

PET 초극세사의 열처리 및 염색성

정민식, 정동석, 김경효, 이문철

부산대학교 섬유공학과

1. 서 론

폴리에스테르(PET) 섬유는 그 우수한 특성 때문에 여러 분야에서 다양한 용도로 사용되어 왔다. 그러나 생활이 풍요로워짐에 따라 의류품에 대한 가치관이 강하고 오래 쓸 수 있는 제품에서 태에 대한 질적 향상을 도모하는 섬유제품을 요구하기에 이르렀으며 천연 섬유에서는 얻지 못하는 합성섬유 특유의 감성을 특징으로 하여 전개를 시도한 “신합섬”은 더욱 새로운 감성, 다기능성을 추구하여 새로운 제품의 개발이 계속되고 있다. 이 중 PET 초극세사 섬유는 용도의 전개가 확대되고 있는 추세에 있으나, 섬유의 세섬도화로 인해 표면의 특성, 염색성 및 물성 등이 일반 PET 섬유사와는 다르며, 이에 대한 연구도 이루어지고 있으나 아직까지는 미흡한 실정이다.

PET 직물은 일반적으로 형태 안정성을 향상시키기 위해 열 고정을 실시하는데, 이것은 섬유에 유리전이점 이상의 온도를 가하여 분자간의 결합력을 작게 하므로써 분자 내부의 응력 완화로 인해 분자가 재배열하게 되어 형태안정성을 부여하고 있다. PET 섬유는 열처리 온도에 의해 미세구조가 변화하며, 그 결과 염색성과 화학적 성질에 영향을 미친다. 즉 열처리 온도가 증가함에 따라 결정화도, 결정의 크기 및 결정영역의 배향도는 증가하고 비결정 영역의 배향도는 감소한다고 알려져 있다[1~3]. 이는 온도가 증가함에 따라 결정영역에서는 섬유 축 방향으로 힘을 받기 때문에 배향도가 증가하고 비결정영역의 분자들은 유동성이 커지고 이완되므로 랜덤한 상태가 되어 배향도가 감소하게 된다 [6].

본 연구에서는 PET 초극세사 필라멘트와 일반 PET사의 다양한 온도에 대하여 긴장상태와 무긴장 상태에서의 열처리에 따른 염색성과 구조변화를 고찰하였다.

2. 실험

2.1 시료 : 초극세 PET 필라멘트 130d/48f (해도형<36분할>, monodenier 0.05d) 및 일반 PET 필라멘트 75d/36f (monodenier 2.08d)를 사용하였다. 초극세사(0.05d)는 NaOH 1%욕에서 100℃, 30분간 용출, 정련하여 초극세사로 발현시켜 실험용 시료로 하였다. 일반 PET사의 경우는 탄산나트륨 1g/L와 모노겐 1g/L 수용액에서 80℃, 20분간 정련하였다.

2.2 열처리 : 긴장 및 무긴장 상태에서 열처리하였다. 긴장 열처리는 특수제작한 stainless winder에 약 200회 감아 긴장하에서 열풍 건조기를 사용하여 여러 가지 온도 (120℃, 140℃, 160℃, 180℃, 200℃, 220℃)에서 10분간 실시하였다. 무긴장 열처리의 경우

는 이완상태에서 위와 같은 조건으로 하여 실시하였다.

2.3 염색 및 알칼리 감량 : 염료는 분산염료 Disperse Red 60 (Dianix Red FB-E)을 사용하였다. 염료농도 1×10^3 mol/L, 욕비 500:1, pH 5.0 (아세트산/아세트산 나트륨 완충액)의 염욕으로 하여 100℃에서 염색 속도 및 평형실험을 하였다. 염색 후 표면의 미반응 염료를 제거하기 위하여 냉 아세톤으로 씻은 후 실온 건조하였다. 염색 시료의 염착량의 측정은 95~100℃에서 100% DMF로 반복 추출하여 비색 정량하였다. 열처리에 따른 알칼리 감량은 5% NaOH 수용액에서 90℃, 60분간 처리 후 정련하였다.

2.4 구조분석 : 처리시료의 결정 및 결정배향도를 평가하기 위해서 광각 X-선 회절 분석을 하였다[4]. 밀도는 사염화탄소(비중:1.59)와 헵탄(비중:0.68)의 혼합액을 이용하여 밀도구배관법에 의하여 23℃에서 측정하였으며, 열분석은 시차주사열량계(Shimadzu DSC-50, Japan)를 사용하여 승온속도 10℃/min으로 측정하였다. 배향성을 평가하기 위해서 편광현미경을 사용하여 복굴절을 측정하였다.

3. 결과 및 고찰

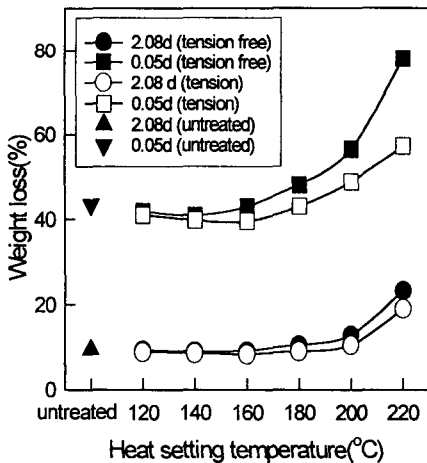


Figure 1. Effect of heat setting temperature on weight loss of PET fibers by NaOH hydrolysis.

며 220℃에서는 다시 염색속도가 증가함을 알 수 있다. 160℃에서 염색속도가 감소하는 이유는 160℃부근에서는 미결정 입자의 급성장과 동시에 비결정의 크기가 증대되어지기 때문이라 생각된다[4]. 한편 초극세사의 경우는 220℃에서 긴장 열처리한 시료의 염색속도가 가장 느림을 보이고 있다. 이러한 현상은 220℃ 열처리에 의한 높은 수축률에 의해 긴장시 배향성의 증가가 큰 것에 기인하는 것으로 여겨진다.

Figure 4는 긴장 열처리에 따른 초극세사의 염색속도를 나타낸 것이다. 일반사와는 달리 160℃ 이후에도 열처리 온도가 증가할수록 계속해서 염색속도가 감소함을 볼 수 있다.

초극세사(0.05d)와 일반사(2.08d)를 각 온도에서 열처리 한 후 NaOH 5% 욕에서 100℃, 60분간 알칼리에 의해 일어난 감량을 Figure 1에 나타냈다. 그림에서 알 수 있듯이 섬도가 작을수록 표면적이 증가하기 때문에 감량이 증가함을 알 수 있고, 알칼리 가수분해에 의한 PET 섬유 감량은 열처리온도 140~160℃ 부근에서 최소값을 나타내며[5], 그 이상에서는 다시 증가하였다.

Figure 2와 Figure 3은 초극세사와 일반사의 미처리 시료와 열처리 온도 160℃ 및 220℃에서의 긴장과 무긴장 상태에서 처리한 시료의 염색속도 곡선을 나타낸 것이다. 일반사의 경우는 160℃에서 염색속도가 가장 느리게 나타났으며

Figure 5는 긴장 및 무긴장하에서의 열처리 온도에 따른 2.08d와 0.05d의 평형 염착량을 나타낸 것이다. 일반사의 경우 열처리 온도가 증가함에 따라 무긴장 열처리시 처리 온도가 증가함에 따라 미처리 시료에 비해 평형 염착량은 감소하며 160°C 부근에서 최소 염착량을 보인후 처리 온도가 계속 높아짐에 따라 평형 염착량의 증가를 나타내고 있다. 긴장 열처리의 경우 180~200°C 부근에서 최소 염착량을 나타낸다. 0.05d의 경우는 무긴장 열처리 시료가 180°C에서 최소값을 나타내지만 긴장 열처리의 경우 염착량은 열처리 온도가 증가함에 따라 계속해서 감소함을 알 수 있다.

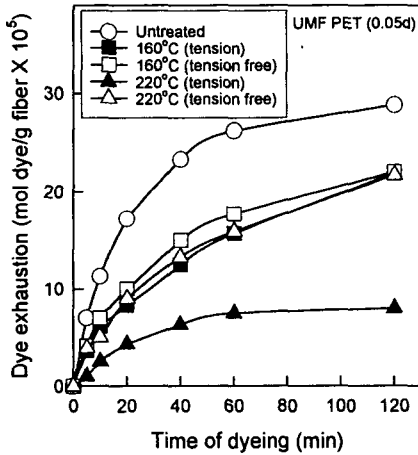


Figure 2. Rate of dyeing of ultramicrofiber PET filaments.

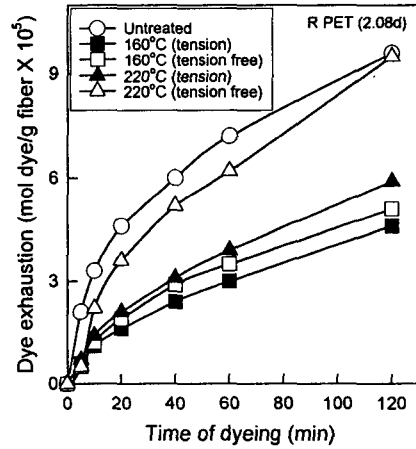


Figure 3. Rate of dyeing of the regular PET filaments.

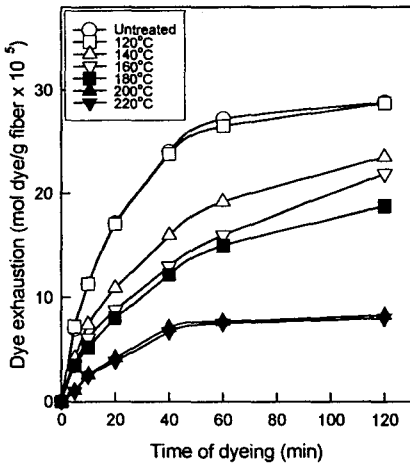


Figure 4. Rate of dyeing of PET ultramicrofiber by heatset treatment under tension.

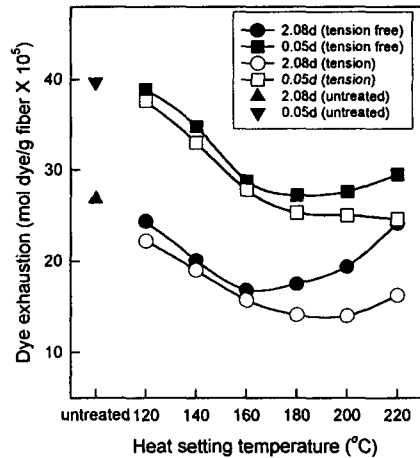


Figure 5. Effect of heat setting temperature on dye exhaustion.

Figure 6과 Figure 7은 초극세사와 일반사의 열처리 온도에 따른 광각 X선회절 곡선을 나타낸 것으로 $2\theta = 17.8^\circ$, 23.1° 및 26.4° 부근에서 각각 (010), ($\bar{1}10$), (100)면의 회

절이 나타나며 열처리 온도가 증가할수록 회절곡선이 예리해짐을 알 수 있다. 이것은 열 고정에 따른 배향결정화에 의한 것으로 열처리 온도가 증가함에 따라 결정의 배향이 증가하고 결정의 분율을 또한 증가한다고 보여진다. 특히 초극세사의 경우 220℃ 긴장 열처리 시 X-선 회절 곡선에 있어서 강도(intensity)가 크게 증가하였다.

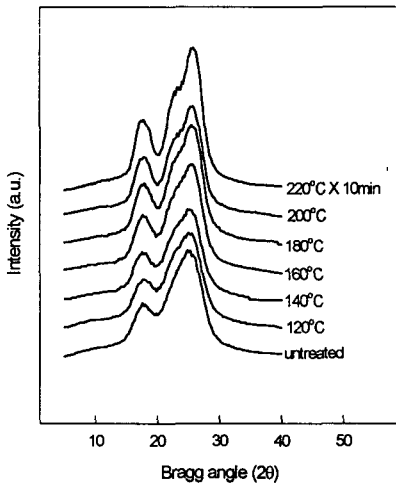


Figure 6. Wide angle X-ray equatorial scan of ultramicrofiber PET filaments under tension vs. heat setting temperature.

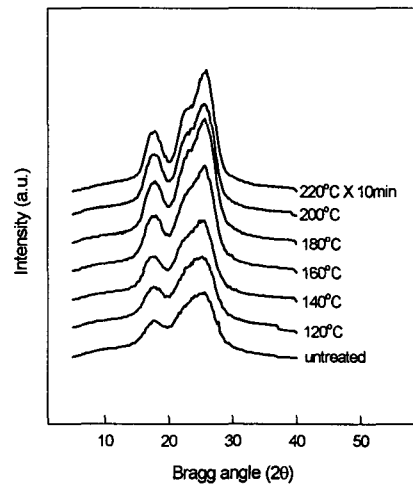


Figure 7. Wide angle X-ray equatorial scan of regular PET filaments under tension vs. heat setting temperature.

4. 참고 문헌

1. V. B. Gupta, M. Kumar, and M. L. Gulrajani, *Text. Res. J.*, **45**, 463(1975).
2. S. Niu and T. Wakida, *Text. Res. J.*, **62**, 575(1992).
3. C. D. Bechev and J. T. Mixhinev, *J. Appl. Polym. Sci.*, **45**, 29(1992).
4. G. Valk, G. Jellinek, and U. Schroder, *Text. Res. J.*, **50**, 46(1980).
5. S. Niu and T. Wakida, *Text. Res. J.*, **63**, 346(1993).
6. J. O. Warwicker, *J. Soc. Dyers Colour.*, **88**, 142(1972).