

# 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 섬유의 알칼리 가수분해거동

이희민, 김영호

승실대학교 섬유공학과

## 1. 서 론

Poly(trimethylene terephthalate)(PTMT)는 poly(ethylene terephthalate)(PET)와 같은 폴리에스테르계 고분자로 높은 탄성과 변형에 대한 회복성이 크기 때문에 carpet용과 같은 섬유제품으로의 사용 가능성이 커지고 있어, PTMT를 섬유화하여 이용하고자 하는 연구가 많이 진행되고 있다[1]. 이같은 PTMT에 대해서 입체구조 및 결정구조 등에 대해서는 여러 가지 연구가 진행되어 왔으나 PTMT 섬유를 실제 응용하는 부분에 대해서는 별로 연구가 진행되어 있지 않다.

본 연구에서는 PTMT 섬유를 의류용으로 사용하고자 할 때 PET 섬유와 마찬가지로 감량 가공을 할 수 있는지를 알아보기 위하여 알칼리에 의한 가수분해 거동과 이에 따른 PTMT 섬유의 특성 변화에 대해서 검토하였다. 이를 위하여 알칼리 처리조건에 따라 감량률이 어떻게 변하는가를 조사하였고, PET 섬유와 같이 섬유표면에서부터 가수분해가 진행되는지를 검토하였다[2-4]. 또한 PET 섬유와는 달리 PTMT 섬유인 경우 가수분해속도가 느리게 나타나 가수분해 촉진제로 여러 가지 알코올을 첨가하여 그 효과를 검토하였고, 알코올을 첨가하여 처리된 시료가 단순 알칼리 용액으로 처리된 시료와 어떤 차이가 있는지를 조사하였다.

## 2. 실험

### 2.1. 시료

PTMT 섬유는 텍스처가공된 150데니어 48필라멘트사를 사용하였고, PET 섬유는 75데니어 24필라멘트사를 사용하였다.

### 2.2. 알칼리 및 첨가 알코올

알칼리인 LiOH, NaOH, KOH는 1급시약을 사용하였고, 첨가제로 사용한 methanol, ethanol, *n*-propanol, *n*-butanol, *n*-pentanol, *n*-hexanol, ethylene glycol(EG)과 1,3-propanediol (PD)등의 시약들은 모두 1급 시약을 정제하지 않고 사용하였다.

### 2.3. 알칼리 가수분해

액량비 1:200으로 한 알칼리 용액을 사용하여 알칼리 종류, 처리농도, 처리온도, 처리시간 및 첨가제의 종류 및 양을 달리하면서 PTMT 섬유를 반응조에서 환류 냉각시키면서 가수분해 시켰다. 한편 일부 시료는 밀폐 용기인 Labomat IR 염색기(Mathis사) 내에 넣고 처리하여 개방 상태에서 처리한 시료와 비교하였다. 여러 가지 다른 처리조건에서 가수분해시킨 시료는 증류수로 3회 수세하고, 1% 아세트산 용액에서 10분간 중화시킨 후 다시 증류수로 3회

수세하고 실온에서 건조시켰다.

#### 2.4. 감량률 측정

감량률은 처리 전과 처리 후의 무게를 측정하여 계산하였다. 이때 처리전의 무게는 95℃의 증류수에서 30초간 수세하여 불순물을 제거하여 보정한 무게를 사용하였다.

### 3. 실험 결과 및 고찰

#### 3.1. 처리 조건이 감량률에 미치는 영향

Fig.1은 PTMT 섬유를 여러 가지 종류의 알칼리 용액으로 105℃에서 가수분해시킬 때 가수분해 시간에 따라 감량률이 어떻게 변하는가를 사용한 알칼리 종류별로 나타낸 것이다. 이때 사용한 알칼리 용액의 농도는 모두 1N로 하였으며, NaOH를 사용한 PET의 가수분해 결과도 비교를 위하여 같이 나타내었다. Fig.1을 보면 PTMT 섬유인 경우 사용하는 알칼리의 종류에 따라서 가수분해되는 양이 크게 달라졌다. 즉, 동일 처리시간에서 비교할 때 같은 1N 농도의 용액을 사용하였음에도 LiOH, NaOH, KOH의 순으로 감량되는 양이 많았다. 이들의 퍼센트 농도가 각각 2.4, 4.0, 5.6%(w/v)로 커지는 것을 고려할 때 같은 퍼센트 농도의 용액으로 처리하는 경우로 비교하면 그 차이가 훨씬 심할 것이라는 것을 알 수 있다. 각각의 알칼리를 사용하는 경우 실험 범위 내에서 무게감소가 거의 직선적으로 증가하고 있다. 또한 이들 결과를 NaOH 용액에 의한 PET 섬유의 가수분해와 비교하면 PTMT 섬유인 경우가 PET 섬유보다는 훨씬 느리게 가수분해되고 있음을 알 수 있다.

Fig.2는 NaOH 용액을 사용하여 여러 가지 온도에서 처리시간을 1시간으로 고정하고 PTMT 섬유를 가수분해시킬 때 NaOH 용액 농도 변화에 따른 감량률 변화를 나타낸 것이다. 일정온도에서 NaOH 용액의 농도가 증가됨에 따라 감량률이 직선보다 더 크게 증가하고 있다.

Fig.3은 알칼리를 4% NaOH로 고정하고 처리온도를 변화시켰을 때 처리 시간에 대한 감량률 변화를 나타낸 것이다. 처리온도가 높아짐에 따라 가수분해되는 속도가 점차 빨라짐을 볼 수 있으며, 모든 처리온도 조건에서 시간에 따라 감량률이 직선적으로 증가하고 있다. 따라서 NaOH 용액에 의한 PTMT 섬유의 가수분해는 시간에 대한 1차식에 의해 진행됨을 알 수 있다. 한편 105℃에서 처리한 시료인 경우 일부는 밀폐용기 내에 넣고 처리하였고, 일부는 밀폐시키지 않은 개방상태에서 처리하였다. 그러나 처리 결과를 보면 처리액의 밀폐 여부에 관계없이 감량률이 모두 하나의 직선 위에 나타나 있다. 따라서 PTMT 섬유의 가수분해 시 처리용액의 밀폐 여부와 관계없이 즉, 처리용기 내부에 약간의 압력이 존재하더라도 PTMT 섬유의 가수분해 거동에는 큰 변화가 없다는 것을 알 수 있다.

#### 3.2. 알코올 첨가에 의한 감량률 변화

PET 섬유를 NaOH 용액에 의해 가수분해시킬 때 감량을 촉진시키기 위하여 여러 가지 촉진제나 첨가제를 사용한다. 예를 들어 알칼리 수용액에 유기용매를 첨가하여 PET 섬유를 가수분해시키는 내용에 관한 보고들이 있다. 여러 가지 알칼리 용액에 알코올을 첨가하여

PET 직물을 처리하면 수용액 처리보다 감량속도가 빨라진다. 특히 KOH에 ethanol을 첨가한 경우 감량속도가 가장 빠르다고 보고되고 있으며, Latta[5]는 NaOH 수용액에 methanol을 첨가한 경우는 감량률의 증가 폭이 커지고 EG를 10% 미만으로 NaOH 수용액에 첨가하는 경우 PET의 감량에 크게 영향을 미치지 않는다고 보고하고 있다.

PTMT 섬유인 경우 동일 농도의 NaOH 용액을 사용할 때 PET 섬유에 비해 가수분해되는 속도가 느리기 때문에 알코올류를 사용하여 가수분해를 촉진시킬 수 있는지 검토하였다. Fig.4는 105℃에서 4% NaOH 용액을 사용하여 가수분해시킬 때 diol이 PTMT 섬유의 가수분해에 어떤 영향을 미치는지를 조사한 것이다. 이를 위하여 EG와 1,3-propanediol(PD)을 사용하였다. Fig.4을 보면 NaOH 용액에 EG를 5~10% 첨가하거나 PD를 5% 첨가하는 경우 처리시간이 160분 정도 되면 약간 감량률이 증가하지만, 이들을 첨가하지 않는 경우와 별 차이를 나타내지 않고 있어 diol은 PTMT의 감량속도에 거의 영향을 주지 못한다는 것을 알 수 있다.

Fig.5는 diol류가 PTMT의 가수분해에 거의 영향을 주지 않음에 따라 *n*-alcohol류의 영향에 대해서 검토하였다. Fig.5는 75℃에서 4% NaOH 용액으로 PTMT 섬유를 가수분해시킬 때 methanol부터 *n*-hexanol에 이르는 6가지 알코올을 각각 10%(v/v) 첨가하여 그 영향을 검토한 것이다. 이 결과를 보면 diol을 첨가하여 가수분해시킨 Fig.4와는 달리 알코올이 첨가된 NaOH 용액으로 처리하면 감량률이 크게 증가한다. 알코올류를 동일한 양인 10%(v/v)로 첨가하였음에도 methanol, ethanol, *n*-propanol, *n*-butanol까지는 탄소수가 많아짐에 따라 감량률이 크게 증가하였다. 특히 *n*-butanol을 10%(v/v) 첨가한 경우 동일 처리시간에서 단순히 4% NaOH 용액만을 사용한 경우보다 거의 8배 많은 감량률을 나타내었다. 그러나 알코올이 *n*-pentanol, *n*-hexanol로 길이가 더 증가하면 감량률은 *n*-butanol 사용시보다 감소하였다. 따라서 알코올의 길이가 어느 정도 이상이 되면 감량을 촉진시키는 효과가 감소하게 된다는 것을 알 수 있다.

## 참고문헌

1. Degussa, Industrial and Fine Chemical Division Applied Research and Technical Service, "1,3-Propanediol in Polypropyleneterephthalate (PPT)", 1991.
2. J. Dave, R. Kumar and H. C. Srivastava, *J. Appl. Polym. Sci.*, **33**, 455(1987).
3. S. A. Holmes and S. H. Zeronian, *J. Appl. Polym. Sci.*, **55**, 1573(1995)
4. M. C. Yang and H. Y. Tsai, *Text. Res. J.*, **67**, 760(1997).
5. B. M. Latta, *Text. Res. J.*, **54**, 766(1984).

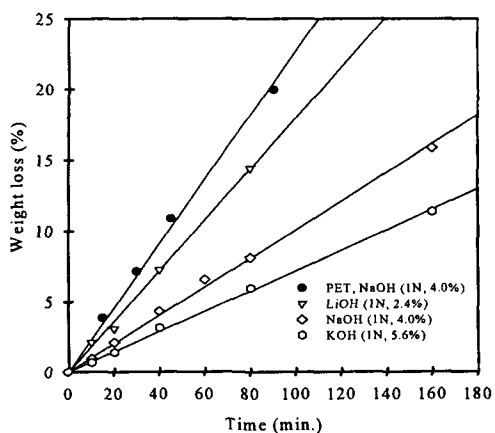


Fig. 1. Effect of treatment time on the weight loss of PTMT and PET fibers hydrolyzed at 105°C with specified alkaline solution.

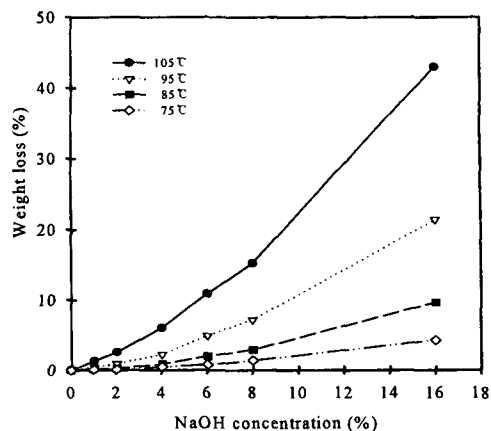


Fig. 2. Effect of NaOH concentration on the weight loss of PTMT fibers hydrolyzed at various temperatures for 1 hour.

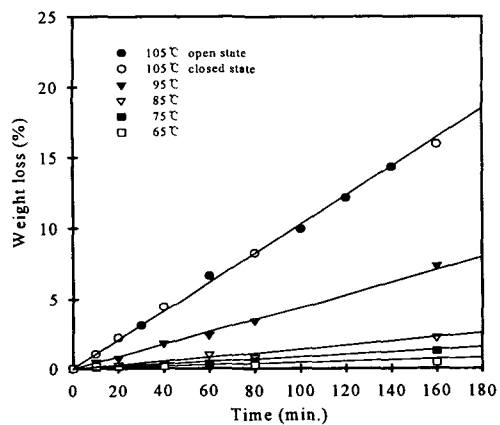


Fig. 3. Changes of weight loss of PTMT fibers with treatment time at various hydrolysis temperature (4% NaOH).

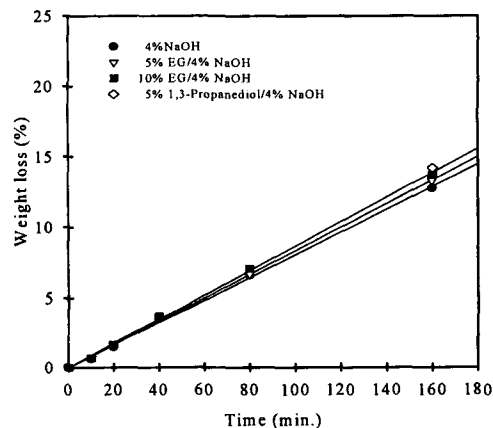


Fig. 4. Influence of added diol on the weight loss of PTMT fibers hydrolyzed at 105°C.

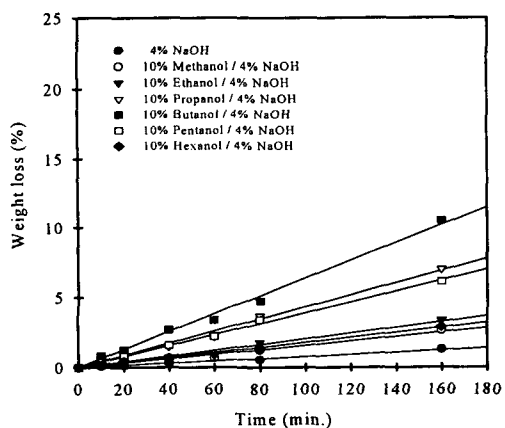


Fig. 5. Influence of added alcohol on the weight loss of PTMT fibers hydrolyzed at 75°C.