

0.01d PET 초극세사의 열처리에 따른 염색성과 물성

박재민, 정동석, 이문철, 노환권*

부산대학교 섬유공학과, *(주)코오롱 중앙기술원 섬유연구소

1. 서 론

PET 직물은 일반적으로 형태 안정성을 향상시키기 위해 열고정을 실시하는데, 이것은 방사 후 섬유 내부에 남아 있는 잔류응력을 분자 사슬간의 응집에너지 이상의 열에너지를 가하여 완화시켜 분자가 안정한 상태가 된다. 이 때 용융 온도 부근까지 온도를 올리면 분자사슬의 열운동이 심하여 배열이 난잡해지므로 그 중간에서 적절한 열처리 온도를 찾아야 한다.

이러한 열처리 온도에 의해 PET 섬유는 미세구조가 변화하며, 그 결과 염색성과 화학적 성질에 영향을 미친다. 열처리 온도가 증가함에 따라 결정화도, 결정의 크기 및 결정영역의 배향도는 증가하고 비결정 영역의 배향도는 감소한다고 알려져 있으며 이는 열처리 온도가 증가함에 따라 결정영역에서는 섬유 축 방향으로 힘을 받기 때문에 배향도가 증가하고 비결정 영역의 분자들은 유동성이 커지고 이완되므로 랜덤한 상태가 되어 배향도가 감소하게 되기 때문이다. 특히 PET 고분자의 구조는 170~200℃사이를 기준으로 해서 물리적 및 화학적 거동을 달리한다고 알려져 있는데 이 온도 이하에서는 열처리 온도가 증가함에 따라 작은 결정의 형성에 의해 결정영역이 증가하여 밀도가 증가하고 이보다 높은 온도에서는 작고 불완전한 결정의 재결정화가 초래되어 결정의 크기는 증가하나 결정의 개수가 줄어들어 비결정영역은 감소하지만 비결정영역의 부피는 증가한다고 알려져 있다.

본 연구에서는 초극세사를 여러 가지 온도로 열처리하여, 열처리 온도에 따른 염색성을 결정 및 비결정영역의 구조변화와 관련 지워 검토하였다.

2. 실험

2.1 시료 및 염료

PET P/P 해도사 (169d/75f, 16 분할/mono-filament, 0.01d), (130d/48f, 36 분할/mono-filament, 0.05d)를 사용하였다. 시료는 NaOH 1%욕에서 100℃, 30분간 용출하여 초극세사를 발현시킨 후 각각 정련제(ICI 우방) 2 g/L와 탄산나트륨 1 g/L의 수용액에서 80℃, 20분간 정련하여 사용하였으며, 염료는 분산염료 C.I. Disperse Red 60을 사용하였다.

2.2 열처리

긴장 상태에서 열처리 하였다. 열처리는 특수 제작한 stainless winder에 약 200회 감아 열

풍 건조기를 사용하여 각각 120℃, 140℃, 160℃, 180℃에서 3분간 실시하였다. 열처리 시간에 따른 초극세사의 염색성 평가는 160℃에서 1, 3, 5, 10분간 실시하였다.

2.3 염색

염료는 분산염료 C.I. Disperse Red 60를 사용하였다. 염료 농도는 10×10^{-4} mol/L, 욕비 1000:1, pH 5.0(아세트산/아세트산 나트륨 완충액)의 염욕 중에서 분산제를 첨가하지 않은 상태에서 염색 하였다.

염색한 시료의 염착량의 측정은 100% DMF로 90~95℃에서 반복 추출한 후 분광광도계(UV-vis. Spectrophotometer, Shimadzu 1601, Japan)로 최대 흡수파장에서 광학밀도를 측정하여 미리 작성한 검량선에 의해 염료농도를 계산하고, 비색 정량하여 염착량을 구하였다.

2.4 광각 X-선 회절

시료의 결정구조는 Ni-filter로서 단색화한 Cu-K α 선을 사용하여 X-ray Diffractometer (Rigaku III-D MAX, Japan)에 의해 적도선 방향 광각 X-선 회절강도곡선을 측정하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1 광각 X-선 회절

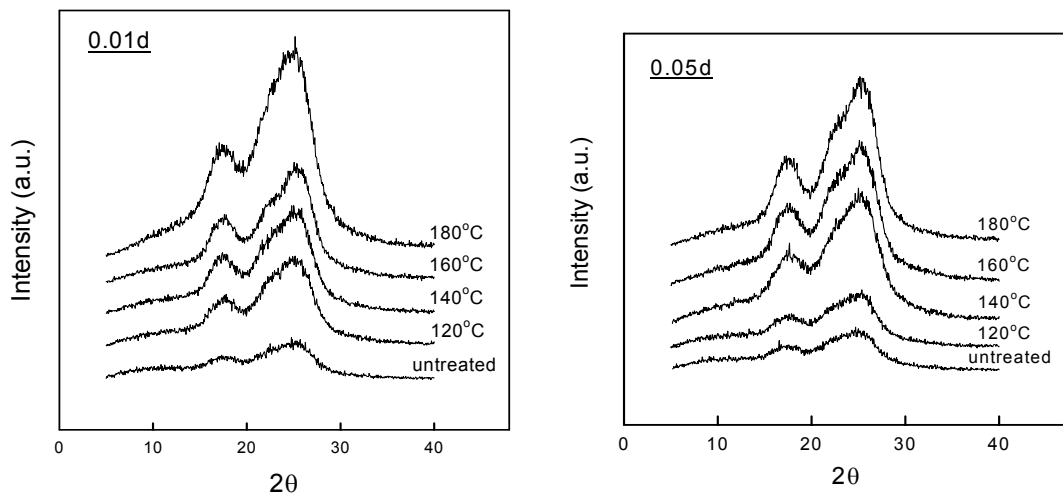


Fig 1. X-ray diffraction patterns of PET ultramicro fibers annealed under tension at various temperatures.

Fig. 1은 섬유 내부의 결정의 변화를 평가하기 위하여 광각 X-선 회절장치를 사용하여 긴장 열처리한 PET 초극세사의 광각 X-선 회절 곡선을 나타낸 것이다. 열처리 온도가 증가함에 따라 $2\theta = 17.8^\circ, 23.1^\circ$ 및 26.4° 부근에서 각각 (010), ($\bar{1}10$), (100) 면을 확인할 수 있다.

며 열처리 온도의 증가에 따라 회절 피크의 강도가 커지고 피크가 예리해짐을 볼 수 있다.

3.2 염색성

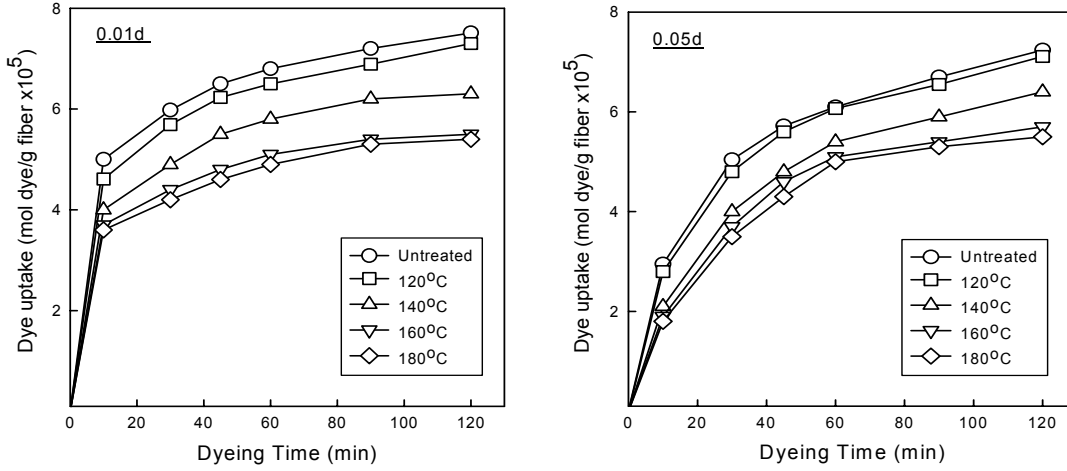


Fig 2. Dyeing rate of PET ultramicro fibers annealed under tension at various temperatures at 100°C.

Fig. 2 및 3은 긴장 열처리한 시료의 열처리 온도에 따른 염색 속도 곡선을 나타낸 것이다. 열처리 온도의 증가에 따라 염색 속도가 계속해서 느려짐을 알 수 있다. 특히 140°C 이상의 온도에서의 염색 속도의 저하가 현저하게 나타나고 있다. 그리고 100°C에서 염색했을 때는 0.01d의 염착량이 더 크지만 120°C에는 0.05d가 0.01d에 비해 염착량이 더 크게 나타나고 있다.

일반적으로 PET의 열처리가 180°C 부근에서 행해지고 있다는 점을 감안할 때 10분 이내에 미세구조의 변화와 염착량의 감소가 빠르게 일어나므로 적절한 열처리 시간을 파악하는 것이 중요하며 특히 극세사의 경우 표면적의 증가로 인해 열과의 접촉 면적이 더욱 넓으므로 매우 세심한 주의가 필요하다는 것을 알 수 있다.

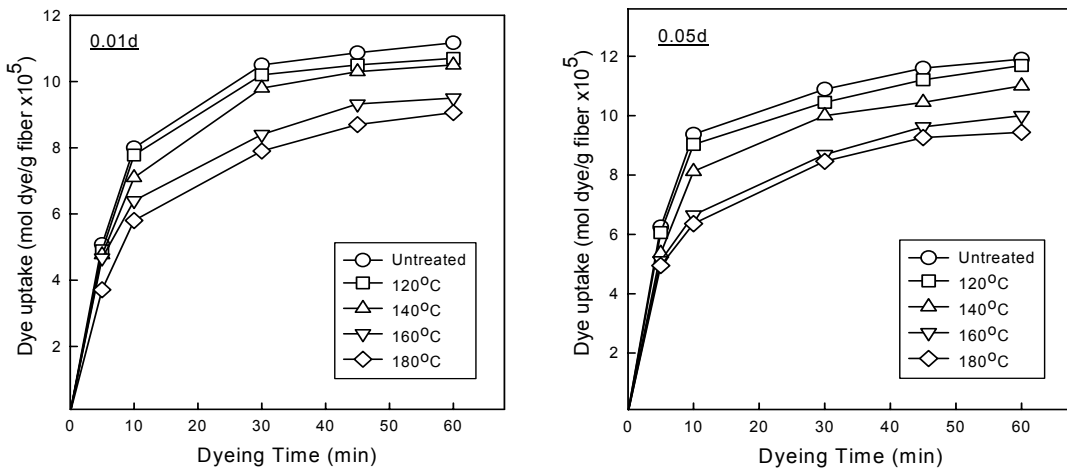


Fig. 3. Dyeing rate of PET ultramicro fibers annealed under tension at various temperatures at 120°C.

4. 결 론

PET 초극세사를 여러 가지 온도로 열처리하여, 온도에 따른 염색성을 결정 및 비결정영역의 구조변화와 관련 지워 검토하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 열처리 온도의 증가에 따라 회절 피크의 강도가 커지고 피크가 예리해졌다.
2. 열처리 온도의 증가에 따라 염색 속도가 계속해서 느려짐을 알 수 있었고, 특히 140℃ 이상의 온도에서의 염색 속도의 저하가 현저하게 나타났다.

참고문헌

1. T. Nakamura, S. Ohwaki, and T. Shibusawa, Dyeing Properties of Polyester Microfibers, *Textile Res. J.*, **65**(2), 113~118(1995).
2. S. Kim, M. Kim, and Y. Shin, Synthesis and Application of New Disperse Dyes for Micropolyester Fabric, *J. Korean Fiber Soc.*, **37**, 180~188(2000).
3. A. Lallam, J. Michalowska, L. Schacher and P. Viallier, *J. Soc. Dyers Color.*, **113**, 107(1997).