

연속 평판열처리에 의한 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 섬유의 미세구조 변화

홍성학[†] · 김용 · 최창남^{*} · 최희^{**} · 이웅의^{***} · 조성용^{****}

한국섬유개발연구원, ^{*}전남대학교 섬유공학과, ^{**}전남대학교 의류학과,
^{***}광주여자대학교 패션디자인 · 코디네이션학과, ^{****}전남대학교 환경공학과
(2002년 10월 28일 접수, 2003년 1월 29일 채택)

Morphological Structure of Poly(trimethylene terephthalate) Fibers Annealed by Passing on the Plate Heater

Seong Hag Hong[†], Ryong Kim, Chang Nam Choi^{*}, Hee Choi^{**},
Woong-Eui Lee^{***}, and Sung Yong Cho^{****}

Korea Textile Development Institute, 1083 Joongri-dong, Seo-ku, Daegu 703-712, Korea

^{*}Department of Textile Engineering, Chonnam National University, Gwangju, 300 Yongbong-dong, Puk-gu, Gwangju 500-757, Korea

^{**}Department of Clothing and Textiles, Chonnam National University, Gwangju, 300 Yongbong-dong, Puk-gu, Gwangju 500-757, Korea

^{***}Department of Fashion Design · Coordination, Kwangju Women's University, 165 Sanjeong-dong, Gwangsan-ku, Gwangju 506-713, Korea

^{****}Department of Environmental Eng., Chonnam National University, 300 Yongbong-dong, Puk-gu, Gwangju 500-757, Korea

[†]e-mail : shhong@textile.or.kr

(Received October 28, 2003; accepted January 29, 2003)

초록 : 연속순간 평판열처리가 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) (PTT) 섬유의 미세구조 및 물성에 미치는 영향을 고찰하기 위해 열처리 온도 및 시간을 변화시키면서 PTT 섬유를 처리하였다. X-선 회절 분석 결과 적도선 방향에서 (010)면의 회절 피크가 $2\theta = 15.6^\circ$ 에서 관찰되었으며, 열처리 온도 및 열처리 시간의 증가에 따라 X-선 회절 강도 분포 곡선은 예리해졌다. 또한 열처리 시료의 결정 크기 및 중량분율 결정화도도 열처리 온도와 열처리 시간의 증가에 따라 모두 증가하였다. 동적 점탄성 특성을 분석한 결과 열처리 온도 및 열처리 시간의 증가에 따라 $T(\tan \delta_{\max})$ 는 크게 감소하였으며, 복굴절률과 유리 전이 온도도 감소하였고, 용융 온도는 변화가 없었다. 이로부터 열처리 온도 및 열처리 시간의 증가에 따라 비결정 영역 중 분자 사슬의 충전 밀도는 낮아지고, 분자 사슬은 긴장이 완화되는 것으로 생각되었다.

ABSTRACT : Poly(trimethylene terephthalate)(PTT) fibers were treated by passing on the plate heater to study the annealing effect on the change of morphological structure and physical properties. In the X-ray diffraction curves of PTT annealed, a sharp peak at $2\theta = 15.6^\circ$ appeared and the peak intensity became stronger with the increase of annealing temperature and time. This peak was based on the (010) plane of PTT crystals. The crystallinity determined by density measurement was also increased by annealing. With the increases of temperature and time, the dynamic viscoelastic behaviors were shown to be a large reduction in $T(\tan \delta_{\max})$. The birefringence and T_g were also reduced, but the melting temperature was the same. These results mean that the molecular chains in amorphous region are transferred into the crystalline region, making the remained chains relaxed during annealing at tensionless state.

Keywords : poly(trimethylene terephthalate), plate heater annealing, crystallinity, morphological structure, physical properties.

1. 서론

최근 나일론, PET에 이은 차세대 새로운 섬유 소재로

서 주목받고 있는 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) (poly-trimethylene terephthalate ; PTT) 섬유는 기존의 PET 생산 설비를 이용하여 생산할 수 있으면서 나일론 섬유의 장

점인 부드러움, 반발성, 상압염색 등과 PET 섬유의 장점인 방오성, 날염물의 프린트성, 염색 견뢰도, 드레이프 성 등을 동시에 가진다는 점에서 미래 섬유로서 각광을 받고 있다.

그동안 에틸렌 글리콜에 비하여 고가였던 프로판디올의 가격이 저가 제조 방법의 개발과 함께 어느 정도 대량 생산이 가능하게 됨에 따라 이를 원료로 사용하는 PTT에 대한 관심이 커지고 있다. 특히 미국의 Shell Chemicals사에서 PTT 칩을 상업적으로 생산하면서 국내 화섬 생산 회사에서도 PTT를 의류용 섬유로 개발하고자 하는 연구가 활발히 진행 중에 있다.

PTT에 관한 연구는 PTT의 중합 방법이 보고된 1941년 직후인 1950년대와 1970년대에 분자구조 등 PTT 고분자의 기초분야에 대한 몇몇 연구가 진행되어 오다가 그 자취를 감추었는데, 다시 PTT에 대한 관심 고조를 반영하듯 활발한 연구가 진행되고 있다.¹⁻¹⁹

PTT는 화학적 구조에 있어 같은 방향족 폴리에스테르 계열인 PET나 PBT와 매우 유사한 형태를 갖고 있다. 그러나 PTT는 PET나 PBT가 다올 부분에서 짝수(2개, 4개)의 메틸렌 단위를 갖고 있는 반면, 홀수(3개)의 메틸렌 단위를 갖고 있어 PET나 PBT에 비하여 전혀 다른 분자 사슬 입체 형태를 갖는다.

즉, 탄소 수가 짝수인 PET와 PBT의 결정구조는 인장 하에서 메틸렌기의 입체 형태가 모두 트랜스형인 완전히 펼쳐진 사슬이면서 1개의 단량체 단위가 1개의 결정 단위 격자를 형성하여 결정 c 축 방향의 길이와 사슬이 완전히 펼쳐진 길이가 PET의 경우 98%, PBT(α 형)의 경우는 88%이고, PBT(β 형)은 96%로 거의 같다.⁶

그러나 탄소 수가 홀수인 PTT의 경우는 인장에 상관없이 트랜스-고시-고시-트랜스형의 펼쳐진 지그재그 형태를 이루며 두 개의 단량체가 1개의 결정 단위 격자를 형성하면서 단량체와 단량체가 약 60° 정도의 각도를 가진 나선형 구조이기 때문에 결정 c 방향의 길이가 사슬이 완전히 펼쳐진 길이의 75%에 불과하다. 이러한 이유로 PTT의 경우 신장을 시키면 마치 스프링이 늘어나는 것처럼 결정의 결합각 회전과 결합각이 변하면서 늘어난다.¹

이와 같이 PTT는 단위 결정 격자 내에서 PET나 PBT와는 다른 분자 사슬 입체 형태를 취함에 따라 PET나 PBT와는 전혀 다른 특성을 나타내며, 섬유 상태의 특성도 PET나 PBT 섬유와는 커다란 차이를 나타낸다.

한편, 화학구조, 분자량 및 분자량 분포 등 1차 구조의 섬유물성에 미치는 영향은 분자의 미세구조를 거쳐 나타난다.² 실제로 사용되고 있는 의류용 섬유의 가공

특성이나 물성을 지배하는 것은 결정 영역뿐만 아니라 비결정 영역이 중요하게 작용하는 경우가 많다. 예를 들면 섬유의 흡습성, 염색성, 여러 가지 물성의 경시변화 등은 비결정 영역과 밀접한 관계가 있다. 또한 종래 결정 영역에 관련하고 있다고 생각했던 인장강도, 탄성률 등에 대한 결정 영역 이외에 비결정 영역의 중요성이 점점 더 높아지고 있다.

섬유는 제품화되기까지 수많은 열이력을 동반하며, 열이력의 차이에 의해 섬유의 물성이 크게 달라지기 때문에 열이력에 의한 섬유의 물성 변화 예측은 매우 중요한 연구 분야이다.

PTT 섬유의 경우도 열처리에 대한 연구가 몇몇 보고되었다.³⁻⁵ 그러나 대부분 평이한 온도 범위와 공업적으로 응용할 수 없을 정도의 장시간 열처리에서의 연구이다. 즉, PTT 섬유의 T_m 부근의 고온과 공업적으로 적용할 수 있는 순간적인 열처리 시간 범위의 연구보고는 찾아 볼 수 없었다.

따라서 본 연구에서는 공업적으로 이용이 가능한 열처리 장치를 이용하여 $160\sim 200^\circ\text{C}$, $0.15\sim 0.8$ 초의 연속 순간 평판열처리를 실시하고, X-선 회절계, 그리고 DMA 및 DSC 등을 이용하여 PTT 섬유의 결정 및 비결정 영역의 미세구조 변화를 고찰하였다.

2. 실험

연속순간 평판열처리 PTT 섬유의 제조. 본 연구에서 사용한 PTT 섬유는 PTT 75d/72f SDY 필라멘트사(휴비스사, 한국)를 정련 등 별도의 공정 없이 그대로 시험에 사용하였다.

PTT 섬유의 연속순간 평판열처리 장치는 Draw Texturing Machine TH212 (AIKI Seisakusyo LTD, Japan)을 사용하였다. 사용한 연속순간 평판열처리 장치의 모식도는 Figure 1에, 시료의 제조 조건은 Table 1에 나타내었다.

PTT 섬유의 열처리 온도는 비교적 고온인 160°C 부터 200°C 까지 10°C 간격으로 조정하였으며(200°C 이상의 열처리 온도에서는 PTT 섬유가 일부 용융되어 균일한 시료를 제조할 수 없었다), 열처리 시간은 히터의 표면을 통과하는 PTT 섬유의 속도를 400, 300, 200, 120, 75 m/분으로 변화시켜 열처리 시간을 각각 0.15, 0.2, 0.3, 0.5, 0.8초로 조정하여 25종의 연속순간 열처리 시료를 제조하였다.

열처리 시간은 PTT 섬유와 히터 면과의 접촉 시간으로서 열처리 시간의 조정은 열처리 영역 상하의 공급 롤러 ②와 연신 롤러 ④의 회전 속도로 조정하였으

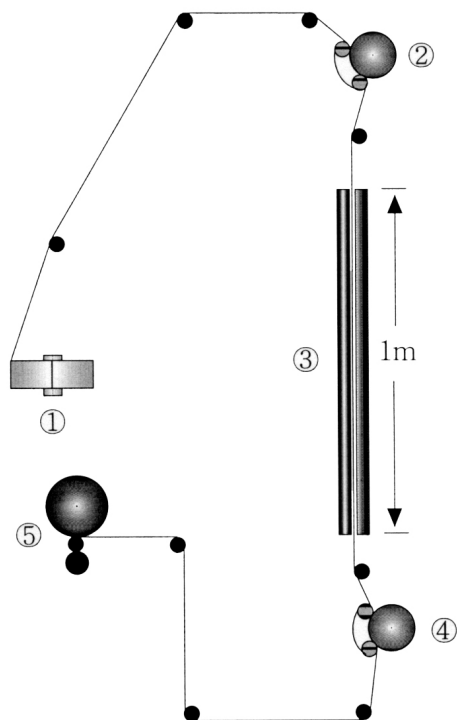


Figure 1. Schematic diagram of plate heater annealing apparatus. ① PTT filament, ② feed roller, ③ heater, ④ draw roller, ⑤ winder.

Table 1. Annealing Conditions for PTT Filament

temperature(°C)	time(sec)	yarn speed (m/min)
160, 170, 180, 190, 200	0.15	400
	0.2	300
	0.3	200
	0.5	120
	0.8	75

며, 시료 제조시 연신비에 따른 물성 변화를 피하기 위해 공급 롤러와 연신 롤러의 회전비를 같게 하였다.

X-선 회절 분석. PTT 섬유의 열처리 전후에 있어서 L_{010} 의 측정은 X-선 회절계(D/MAX 1200, Rigaku Co., Japan)를 사용하였다. X-선 광원은 Ni 필터로 여과한 Cu-K α ($\lambda = 1.54 \text{ \AA}$)을 이용하여 적도선 방향으로 회절시켜 X-선 회절강도 곡선을 얻었고, 아래의 식에 의해 L_{010} 을 구하였다.

$$L_{010} = \frac{K \cdot \lambda}{\beta \cdot \cos \theta} \quad (1)$$

여기서, L_{010} : (010) 면의 크기($\text{\AA}$)

K : 결정형성 인자($K=1$)

λ : X-선의 파장

β : 반가폭

θ : 피크의 Bragg 각

결정화도. 각 시료의 밀도(ρ)는 n -헵탄 (0.684 g/cm^3)과 CCl_4 (1.632 g/cm^3)로 이루어진 $25 \pm 0.5 \text{ }^\circ\text{C}$ 의 밀도구배관을 이용하여 측정하였고, 이를 이용하여 아래의 식에 따라 중량 분율 결정화도 (X_c)를 구하였다. 이때 100% 결정성 PTT의 밀도(1.43 g/cm^3)와 100% 비결정 PTT의 밀도(1.30 g/cm^3)는 문헌상의 값을 취하였다.⁷

$$X_c = \frac{\sigma_c(\sigma - \sigma_a)}{\sigma(\sigma_c - \sigma_a)} \quad (2)$$

여기서, X_c : 중량분율 결정화도

σ : 시료의 측정 밀도 (g/cm^3)

σ_a : 100% 비결정 PTT의 밀도 (1.30 g/cm^3)

σ_c : 100% 결정 PTT의 밀도 (1.43 g/cm^3)

동적 점탄성. 온도에 따른 비결정 분산의 정도는 동적 점탄성 측정장치(Rheovibron DDV-01FP, Orientec, Japan)를 이용하였다. 진동수 110 Hz, 파지길이 4 cm, 승온속도 $2 \text{ }^\circ\text{C/분}$, 온도범위 $30 \sim 220 \text{ }^\circ\text{C}$ 로 하여 저장탄성률(E')과 손실탄성률(E'')을 측정하여 최대의 $\tan \delta$ 값을 나타내는 온도, $T(\tan \delta_{\max})$ 를 구하였다.

복굴절률. PTT 섬유의 복굴절률은 편광현미경(Nikon Ltd., Optiphot-Pol, Japan)을 이용하여 파장 546 nm인 단색광을 사용, 시료별로 5회씩 지연(retardation)을 측정하고 이로부터 복굴절률을 계산하였다.

$$\Delta n = \frac{r}{d} \quad (3)$$

여기서, Δn : 시료의 복굴절

r : 지연(nm)

d : 직경(nm)

열분석. 열처리 시료의 T_g 및 T_m 의 측정은 differential scanning calorimeter (DSC, Shimadzu Ltd., Japan)를 이용하여 분석하였다. 승온속도는 $8 \text{ }^\circ\text{C/분}$, 최종 온도는 $250 \text{ }^\circ\text{C}$ 이었다.⁸

3. 결과 및 토론

미세구조. Figure 2는 공급 롤러와 연신 롤러의 속도비를 일정하게 유지하여 롤러의 속도비(연신비)에 따른

연속순간 열처리 시료의 미세구조 변화의 가능성을 배제한 상태로 열처리 시간 0.5초에서 열처리 온도를 160 부터 200 °C까지 변화시키면서 연속순간 열처리한 PTT 시료의 적도선 방향의 X-선 회절강도분포 곡선 변화이

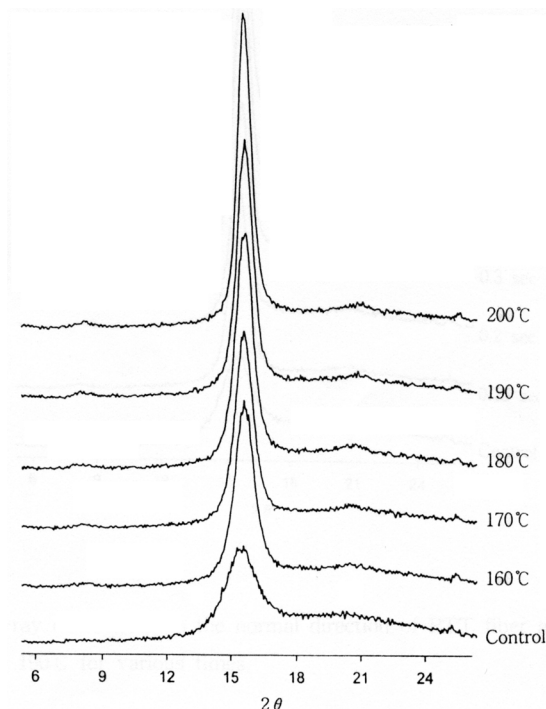


Figure 2. X-ray diffractions to the normal direction of PTT fiber annealed for 0.5 second at various temperatures.

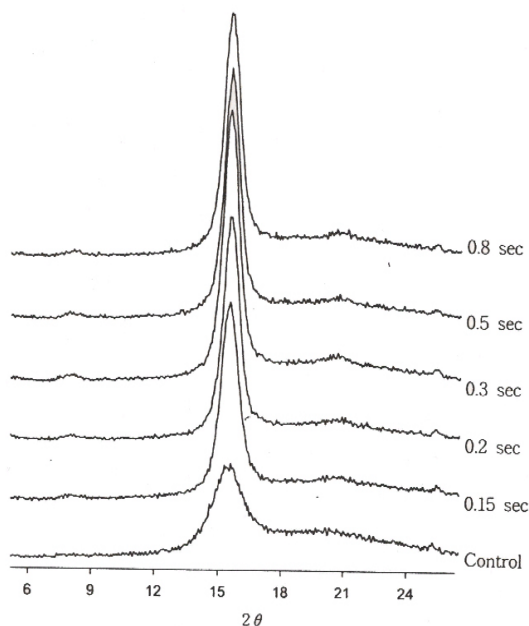


Figure 3. X-ray diffractions to the normal direction of PTT fiber annealed at 190 °C for various times.

고, Figure 3은 열처리 온도 190 °C에서 열처리 시간을 0.15, 0.2, 0.3, 0.5 및 0.8초로 변화시키면서 연속순간 열처리한 PTT 시료의 적도선 방향의 X-선 회절강도분포 곡선이다.

적도선 방향에서 (010)면의 회절 피크가 $2\theta = 15.6^\circ$ 에서 관찰되었다. 미처리 시료의 경우 X-선 회절강도분포 곡선이 완만하지만 160 °C에서 열처리된 PTT 섬유는 미처리 시료에 비하여 X-선 회절강도분포 곡선은 급격히 예리해짐을 보였고, 그 이상의 온도에서도 그 예리한 정도는 꾸준히 증가하였다. 이는 열처리 온도를 증가시킴에 따라 PTT 섬유의 결정성이 증가함을 의미하는 것으로써 열처리 온도 증가에 따라 연속순간 열처리된 PTT 섬유의 결정성이 증가하는 것을 알 수 있었다.

Figure 4는 X-선 회절계를 이용하여 연속순간 열처리 시료의 X-선 회절 강도를 얻고, 이를 이용하여 (010)면의 크기를 측정된 결과를 나타낸 것이다. 미처리 시료의 L_{010} 은 41.8 Å이던 것이 열처리 시간 0.5초에서 열처리 온도를 160 °C부터 10 °C간격으로 200 °C까지 증가시킨 결과 각각 79.5, 84.8, 89.2, 99.2 그리고 117.5 Å으로 증가하였고, 열처리 온도 190 °C에서 열처리 시간을 0.15초에서부터 0.8초까지 증가시켰을 때도 L_{010} 은 증가하였다. L_{010} 의 증가 경향은 본 논문의 열처리 온도 범위(160~200 °C)와 열처리 시간 범위 (0.15~0.8초) 내에서 열처리 온도에 의한 변화가 열처리 시간에 의한 변화에 비하여 보다 현저하였다. 이와 같이 PTT 섬유의 L_{010} 이 증가하는 것은 섬유 중 비결정 영역 분자사슬의 운동성이 증가하여 사슬이 재배열함에 따라 결정 부분과 비결정 부분의 계면인 준결정 영역에서 결정화가 일어나 결정 영역이 증가하였기 때문으로 생각된다.

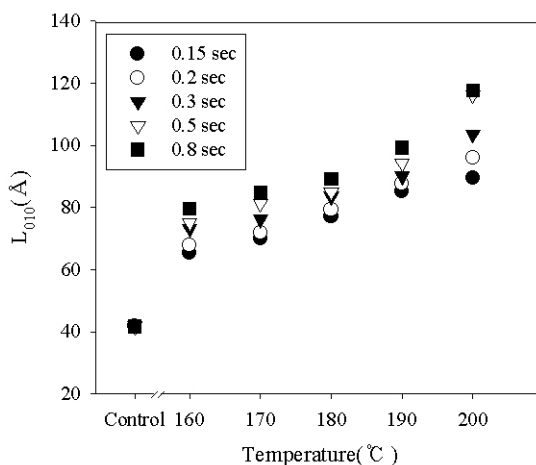


Figure 4. L_{010} of PTT filaments annealed at various temperatures and times.

이를 확인하기 위하여 연속순간 열처리 시료의 중량분을 결정화도를 측정해 보았으며, 이를 Figure 5에 나타내었다. 중량분을 결정화도는 CCl_4 와 n -헵탄으로 이루어진 밀도구배관에서 시료의 밀도를 구하고, 식 (2)에 대입하여 중량분을 결정화도를 결정하였다. 미처리 시료의 밀도는 1.386 g/cm^3 로서 결정화도는 65.4%이었다. 열처리 시간 0.5초에서 열처리 온도를 160부터 200 °C까지 증가시키에 따라 각각의 결정화도는 68.7%에서부터 71.6%로 증가하였고, 열처리 온도 190 °C에서 열처리 시간을 0.15초에서 0.8초까지 증가시키에 따라 결정화도는 각각 68.9%에서부터 70.0%로 증가하였다.

Kenji Kamide 등은² 방사속도를 2~9 km/분까지 1 km/분씩 변화시키면서 제조한 PET 섬유에 대하여 연신비 1의 조건에서 열처리 온도 변화(열처리 온도 240 °C, 열처리 시간 1초)에 따른 결정화도 및 L_{100} 의 변화를 고찰하였다. 그 결과 5 km/분 이하의 방사속도에서 제조한 PET 섬유는 열처리에 의해 결정화도와 L_{100} 이 증가하였는데, 결정화도의 증가율에 비하여 L_{100} 의 증가율이 훨씬 높았고, 6 km/분 이상의 방사속도에서 제조한 PET 섬유의 경우는 결정화도의 증가율과 L_{100} 의 증가율이 유사하다고 하였다. 본 연구에서도 열처리 온도 및 열처리 시간의 증가에 따라 결정화도와 L_{010} 은 증가하였고, 결정화도의 증가 경향은 L_{010} 의 증가 경향과 유사한 결과를 나타내었으나, 그 변화량에는 많은 차이가 있었다. 즉 200 °C에서 0.5초 동안 연속순간 열처리한 시료의 결정화도는 약간 증가하였으나 L_{010} 은 크게 증가하였다. 이것은 분자 구조의 불균일성, 결정 결함 등 내재된 오류와 측정방법의 정확성이 부족하여 결정화도에 비해 결정 크기가 과장되어 나타난 것으로 생각된다.

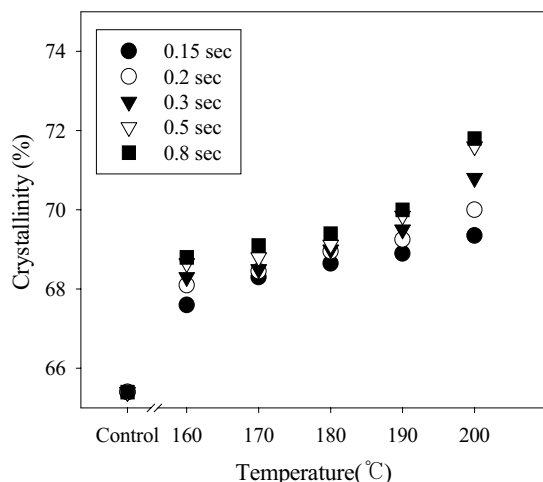


Figure 5. Crystallinity of PTT filaments annealed at various temperatures and times.

이상과 같이 PTT 섬유는 열처리 온도의 증가와 열처리 시간의 증가에 따라 결정화도 및 L_{010} 이 증가하여 결정성이 증가하였다.

한편, 비결정영역에서의 변화 거동을 알아보기 위하여 연속순간 평판열처리 시료의 동적 점탄성 거동 변화와 복굴절률을 측정해 보았다. Figure 6에 열처리 온도 및 열처리 시간 변화에 대한 $T(\tan \delta_{\max})$ 의 변화를 나타내었으며, Figure 7에 열처리 시간 0.5초에서 열처리 온도를 160부터 200 °C까지 변화시킨 시료의 복굴절률 변화를 나타내었다. 미처리 시료의 $T(\tan \delta_{\max})$ 는 106.9 °C이었으며, 열처리 시간 0.5초에서 열처리 온도를 160에서 200 °C까지 증가시키에 따라 $T(\tan \delta_{\max})$ 는 각각 103.9, 102.3, 99.9, 96.8 및 92.5 °C로 점차 감소하였고, 파장 546 nm의 단색광을 사용하여 각 시료의 지연을 측정하여 구한 복굴절률은 열처리 온도 및 열처리 시간의 증가

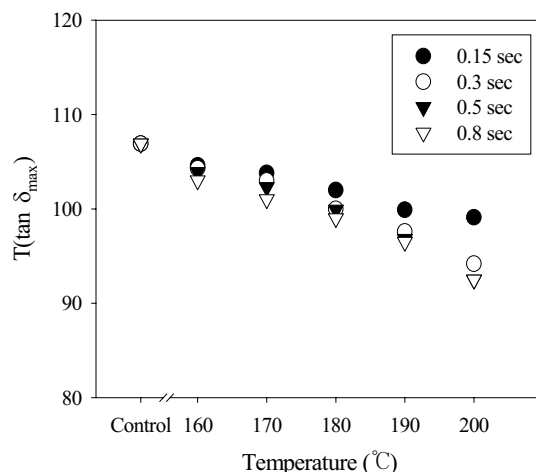


Figure 6. $T(\tan \delta_{\max})$ change of PTT filaments annealed at various temperatures and times.

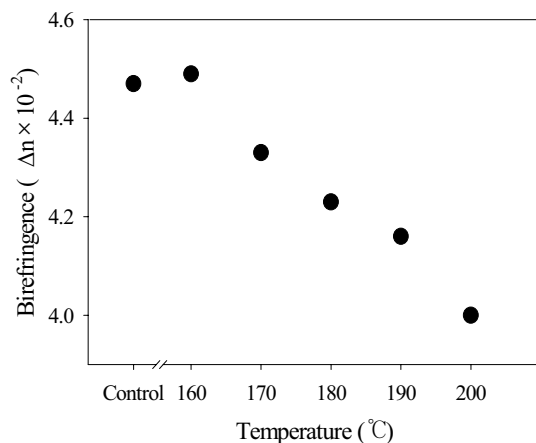


Figure 7. Birefringence of PTT filaments annealed for 0.5 sec at various temperature.

에 따라 감소하였다.

$T(\tan\delta_{\max})$ 는 비결정 영역 중 분자 사슬의 긴장 정도 및 분자 사슬의 충전 밀도에 대응하는 값으로서 $T(\tan\delta_{\max})$ 값이 작아질수록 비결정 영역 중의 분자 사슬은 이완되고, 충전 밀도가 낮은 부분이 많아진다는 것을 의미하며,²⁰ 복굴절률에 의한 측정값은 비결정 부분의 분자 사슬의 배향 정보를 제공해 준다.

동적 점탄성 거동 변화와 복굴절률 변화를 측정한 결과 열처리 온도 및 열처리 시간의 증가에 따라 결정화도가 증가하여 비결정 영역의 양이 감소하였고, L_{010} 의 증가와 비결정 영역 중의 분자 사슬이 이완되어 비결정 분자 사슬의 운동을 방해하는 정도가 적어져 비결정 영역 중 분자 사슬의 충전 밀도가 낮아졌다. 또한 비결정 영역 분자 사슬의 운동성 증가에 따라 일어나는 긴장된 분자 사슬의 완화 현상에 기인하여 복굴절률이 감소하였다.

즉, 열처리 온도 및 열처리 시간이 증가함에 따라 비결정 영역의 양과 비결정 영역 중 분자 사슬의 충전 밀도가 낮아졌고, 긴장된 분자 사슬이 완화된 것으로 추정된다.

이상의 미세구조 측정 결과 배향된 PTT 섬유를 연속 순간 열처리하면 비결정 영역 분자 사슬의 운동성이 증가하여 사슬이 재배열함에 따라 결정 부분과 비결정 부분의 계면인 준결정 영역에서의 결정화 진행과 비결정 영역의 양 및 분자 사슬의 충전 밀도 감소로 인하여 결정 영역의 결정성이 증가하면서 비결정 영역 분자 사슬의 완화 현상이 동시에 일어나는 것으로 사료된다.

열적 특성. 섬유 고분자 물질에 대한 열처리의 효과는 결정화가 현저하게 진행되는 경우와 결정화의 증가는 적지만 비결정 영역의 완화가 주로 진행되는 경우로 나눌 수 있다. 전자의 경우는 T_g 가 상승하고, 후자의 경우는 불변 혹은 저하하는 경향이 있는데 특히 연신에 의하여 T_g 가 상승된 시료를 열처리한 경우에 관찰된다.

Figure 8은 승온 속도 8 °C/분에서 미처리 시료와 열처리 시간 0.5초에서 열처리 온도를 변화시킨 연속순간 평판열처리 PTT 시료의 DSC 열분석도이다. 비결정성 고분자의 비결정 부분과 관계가 밀접한 T_g 는 미처리 시료의 경우 67.7 °C에서 관찰되었으며, 열처리에 의해 모두 67 °C 이하로 감소하였다. 냉결정화 피크는 모든 시료에서 관찰되지 않았으며, T_m 은 224 °C 부근에서 관찰되었다.

Figure 9~10은 T_g 와 T_m 의 변화에 미치는 열처리 온도 및 열처리 시간의 영향을 미처리 시료와 비교하여 나타낸 것이다. 열처리 시간 0.5초에서 열처리 온도를

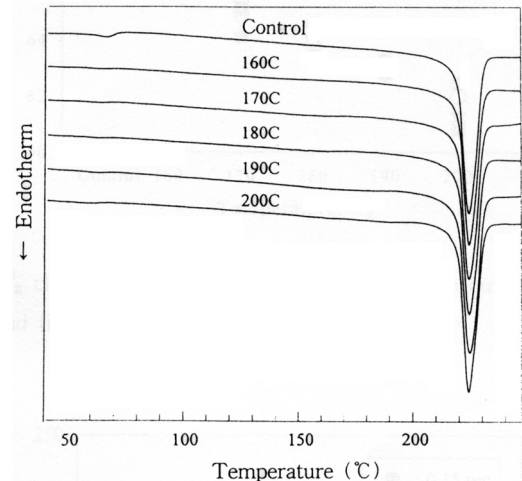


Figure 8. DSC thermograms of PTT filaments annealed for 0.5 sec at various temperature.

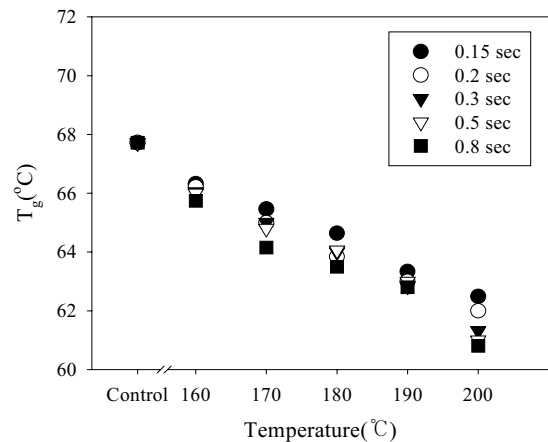


Figure 9. T_g change of PTT filaments annealed at various temperatures and times.

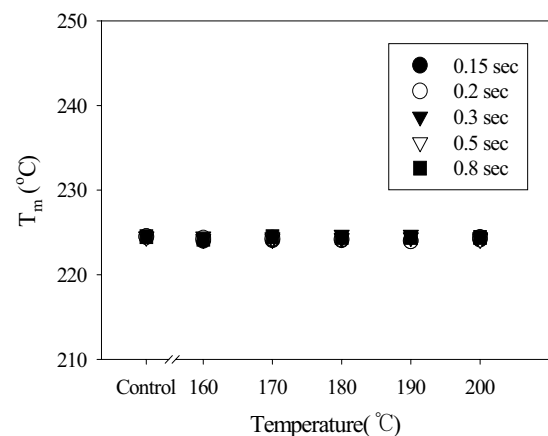


Figure 10. T_m change of PTT filaments annealed at various temperatures and times.

160에서 200 °C까지 증가시킴에 따라 T_g 는 66.0, 64.8, 64.1, 63.0, 61.0 °C로 감소하여 미처리 시료에 비해 최대 6.7 °C 감소하였다. 또한 열처리 온도 190 °C에서 열처리 시간을 0.15초에서부터 0.8초로 길게 하였을 때의 T_g 는 현저하지는 않지만 약간씩 감소하였다. 연속순간 열처리된 PTT 섬유의 T_g 감소 현상은 열처리 온도의 증가에 따라 비결정 영역의 분자 사슬 배향의 완화에 의한 것으로 생각되며, 열처리 시료의 T_g 에 미치는 영향은 본 논문의 실험 범위에서 열처리 시간에 비하여 열처리 온도의 영향이 현저하였다. T_m 은 미처리 시료의 경우 224 °C이었고, 열처리 온도 및 열처리 시간을 증가시켜도 T_m 은 224 °C에서 크게 벗어나지 않았다. 즉 PTT 섬유를 연속순간 평판열처리함에 따라 T_m 은 변화하지 않았고, T_g 만 낮아졌다.

4. 결론

연속순간 평판 열처리가 PTT 섬유의 미세구조 및 물성 변화에 미치는 영향을 고찰하기 위해 열처리 장치를 이용하여 열처리 온도 및 시간을 변화시키면서 PTT 섬유를 처리하였다. 처리된 시료에 대하여 X-선 회절계, DMA, 편광현미경, DSC, 밀도구배관 등을 이용하여 결정 크기, 결정화도, 동적 점탄성 특성, 복굴절률, 유리전이온도, 및 용융온도 등을 측정하여 결정 영역과 비결정 영역의 미세구조 변화를 고찰한 결과 다음과 같은 결론을 얻을 수 있었다.

1) X-선 회절 분석 결과 적도선 방향에서 (010)면의 회절 피크가 $2\theta = 15.6^\circ$ 에서 관찰되었으며, 열처리 온도 및 열처리 시간의 증가에 따라 X-선 회절강도분포 곡선은 예리해졌다. 또한 열처리 시료의 결정 크기는 열처리 온도와 열처리 시간의 증가에 따라 모두 증가하였으며, 중량분율 결정화도도 열처리 온도 증가와 열처리 시간의 증가에 따라 증가하였다. 이로부터 열처리 온도 및 열처리 시간의 증가에 따라 결정성이 증가하는 것을 확인할 수 있었으며, 그 영향은 열처리 온도의 변화가 열처리 시간의 변화에 비하여 현저하였다.

2) 동적 점탄성을 분석한 결과 열처리 온도 및 시간의 증가에 따라 $T(\tan\delta_{\max})$ 는 점차 감소하였으며, 복굴절률과 T_g 도 감소하였고, T_m 은 변화가 없었다. 이로부터 열처리 온도 및 시간의 증가에 따라 비결정 영역 중 분자 사슬의 충전 밀도는 낮아지고, 분자 사슬은 긴장

이 완화되는 것으로 생각되었다. 즉 PTT 섬유를 연속순간 평판열처리하면 결정성이 증가하며, 비결정 영역의 분자 사슬 충전 밀도가 낮아지고, 분자 사슬이 완화되었다.

References

1. I. J. Desborough, I. H. Hall, and J. Z. Neisser, *Polymer*, **20**(5), 545 (1979).
2. K. Kamide, T. Kuriki, S. Manabe, and M. Iwata, *J. Text. Mach. Soc. Japan*, **38**(5), 28 (1985).
3. P. R. Oh, K. J. Kim, and Y. H. Kim, *J. Korean Fiber Soc.*, **36**(2), 132 (1999).
4. Y. H. Kim, K. J. Kim, and K. M. Lee, *J. Korean Fiber Soc.*, **34**(12), 860 (1997).
5. K. M. Lee, K. J. Kim, and Y. H. Kim, *Polymer(Korea)*, **23**(1), 56 (1999).
6. R. Jakeways, T. Smith, I. M. Ward, and M. A. Wilding, *J. Polym. Sci., Polym. Lett. Ed.*, **14**, 41 (1976).
7. H. H. Chuah, *Macromolecules*, **34**(20), 6985 (2001).
8. C. C. Gonzalez, J. M. Perena, and A. Bello, *J. Polym. Sci., Polym. Phys. Ed.*, **26**, 1397 (1987).
9. H. H. Cho, S. H. Joo, and T. Kikutani, *J. Korean Fiber Soc.*, **38**(9), 429 (2001).
10. R. Jakeways, I. M. Ward, and M. A. Wilding, *J. Polym. Sci., Polym. Phys. Ed.*, **13**, 799 (1975).
11. I. M. Ward, M. A. Wilding, and H. Brody, *J. Polym. Sci., Polym. Phys. Ed.*, **14**, 263 (1976).
12. S. P. Dandurand, S. Perez, J. F. Revol, and F. Brisse, *Polymer*, **20**(4), 419 (1979).
13. I. M. Ward and M. A. Wilding, *Polymer*, **18**(4), 327 (1977).
14. E. Ponnusamy and T. Balakrishnan, *Polym. J.*, **17**(3), 473 (1985).
15. Y. H. Park, S. K. Noh, and J. H. Kim, *J. Korean Fiber Soc.*, **36**(7), 501 (1999).
16. Y. H. Kim, H. M. Lee, and J. C. Kim, *J. Korean Fiber Soc.*, **37**(2), 118 (2000).
17. D. H. Baik and K. H. Min, *J. Korean Fiber Soc.*, **37**(11), 629 (2000).
18. G. Chen, X. Huang, and L. Gu, *Sen'i Gakkaishi*, **56**(8), 397 (2000).
19. S. S. Jang and W. H. Jo, *Fibers and Polymers*, **1**(1), 18 (2000).
20. T. Kuriki, S. Manabe, and K. Kamide, *J. Text. Soc. Japan*, **38**(8), T150 (1985).