럼을 분리하는 수학적인 변환이 복잡하다는 단점 때문에 과거에는 고분자 연구에 거의 이용이 되지 않았으나 FTIR (Fourier-Transform Infrared) spectroscopy의 개발과 더불어 감도가 향상된 스펙트럼을 얻을 수 있게 되고 또한 computer를 이용하여 손쉽게 Kramers-Kronig transformation을 수행할 수 있게 되어 최근에 많은 관심을 끌고 있다. 본 연구에서는 isotactic polypropylene (*i*-PP)으로 준비된 필름과 사출공정에 의해 얻어진 *i*-PP 시편을 사용하여 고분자 사출의 공정 조건에 따른 배향 변화를 FTIR specular reflection 실험방법으로 조사하였다.

실 험

본 연구에서는 호남석유화학의 SJ-170 ($M_w = 200000$ g/mol)을 사용하여 *i*-PP 필름을 제조하였고, 사출공정을 이용하여 성형된 dumb-bell 형태의 *i*-PP 시편은 삼성종합화학 A-503을 사용하였다. 필름은 *i*-PP의 용융온도보다 높은 230 °C에서 10분간 유지하며 80 kgf/cm²의 압력으로 compression mold에서 성형한 후 ice water에 급냉시켜 두께가 약 1 mm인 시편을 제작하였다. Batenfield 60Z 사출기를 이용하여 성형된 dumb-bell 형태의 시편 (Fig. 1)은 210 °C에서 32.5 cm/s의 속도로 40 °C의 mold에 사출시킨 후 20초간 냉각시켜 준비하였다.

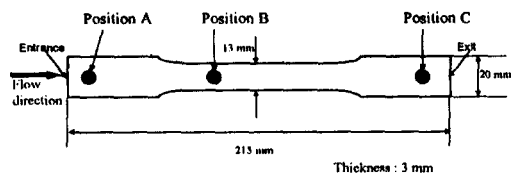


Figure 1. Specification of the injection molded dumb-bell shape sample.

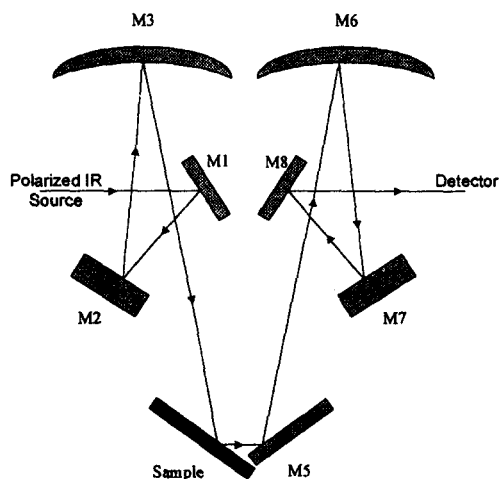
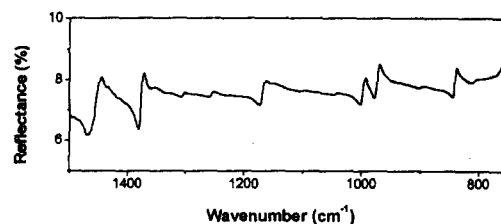
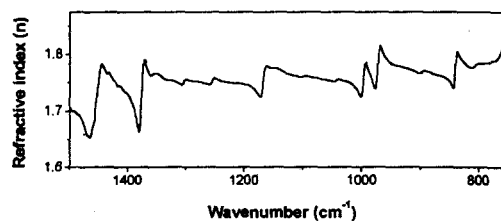


Figure 2. Optical diagram of the specular reflection accessory.

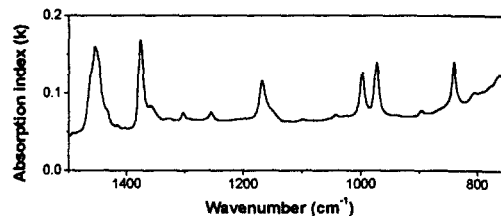
Specular reflection FTIR 실험은 Perkin-Elmer System 2000 spectrometer와 Harrick Inc.의 VRA/RMA (Fig. 2)를 이용하여 20° 의 입사각에서 실험을 수행하였다. Polarized FTIR 실험을 수행하기 위하여 KRS-5 wire-grid polarizer를 FTIR sample compartment의 광원 쪽에 부착시키고, 시편의 사출 방향으로 IR beam을 반사시키며 polarizer를 90° 돌려 사출 방향과 수평(p-편광) 또는 수직(s-편광)하게 IR beam을 편광시켜 스펙트럼을 얻었다. Background는 알루미늄이 코팅된 거울을 사용하였으며, resolution은 4 cm^{-1} 로 하였고, mercury-cadmium-telluride (MCT) detector를 사용하여 300번씩 scan 후 평균한 스펙트럼을 얻었다. Kramers-Kronig transformation은 Perkin-Elmer사에서 제공하는 program을 사용하여 수행하였다. 그리고 열처리에 의한 *i*-PP의 결정화도 변화를 알아보기 위하여 Perkin-Elmer DSC 7을 이용하여 ($10^\circ\text{C}/$



(a)



(b)



(c)

Figure 3. Kramers-Kronig transformation of FTIR reflection spectrum of *i*-PP film: (a) original reflection spectrum, (b) refractive index spectrum, (c) absorption index spectrum.

min) 용융열을 구하였으며, 시료의 결정화도는 문헌에 나와 있는¹¹ *i*-PP의 이론적 값인 209 J/g 으로 이용하여 구하였다.

결과 및 고찰

시 약. Fig. 3(a)에 용융상태에서 급랭을 하여 준 비된 *i*-PP 필름의 전형적인 FTIR specular reflection 스펙트럼이 나타나 있다. 모든 피크들은 분자의 진동 운동에 의한 빛의 흡수뿐만 아니라 반사에 따른 굴절률의 기여도가 포함이 되어 있어 1차 미분 형태의 모양을 보여주고 있다.³ 두꺼운 고분자 시료 표면에서의 빛의 반사도는 Fresnel 방정식에 의하여 고분자의 굴절률과 입사각에 따라 변하게 된다. 흡수가

있는 물질에서의 굴절률은 complex 굴절률 $n^* = n - ik$ 로 표시되는데,^{10,12} 실수 부분의 광학적인 상수인 n 은 refractive index를 그리고 허수 부분의 k 는 absorption index를 나타낸다. 이 두 광학 상수는 Kramers-Kronig relationship에 의하여 상호 관련이 있으며 absorption index (k)는 FTIR transmission 실험에 의하여 얻어지는 흡수도와 직접적인 관계가 있는 값이다. 두께가 x 인 필름의 투과도를 T 라 할 때 $T = \exp(-\alpha x)$ 이고 흡수도 (absorbance) A 는 $A = -\log_{10} T = 0.4343 \alpha x$ 로 주어진다. α 는 시료의 absorption coefficient이며 k 와의 관계는 $\alpha = 4\pi k/\lambda$ 이므로 Kramers-Kronig 변환에 의하여 reflection 스펙트럼으로부터 분리되는 absorption index (k) 스펙트럼은 transmission 실험에서 얻어지는 흡수스펙트럼과 같은 형태를 보여주게 된다.³ Fig. 3(b)와 3(c)에 Kramers-Kronig 변환에 의하여 reflection 스펙트럼인 Fig. 3(a)를 분리하여 refractive index (n) 스펙트럼과 absorption index (k) 스펙트럼으로 각각 나타내었다.

입사각에 따른 reflectance 스펙트럼의 변화를 보기 위하여 입사면과 평행한 p-편광이 된 IR beam을 이용하여 입사각을 변화시키며 *i*-PP의 specular reflection 스펙트럼을 얻었다. Fig. 4에서 볼 수 있듯이 다른 입사각에서는 스펙트럼의 피크들이 모두 1차 미분 형태의 일그러진 형태를 보여주고 있으나 56.5°의 입사각에서는 transmission 실험에서 얻어지는 일반적인 흡수스펙트럼과 비슷한 결과를 나타내고 있다. 굴절률(n_2)이 1.503인 *i*-PP 표면에서의 Brewster angle은 (θ_B) $\tan \theta_B = n_2$ 의 식에 의하여 계산하면 56.5°이므로, Fig. 4의 56.5° 입사각에서 얻은 스펙트럼은 p-편광된 빛이 반사되지 않는,¹² 즉 refractive index에 의한 기여도는 제거되고 absorption index의 기여에 의한 스펙트럼으로 모든 피크들이 일그러지지 않은 모습을 보여준다.¹³ 이와 같이 p-편광된 빛을 이용한 Brewster angle에서의 실험방법은 Kramers-Kronig 변환을 수행하지 않고도 시료와 비접촉으로 피크가 일그러지지 않은 스펙트럼을 손쉽게 얻을 수 있는 장점이 있다. Fig. 5에 Brewster angle에서 얻은 스펙트럼과 20° 입사각에서 얻은 specular reflection 스펙트럼을 Kramers-Kronig 변환에 의하여 분리한 absorption index 스

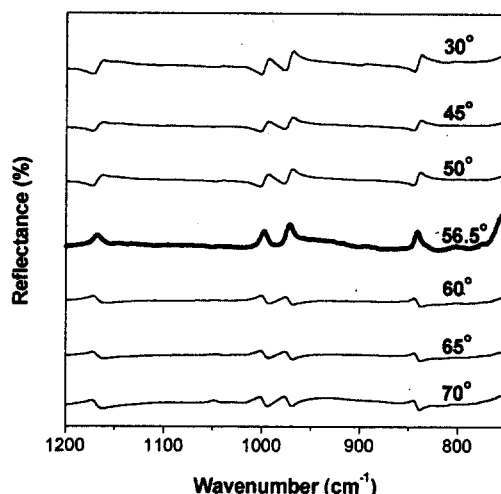


Figure 4. Incident angle dependence of p-polarized FTIR specular reflection spectra of *i*-PP sample.

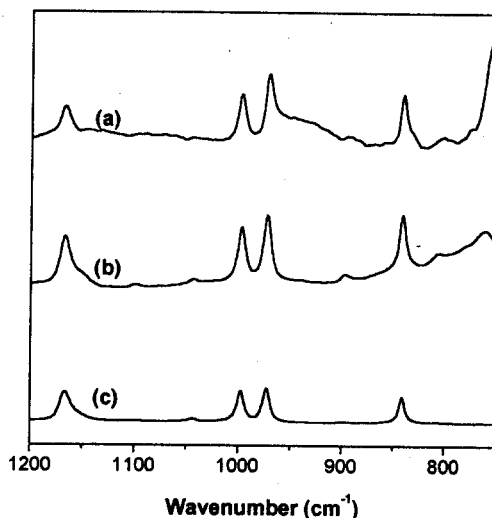


Figure 5. FTIR spectra of *i*-PP obtained by three different experimental techniques: (a) specular reflectance at Brewster angle, (b) absorption index spectrum derived from specular reflection ($\theta = 20^\circ$), and (c) absorbance spectrum from transmission experiment.

펙트럼, 그리고 transmission 실험방법에 의한 흡수 스펙트럼을 비교해 나타내었다. 세 가지 스펙트럼의 단위는 모두 다르나 (a : % reflectance, b : absorption index, c : absorbance) *i*-PP의 FTIR

스펙트럼에 나타난 피크들의 위치와 크기들이 거의 비슷한 것을 알 수 있다. 그러므로 external reflection 방법에 의해 얻어진 FTIR 스펙트럼을 이용하여서도 transmission 스펙트럼에서와 마찬가지로 고분자 구조에 대한 정보를 얻기에 충분하다는 것을 알 수 있으며, 이러한 비접촉 실험방법을 이용하게 되면 시료가 두껍거나 불투명한 고분자 또는 복합재료의 표면 분석에 시료 형태의 변형 없이 이용할 수 있는 장점이 있다.

이와 같은 FTIR specular reflection 실험방법을 이용하여 사출성형된 *i*-PP 시편 표면에서의 배향에 관한 정보를 구하였다. 시편의 사출 방향으로 편광이 된 (p-편광) IR beam을 이용하여 얻은 reflection 스펙트럼과 사출 방향에 수직 (s-편광)인 빛을 이용한 스펙트럼으로부터 Kramers-Kronig 변환에 의하여 각각 absorption index (k) 스펙트럼을 구한 후 dichroic ratio $D=k_{\parallel}/k_{\perp}$ 를 계산하였다. 하지만 정량적인 분석을 필요로 하는 IR dichroism 측정을 위하여서는 수직인 입사각 (normal incident angle)을 가정하고 계산된 Kramers-Kronig transformation 결과에 Hansen's expansion formula를 사용하여¹³ 보정하여 주어야 한다. 입사각이 20°일 때의 p 및 s-편광된 빛의 반사에 의한 absorption index 스펙트럼들의 보정은 *i*-PP의 경우 $n=1.503$, $k=0.5$ 를 Hansen's expansion formula에 적용하여 얻은 보정 상수를 (p-편광 : 1.042 ; s-편광 : 0.961) absorption index 스펙트럼에 곱하여 이루어졌다.

Fig. 6(a)와 6(b)에 각각 사출 방향과 평행 그리고 수직으로 편광이 된 IR beam을 이용하여 얻어진 dumb-bell 형태 *i*-PP 사출 성형품의 absorption index (k) 스펙트럼들이 나타나 있다. 두 polarized IR 스펙트럼들의 피크 세기들이 다르게 보여지는 것은 고분자 사슬들이 사출 방향으로 배향이 되어 있어 편광된 빛의 방향이 진동 운동의 transition moment 방향과 평행한 경우 빛의 흡수가 최대가 되고 수직인 경우 흡수가 일어나지 않기 때문이다. 이러한 dichroism은 사출 방향과 평행인 스펙트럼 (6(a))에서 수직인 스펙트럼 (6(b))을 빼준 Fig. 6(c)에 분명하게 보여지고 있다. 1377 cm⁻¹에서 보여지는 피크는 *i*-PP 주사슬에 붙어 있는 CH₃ group의 sym. bending에 해당하는 피크로, 이 진동 운동의 transi-

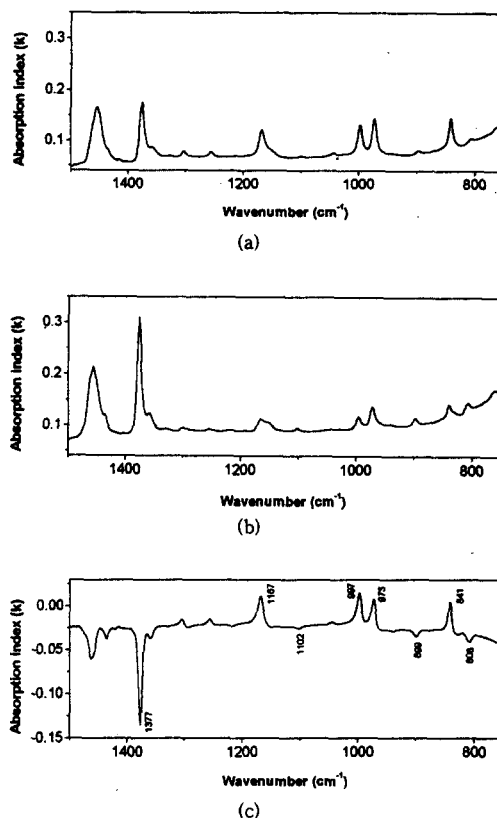


Figure 6. Polarized FTIR specular reflection spectra of the injection molded *i*-PP sample : (a) parallel polarization, (b) perpendicular polarization, and (c) difference spectrum (parallel-perpendicular).

tion moment 방향이 고분자 사슬 축 방향에 수직으로 존재하므로 사출 방향과 수직인 스펙트럼에서 더 강하게 나타나는 σ dichroism을 보여주고 있다. 이 밖에 1102, 899, 808 cm⁻¹ 피크들이 Fig. 6(c)에서 아래쪽으로 나타난 σ dichroism을 보여주는 피크들이고, 위쪽으로 보여지는 1167, 997, 973, 841 cm⁻¹ 등의 피크들이 transition moment의 방향이 고분자 사슬 축 방향과 평행한 π dichroism을 나타내는 피크들임을 알 수 있다. 이러한 사출 성형된 *i*-PP 시편에서의 관찰은 *i*-PP 필름을 연신하여 사슬들을 연신방향으로 배향시켜서 관찰한 결과와 동일하였다.⁸

사출공정에 의하여 성형된 dumb-bell 형태의 시편에서 위치에 따른 고분자 사슬들의 배향 정도를 *i*-PP 결

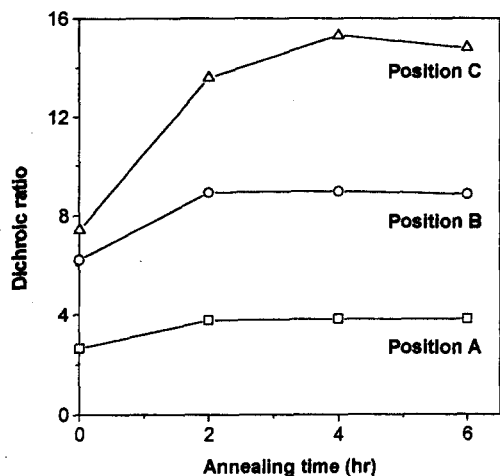


Figure 7. Effect of annealing on dichroic ratio of 997 cm^{-1} band of the injection molded *i*-PP sample.

정상의 특성 피크인 997 cm^{-1} 의 dichroism을 측정하여 조사하였다. 997 cm^{-1} band는 3_1 helix 구조를 가지는 *i*-PP 사슬의 반복단위들이 10개 이상씩 연결되어 있을 때, 즉 결정을 형성하였을 때 나타나는 결정 상태의 특성 피크로^{1,15} Fig. 6에서 보여지듯이 사슬 축 방향과 평행한 π dichroism을 나타내는 피크이다.¹ 그러므로 사슬들의 배향이 증가함에 따라 이 피크의 dichroic ratio $D=k_{\parallel}/k_{\perp}$ 는 증가하여 나타나게 된다. Fig. 7에 사출성형된 dumb-bell 형태 시편에 대한 Fig. 1에서 표시한 각 위치에서의 997 cm^{-1} 피크의 dichroic ratio와 열처리 시간에 따른 dichroic ratio 변화를 표시하였다. 사출성형된 시편의 위치에 따른 dichroic ratio 변화, 즉 사슬들의 배향 정도는 position A에서 가장 작게 나타났으며 position C에서 가장 크게 관찰되었다. 이러한 변화는 좁은 관을 통해 사출된 고분자가 entrance gate에서 넓은 mold로 퍼져 나가며 배향이 흐트러졌기 때문이다.¹⁶ Position A에서 position B로 흘러가며 flow 방향으로 다시 흐름이 증가되고, mold 내의 온도 차이에 의한 점도증가 등에 의하여 배향이 증가되어 position C에서 가장 큰 dichroic ratio가 보여지는 것이다.

사출성형된 *i*-PP 시편을 130°C 에서 열처리하며 997 cm^{-1} 의 dichroic ratio 변화를 살펴보았다. Fig. 7에 열처리 시간이 증가함에 따라 997 cm^{-1} 피크의 dichroic ratio가 증가하는 경향이 사출성형된 시편

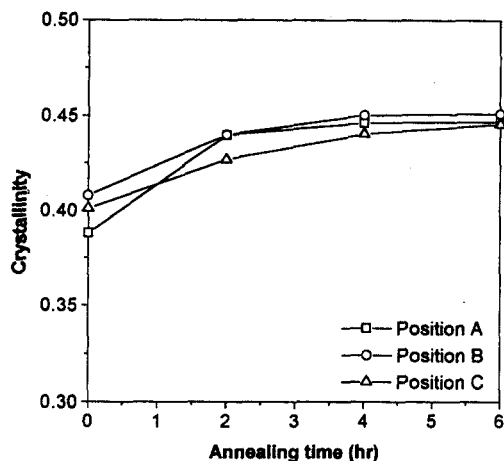


Figure 8. Effect of annealing on crystallinity of the injection molded *i*-PP sample.

의 모든 위치에서 보여지고 있다. 열처리에 따라 결정 특성 피크인 997 cm^{-1} 피크의 dichroic ratio가 증가하는 것은 100% 연신된 *i*-PP 필름의 경우에서도 보여졌으나 200% 연신이 된 필름에서는 오히려 dichroic ratio가 감소하는 것이 관찰되었다.¹⁷ 이는 충분히 배향이 된 사슬들은 열처리에 의하여 사슬들의 이완 현상이 일어나 배향이 감소하는 것이지만, 배향 정도가 적은 상태에서는 semicrystalline 구조를 가지는 *i*-PP의 경우 결정 내부의 불완전한 부분들이 열처리에 의해 완전한 결정을 형성하면서 dichroic ratio가 증가하는 것으로 여겨진다.¹⁸ 이러한 가설을 증명하기 위하여 사출성형된 *i*-PP 시편의 열처리에 따른 결정화도 변화를 DSC를 사용하여 관찰하였다. 비록 specular reflection IR 실험에서는 표면으로부터 수 micrometer 두께에 존재하는 고분자사슬들에 대한 정보를 얻는 것이며 DSC 실험으로부터 얻은 정보가 훨씬 더 깊은 곳에 있는 고분자들까지에 대한 결과이지만 Fig. 8에 보여지듯이 130°C 에서 열처리한 시편의 결정화도는 시편 모든 위치에서 증가하였다. 또한 열처리 시간에 따른 결정화도의 증가는 처음 두 시간이 지난 후 큰 변화가 없는 것이 보여졌다. 이러한 변화는 Fig. 7에 나타난 dichroic ratio의 변화와 일치하는 결과로써 열처리에 의한 재결정으로 인하여 나타나는 이러한 결정의 증가 또는 완전화가 dichroic ratio의 증가에 기여하는 것으로 생각된다.

결 론

본 연구에서는 FTIR specular reflection 실험방법을 이용하여 사출성형된 *i*-PP 시편 표면에서의 배향에 관한 조사를 수행하였다. 비접촉 external reflection 실험방법인 specular reflection 실험에 의해 얻어진 FTIR 스펙트럼을 이용하여서도 transmission 스펙트럼에서와 마찬가지로 고분자 구조와 배향에 대한 정량, 정성 분석을 할 수 있는 동시에 transmission 실험방법에서는 세기가 너무 강하여 측정하기 어려운 피크들의 분석 또한 가능함을 확인하였다. 또한 p-편광된 빛을 이용하여 specular reflection을 하였을 경우 Brewster angle에서는 스펙트럼에 대한 refractive index의 영향이 감소하여 일그러지지 않은 스펙트럼을 얻을 수 있어 정성분석에 이용할 수 있음을 확인하였다. 이러한 비접촉 실험방법을 이용하게 되면 시료가 두껍거나 불투명한 고분자 또는 복합재료의 표면 분석에 이용할 수 있고 사출, 압출 등의 여러 고분자 가공 공정 상에서 얻어지는 시료를 형태의 변형 없이 직접적인 분석이 가능하다는 장점이 있다.

사출성형된 dumb-bell 형태 시편에 대하여 사출 방향과 평행 또는 수직으로 편광이 된 IR beam을 이용하여 얻은 polarized reflection 스펙트럼으로부터 *i*-PP 결정상의 특성 피크인 997 cm^{-1} 의 dichroism을 측정하여 시편에서의 위치에 따른 고분자 사슬들의 배향 정도를 조사하였다. 사출성형된 시편에서 사출 방향으로 사슬들이 배향되었으며 시편의 위치에 따라 배향된 정도가 다름을 확인하였다. 사출성형된 *i*-PP 시편을 $130\text{ }^{\circ}\text{C}$ 에서 열처리하였을 때 시간이 증가함에 따라 997 cm^{-1} 피크의 dichroic ratio가 증가하는 경향이 보여졌는데, 이는 semicrystalline 구조를 가지는 *i*-PP의 경우 결정 내부의 불완전한 결정사슬 구조를 가진 부분들이 열처리에 의해 완전한 결정을 형성하면서 dichroic ratio가 증가하

는 것으로 생각된다.

참 고 문 헌

1. R. J. Samuels, *Macromol. Chem.*, **4**, 241 (1981).
2. R. G. Snyder and J. H. Schachtschneider, *Spectrochimica*, **20**, 853 (1964).
3. K. C. Cole, J. Guevremant, A. Aji, and M. M. Dumoulin, *Applied Spectroscopy*, **48**(12), 1513 (1994).
4. M. Claybourn, P. Colombel, and J. Chalmers, *Applied Spectroscopy*, **45**(2), 279 (1991).
5. J. Guevremont, A. Aji, K. C. Cole, and M. M. Dumoulin, *Polymer*, **36**(17), 3385 (1995).
6. A. Kaito and K. Nakayama, *Macromol.*, **25**, 4882 (1992).
7. N. J. Harrick, *Appl. Spectrosc.*, **31**, 548 (1997).
8. J. Ok and K. Song, *Polymer(Korea)*, **20**(6), 1042 (1996).
9. P. B. Coleman, "Practical Sampling Techniques for Infrared Analysis", CRC Press Inc., London, 1993.
10. A. Garton, "Infrared Spectroscopy of Polymer Blends, Composites, and Surfaces", Carl Hanser Verlag, New York, 1992.
11. J. Brandrup and E. H. Immergut, "Polymer Handbook", 3rd ed., John Wiley & Sons, 1989.
12. S. G. Lipson, "Optical Physics", 2nd ed., Cambridge University Press, Cambridge, 1981.
13. Y. Ishino and H. Ishida, *Applied Spectroscopy*, **46**(3), 504 (1992).
14. J. Karger-Kocsis, "Polypropylene Structure, Blends and Composites", vol. 1, Chapman & Hall, Cambridge, 1995.
15. Y. V. Kissin and L. A. Rishina, *Eur. Polym. J.*, **12**, 757 (1976).
16. A. Pirnia and C. S. P. Sung, *Macromol.*, **21**, 2699 (1988).
17. J. Jin, J. Ok, and K. Song, *Polym. Abstracts*, **22**(2), 82 (1997).
18. N. S. Murthy, R. G. Bray, S. T. Correale, and R. A. F. Moore, *Polymer*, **36**(20), 3863 (1995).