

## PTT섬유의 연신과 열처리에 따른 구조안정화[II]

-고온 열처리에서의 구조변화-

윤희정, 조현혹

부산대학교 섬유공학과

## Structural Stability with Drawn and Annealed Poly(trimethylene terephthalate) Fibers [II]

-Structural Change on High Temperature Annealing-

Hee-Jung Yoon and Hyun-Hok Cho

Department of Textile Engineering, Pusan National University, Pusan, Korea

### 1. 서 론

PTT는 분자 구조적으로 methylene unit의 수가 홀수이며, 짝수인 PET나 PBT에 비하여 신축성 및 염색성이 우수하고 물성은 전반적으로 PET와 Nylon의 중간정도의 성질을 나타내는 것으로 보고 되고 있다[1]. 또한 zigzag 형태의 결정 구조로 인해 우수한 탄성회복력을 갖는다[2,3]. 이와 같은 구조적인 장점에 의해 PTT는 섬유, 카페트, 부직포 뿐만 아니라 열가소성 수지 및 film에 이르기까지 다양한 응용범위를 가지고 있다.

그러나 PTT의 zigzag형태의 결정 구조와 낮은  $T_g$ , 그리고  $T_g$ 와  $T_c$  cold사이의 간격이 불과 15°C 정도로 상당히 좁은 열적 특성 때문에 경시변화가 발생하기 쉽다. 따라서 본 연구에서는 이러한 경시변화를 최소화하고 구조적으로 안정된 PTT섬유를 얻기 위한 일환으로 PTT섬유를 1, 3km/min의 방사속도로 방사하여 연신 및 열처리를 행하여 그에 따른 미세구조와 물성에 관해서 살펴보고자 한다.

### 2. 실험

#### 2.1 방 사

사용한 PTT pellet은 I.V가 0.92 (dl/g)이며, 진공건조기로 100°C에서 6시간 동안 예비건조 후 160°C에서 8시간 결정화처리를 행하였으며, 방사직전까지 110°C, 감압상태로 유지하였다. 방사장치는 내경이 25mm인 extruder와 gear pump로 구성된 장치로, 직경이 0.6mm, 10hole, L/D 2.4인 노즐을 통해서 방사온도 270°C에서 권취속도 1,

3km/min로 토출량은 10.2g/min로 방사하였다.

### 2.2 연신 및 열처리

권취속도 1, 3km/min로 방사한 PTT섬유를 수동 연신기를 부착한 항온조를 이용하여, 각각 30, 70, 100, 120, 150, 180°C의 온도에서 60mm/min의 속도로 연신하였으며, 이 때 시료의 길이는 20mm로 하였다. 열처리는 권취속도 3km/min로 방사한 PTT섬유를 100°C에서 연신한 시료를 정상상태로 100, 130, 160, 190°C의 각 온도에서 60분간 열처리 한 후 상온에서 30분간 정상상태로 유지시켰다. 각 시료는 분석에 이용하기 전까지 -3°C에서 보관하였다.

### 2.3 광각 X-선회절

결정구조의 변화를 검토하기 위하여 X-선 회절장치(D/max-III-A type, Rigaku Co., Japan)에서 Ni filter로 여과한 CuK $\alpha$  선을 이용하여 적도선 방향으로 회절 시켜 X-선 회절강도곡선을 얻었다.

### 2.4 동적 점탄성

동적 점탄성은 Rheovibron(DDV-II-C type, Toyo Baldwin Co.,Japan)을 이용하여 진동수는 110Hz, 파지거리 4cm, 승온속도 2°C/min, 온도범위는 15~150°C로 하여 측정하였다.

## 3. 결과 및 고찰

### 3.1 방사속도에 따른 연신비 및 연신 후 길이변화

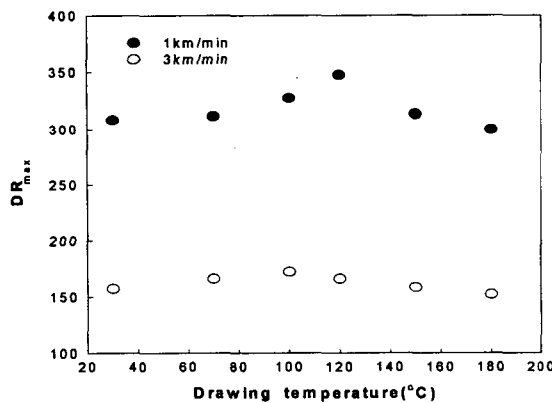


Figure 1 는 30, 70, 100, 120, 150, 180°C에서 연신했을 때의 최대 연신비를 나타낸 것이다. 일정온도에서 방사속도에 따라 분석해 보면 방사속도가 클수록 연신비는 감소하고, 일정방사속도에서 온도에 따라 분석해보면 온도가 증가할수록 연신비는 증가하다가 방사속도 1km/min에서는 120°C에서, 3km/min에서는 100°C에서 최대 연신비가 가장 크고 그 이

Figure 1. Maximum draw ratios of PTT fibers 후부터 연신비가 감소함을 나타내고 있다.  
against draw temperatures for various take-up speeds.

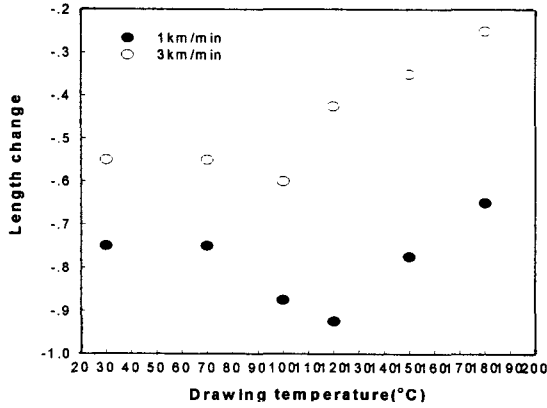


Figure 2. Length change in drawn PTT fibers.

도 커짐을 알 수 있다. 이는 많이 연신 될 수록 다시 회복되는 정도도 커서 연신만으로는 구조 안정화가 힘들다고 추측된다.

Figure 2 는 30, 70, 100, 120, 150, 180°C에서 연신한 후 1분 후의 길이 변화를 나타낸 것이다. 일정온도에서 방사속도에 따라 분석해 보면 방사속도가 클수록 길이수축 정도는 감소하고 일정방사속도에서 온도에 따라 분석해보면 온도가 증가할수록 수축이 많이 일어나며 1km/min에서는 120°C, 3km/min에서는 100°C에서 길이수축이 가장 크고 그 이후부터 길이수축이 감소함을 나타내고 있다. Figure 1 과 비교하여 보면 최대 연신비가 클수록 연신후 1분 후의 길이수축 정도

### 3.2 열처리 온도에 따른 구조 분석

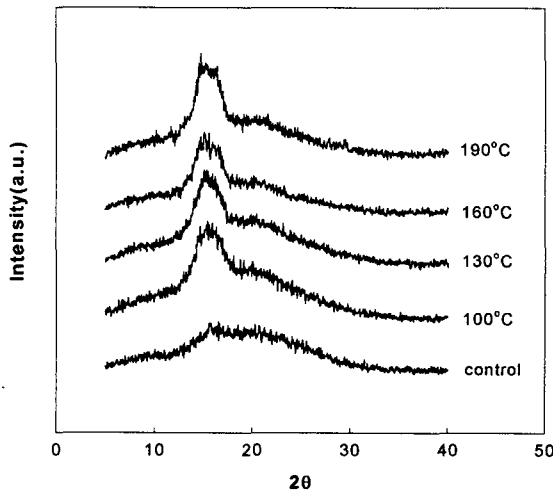
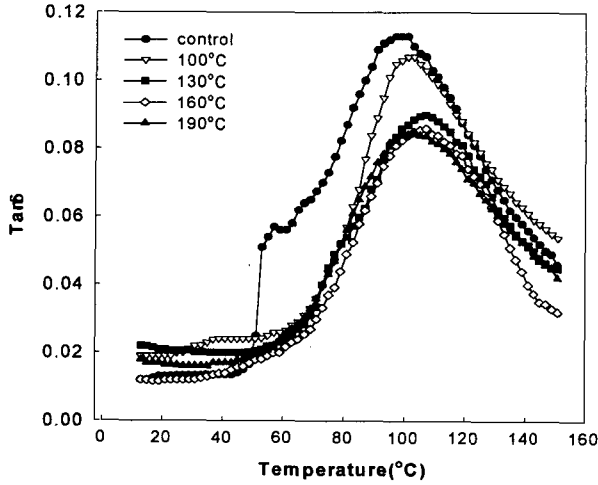


Figure 3. WAXD equatorial scans of drawn PTT fibers at various heat setting temperatures. (drawing temperature : 100°C, take-up speed : 3km/min)

Figure 3은 방사속도 3km/min의 PTT섬유를 100°C에서 연신한 후 100, 130, 160, 190°C에서 열처리한 섬유의 적도선 방향의 X선 회절 강도분포곡선을 나타낸 것이다. 적도선 방향에서 (010)면의 회절피크가  $2\theta = 15.6^\circ$ 에서 관찰된다고 알려져 있는데, 열처리를 하면 (010)면에서 회절강도 피크가 뚜렷해짐을 볼 수 있다[4]. 열처리 온도가 증가하더라도 결정구조의 변화는 거의 없는 것을 볼 수 있다.



**Figure 4.** Tan  $\delta$  versus temperature of drawn and annealed PTT fibers for various heat setting temperature. (take-up speed : 3km/min)

Figure 4는 방사속도 3km/min의 PTT섬유를 100°C에서 연신한 후 100, 130, 160, 190°C에서 열처리한 섬유의 동적 점탄성 거동을 나타낸 것이다. 주피크는 100°C 부근에서 나타나고 열처리에 따라 주피크의 강도는 낮아지고 원시료에 비해 주피크가 고온쪽으로 이동함을 알 수 있다. 이는 열처리에 따라 결정화도가 증가하고 비결정구조는 보다 치밀해지는 것으로 추측 될 수 있다.

#### 4. 참고문헌

- 1) I. M. Ward, and M. A. Wilding, *J. Polym. Sci., Poly. Phys.*, **14**, 263 (1976).
- 2) I. J. Desborough, I. H. Hall, and J. Z. Neisseer, *Polymer*, **20**, 545 (1979).
- 3) Y. H. Kim, K. J. Kim and K. M. Lee, *J. Kor. Fiber Soc.*, **34(12)**, 860 (1997).
- 4) Japanese Patent Application 79-1076, P. H. Harris, I.C.I. (1979).