

긴장 및 무긴장 상태에서 열처리한 PP 필라멘트의 구조 및 역학적 성질에 관한 연구

A Study On the Structure and Mechanical Properties of tensioned and non-tensioned annealed PP filaments

이 은 우*
Eun-Woo Lee*

<Abstract>

The change of crystalline structure and mechanical properties of drawn PP filaments which was treated by tensioned and non-tensioned annealing was investigated. Measurements were carried out with XRD for crystallite size, density gradient tube for crystallinity, and UTM for mechanical properties. Tensioned and non-tensioned annealing were carried out 80°C, 100°C, 120°C for 10min., 30min., 60min, in oil bath. It was found that the crystallinity and crystallite size of (110) plane of samples were increased with increasing of annealed temperature and time. Also crystallinity and crystallite size of samples which was tensioned annealing were larger than those of non-tensioned annealed samples. Initial modulus and tensile strength of tensioned annealed samples were higher than non-tensioned annealed samples. But elongation of tensioned annealed samples was lower than non-tensioned annealed samples.

Key words : *Crystalline structure, Tensioned annealing, Non-tensioned annealing, Crystallite size, Initial modulus, Tensile strength, Elongation*

1. 서 론

산업의 발달과 더불어 섬유 소재 개발에 많은 연구와 노력이 점차 증가되고 있는 것은 주지의 사실이다. 특히 최근에는 새로운 섬유 소재 개발에 관한 관심이 증가되면서 Poly

propylene 섬유에 대한 연구가 많은 연구자에 의해 이루어지고 있다. Polypropylene 섬유는 지금까지는 의류용 섬유로서 보다는 산업용 섬유로서 많은 각광을 받아왔으나 많은 연구자에 의해 의류용 섬유로서의 활용 가능성이 인정되어 현장에서 신제품 개발에 대한 연구를

* 정희원, 영남이공대학 텍스타일시스템 계열 교수, 工博, 영남대학교 대학원 졸업
705-037 대구 남구 대명 3·7동 1737
ewlee@ync.ac.kr

Prof., Division of Textile System, Yeungnam College of Science & Technology
1737 Taemyeung-dong, Nam-gu, Taegu, 705-037, Korea

지속적으로 행해오고 있는 실정이다.

그러나 아직은 Polypropylene 섬유의 특성상의 류용 섬유로서의 활용 범위가 다른 섬유에 비해 그렇게 높은 편은 아니다. 따라서 Polypropylene 섬유의 물성과 제조공정 조건에 영향을 미치는 여러 가지 요소에 관해 많은 연구가 이루어져 한다. 특히 Polypropylene 섬유는 다른 섬유에 비해 열적 안정성이 낮으며 그중 대표적인 것이 긴장하에서 열처리를 행할 때와 무긴장하에서 열처리를 행할 때 섬유의 열수축 성질이 현저히 다르게 나타난다는 것이다.

장력 및 무장력하에서의 섬유의 구조 및 물성에 관한 국내외의 연구논문에 관해 살펴보면, Gupta^{1)~4)} 등은 열처리 조건이 긴장이나 무긴장에 관계없이 섬유의 결정화도는 열처리 온도가 증가함에 따라 증가한다고 보고하였으며, P.S. Bose⁵⁾ 등은 긴장상태에서 열처리한 섬유가 탄성계수, 인장강도 등은 증가하는 반면 무긴장하에서 열처리한 섬유는 신도가 증가한다고 보고하고 있다.

Tobolsky⁶⁾ 등은 PET 섬유의 열수축 거동에 있어서 고배향된 섬유가 용점 이상에서 무배향상태로 될 때의 열수축에 관한 거동에 대하여 연구하였으며 Ribinick^{7)~8)} 등은 Polyester filament의 열수축 및 열처리 온도변화에 따른 열응력의 변화에 관해 연구하였다.

본 연구에서는 PP filament를 긴장 및 무긴장하에서 열처리를 행하여 결정화도 및 역학적 성질의 변화를 조사 연구하였다.

2. 실험

2.1 시료제작

시료는 (주) S 종합화학에서 제공받은 PP chip (MI = 16)을 pilot 방사기를 이용하여 900m/min.의 속도로 방사한후 3배로 연신하였으며, 긴장열처리는 sample holder에 고정을 하여 oil bath내에서 열처리 온도 80℃, 100℃, 120℃에서 10min., 30min., 60min.간 열처리를 하였으며, 무긴장 열처리는 시료를 자유로운 상태로 oil bath내에 넣어 동일한 조건에서 열처리를 행하였다.

2.2 밀도 및 결정화도 측정

밀도는 사염화탄소(CCl₄)와 에틸알콜(C₂H₅OH)의 혼합액을 이용하여 부침법으로 측정하였으며 결정화도는 밀도법으로 다음식에 따라 계산하였으며 이때 결정영역의 밀도는 0.9363 (g/cm³)⁹⁾, 비결정영역의 밀도는 0.8676 (g/cm³)¹⁰⁾을 사용하였다.

$$X (\%) = \frac{d - d_a}{d_c - d_a} \times 100 (\%)$$

X = 결정화도 (%)

d_c = 결정영역의 밀도 (g/cm³)

d_a = 비결정영역의 밀도 (g/cm³)

d = 측정시료의 밀도 (g/cm³)

2.3 미결정 크기 측정

시료의 (110)면의 미결정의 크기는 광각 X-선 회절장치 (Schimatzu □)를 사용하여 측정된 회절강도 profile에서 공기산란, 비간섭산란 및 편광인자를 보정한 수정 profile에서 적분폭을 구하여 아래의 Scherrer¹¹⁾의 식으로부터 계산하였으며 측정조건은 아래와 같다,

$$B = \frac{K \cdot \lambda}{D \cos \theta} + b$$

여기서 D = 미결정의 크기

B = 반가폭

λ = X-선의 파장 (CuKα = 1.5402 Å)

θ = peak의 위치 (Bragg angle)

K = Scherrer 상수 (0.94)

b = 장치함수

전압	전류	Scan s/p	Scan step	Scan range
40Kv	20mA	2deg./min	0.2 deg.	10→35 deg

2.4 역학적 성질측정

시료의 역학적 성질은 만능 인장강신도 측정기(Instron 4466 美)를 사용하여 초기탄성률, 인장강도, 및 신도를 측정하였으며 측정조건은 다음과 같다.

Full Scale	Chart Speed	Cross head Speed
5kg	100mm/min.	100mm/m

3. 결과 및 고찰

Fig.1 ~ fig.2 및 Table1은 긴장 및 무긴장하에서 열처리한 Polypropylene filament의 결정화도의 변화를 나타낸 그림이다.

긴장 및 무긴장 열처리 모두 열처리 온도 및 열처리 시간이 증가함에 따라 결정화도가 점차 증가하는 경향을 나타내고 있으며 이는 열처리 온도가 높아지고 열처리 시간이 길어질수록 결정핵의 형성 및 결정입자의 크기가 증가했기 때문으로 생각된다.

또한 긴장하에서 열처리한 시료가 무긴장하에서 열처리한 시료보다 다소 높은 결정화도를 나타내고 있는데 이는 결정화도는 분자쇄의 접힌사슬의 구조와 관계가 있으며 긴장 열처리 시는 이러한 접힌사슬구조 내의 분자쇄의 질서의 정도가 무긴장 열처리시보다 규칙적으로 이루어지므로 분자쇄들이 결정영역을 보다 쉽게 형성할수 있으므로 긴장 열처리한 시료가 무긴장 열처리한 시료에 비해 결정화도가 다소 높은 것으로 생각된다.

Fig.3 ~ fig.4 는 긴장 및 무긴장 열처리한 시료의 (110)면의 미결정의 크기의 변화를 나타낸 그림이다. 열처리 온도 및 열처리 시간이 길어짐에 따라 미결정의 크기가 점차 증가하는 경향을 나타내고 있으며 특히 긴장 열처리한 시료가 무긴장 열처리한 시료에 비해 미결정의

Table 1. Crystallinity of tensioned and non-tensioned annealed PP filaments

Temp.(°C)	Time(min.)	Crystallinity (%)	
		tensioned sample	Non-tensioned sample
80°C	10	52.0	50.5
	30	55.2	53.8
	60	58.0	56.2
100°C	10	56.3	55.0
	30	64.0	62.5
	60	67.0	66.0
120°C	10	65.0	63.2
	30	71.2	69.5
	60	73.3	72.5

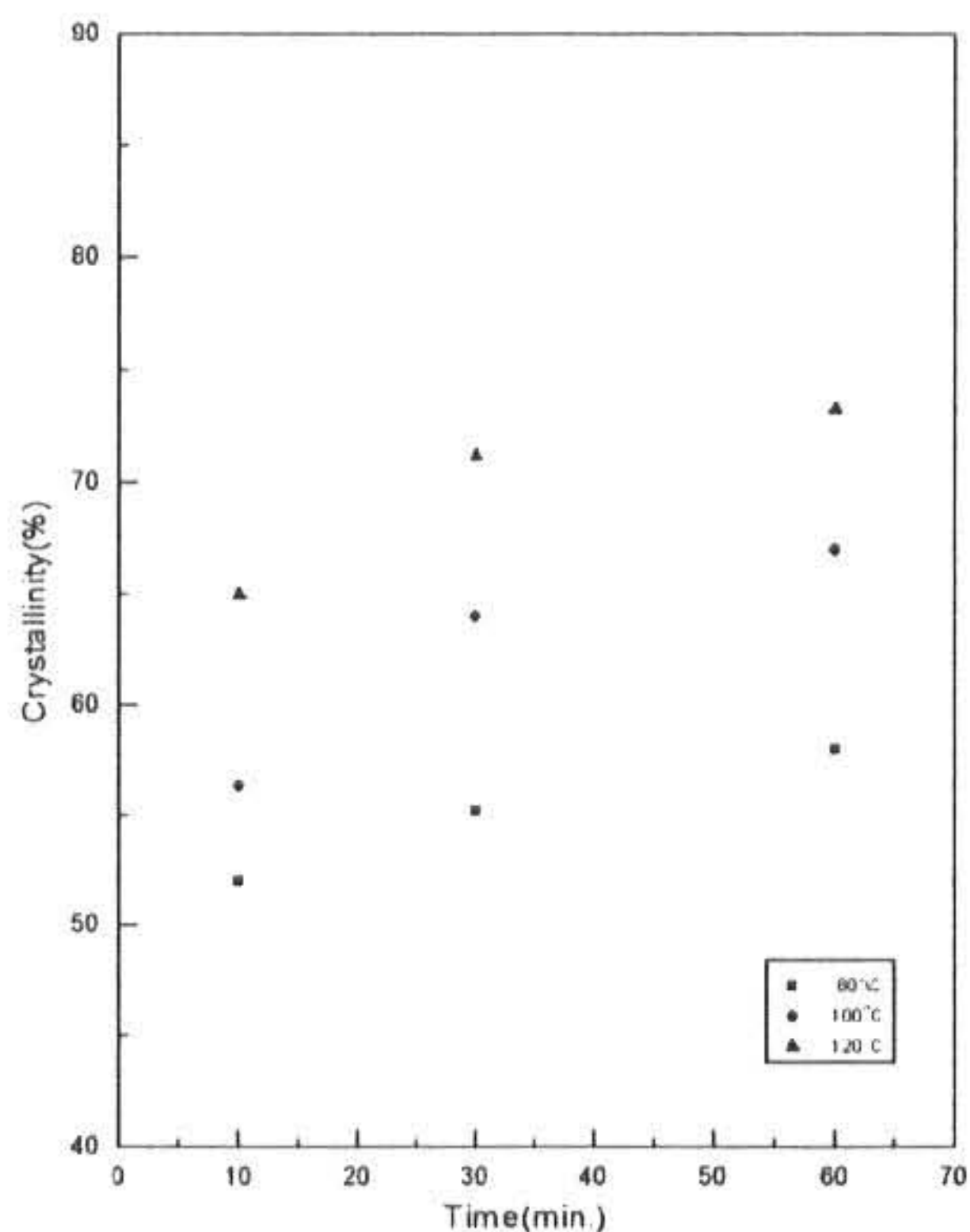


Fig.1 Crystallinity of drawn PP filament treated with tensioned annealing

크기가 다소 증가한 것으로 나타나 있다. 이는 앞의 결정화도의 변화에서도 나타났듯이 긴장하에서의 열처리는 무긴장하에서의 열처리보다 분자쇄들이 어느정도 규칙적인 상태에서 이루어지므로 무긴장하에서의 열처리보다 미결정의 크기가 다소 증가한 것으로 생각된다.

Fig.5 ~ fig 7은 긴장하에서 열처리한 시료의 인장강도, 초기탄성률 및 신도의 변화를 나타낸 그림이다. 열처리 온도 및 열처리 시간이 길어질수록 인장강도 및 초기탄성률의 값은 점차 증가하고 있으나 신도는 점차 감소하는 경향을 나타내고 있다. 이는 앞의 결정화도의 변화 및 미결정의 크기의 변화에서도 나타났듯이 열처리시간 및 열처리 온도가 증가함에 따라 결정영역 및 비결정영역의 분자쇄의 질서의 정도가 좋아지게 되며 특히 결정영역과 결정영역을 연결하는 비결정영역내의 tie molecular chain의 수가 증가하여 인장강도 및 초기탄성률의 값이 증가하고 신도는 점차 감소하는 것으로 생각된다.

Fig.8 ~ fig. 10 은 무긴장 열처리한 시료의 인장강도, 초기탄성률 및 신도의 변화를 나타낸 그림이다. 앞의 fig5 ~ fig7 까지의 그림에서도

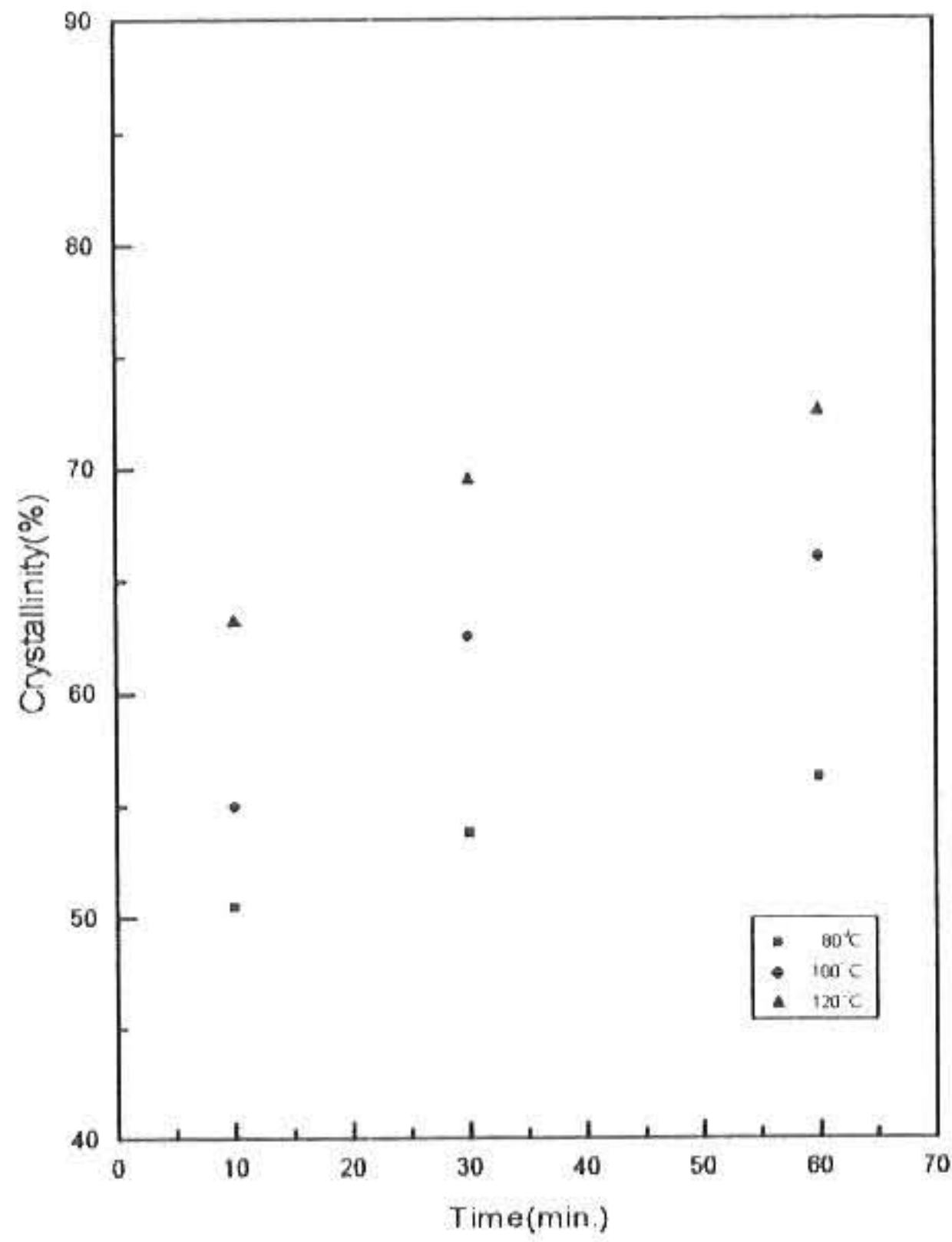


Fig.2 Crystallinity of drawn PP filament treated with non-tensioned annealing

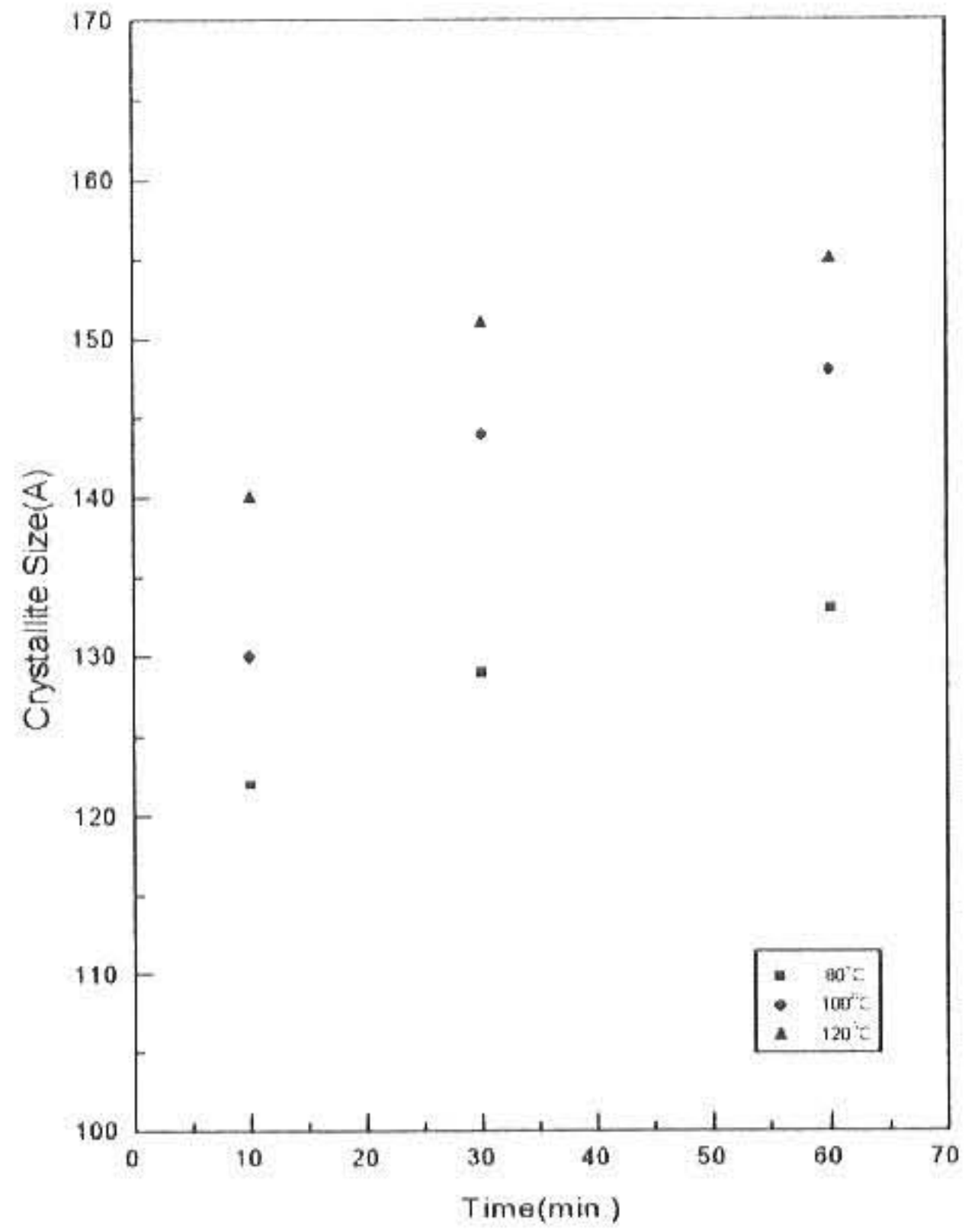


Fig.4 Crystallite size(110 plane) of drawn PP filaments treated with non-tensioned annealing

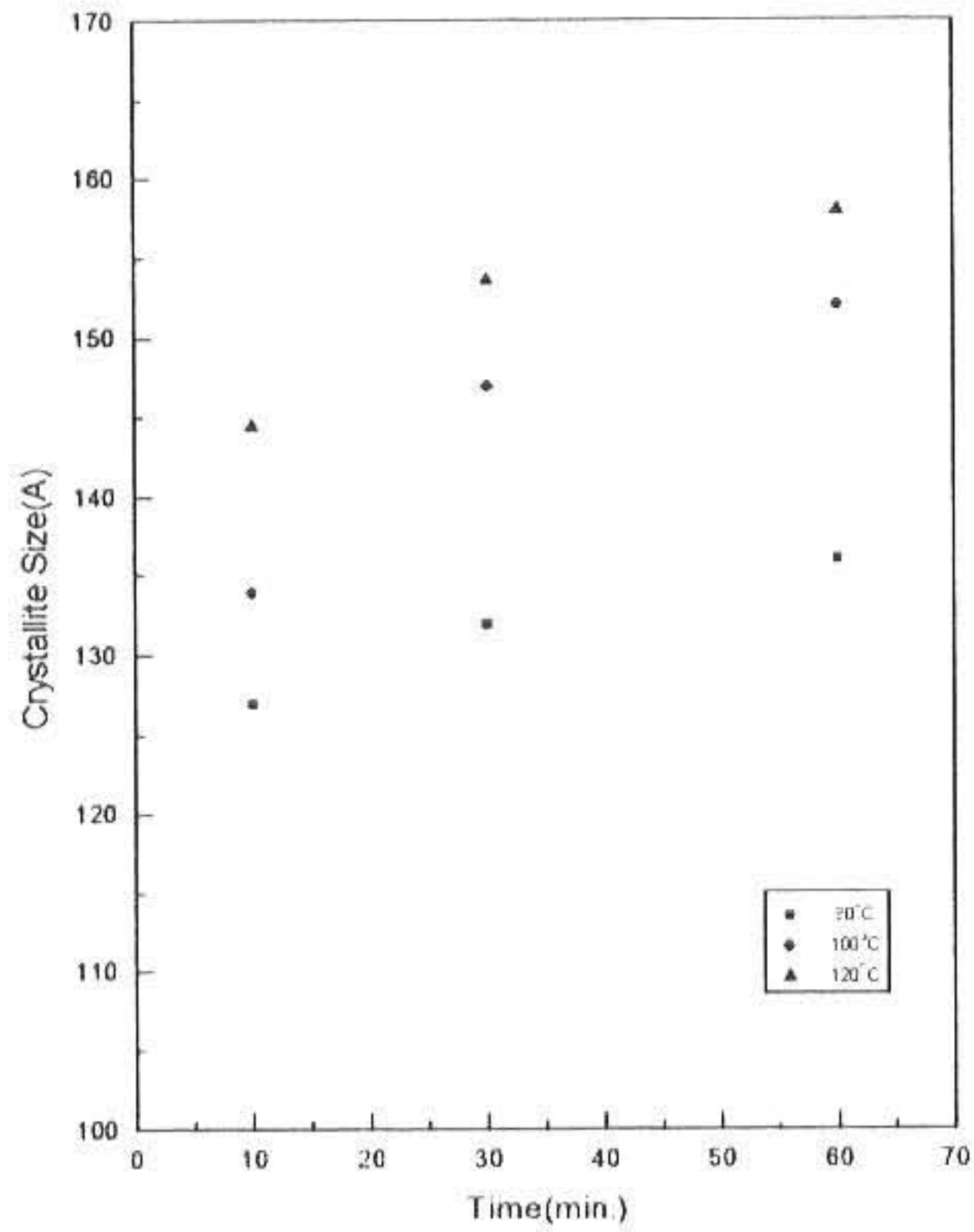


Fig.3 Crystallite size (110 plane) of drawn PP filament treated with tensioned annealing

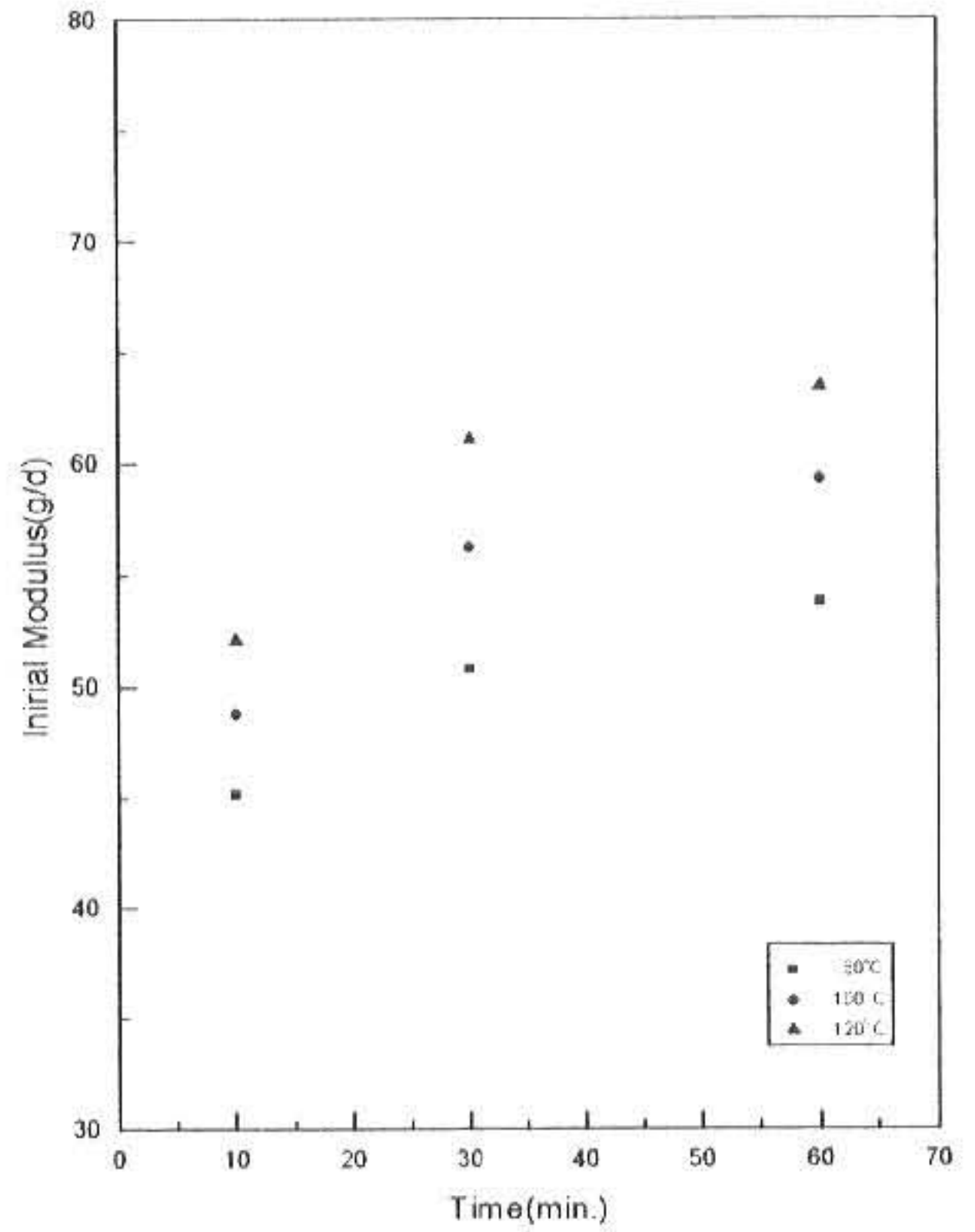


Fig.5 Initial modulus of drawn PP filament treated with tensioned annealing

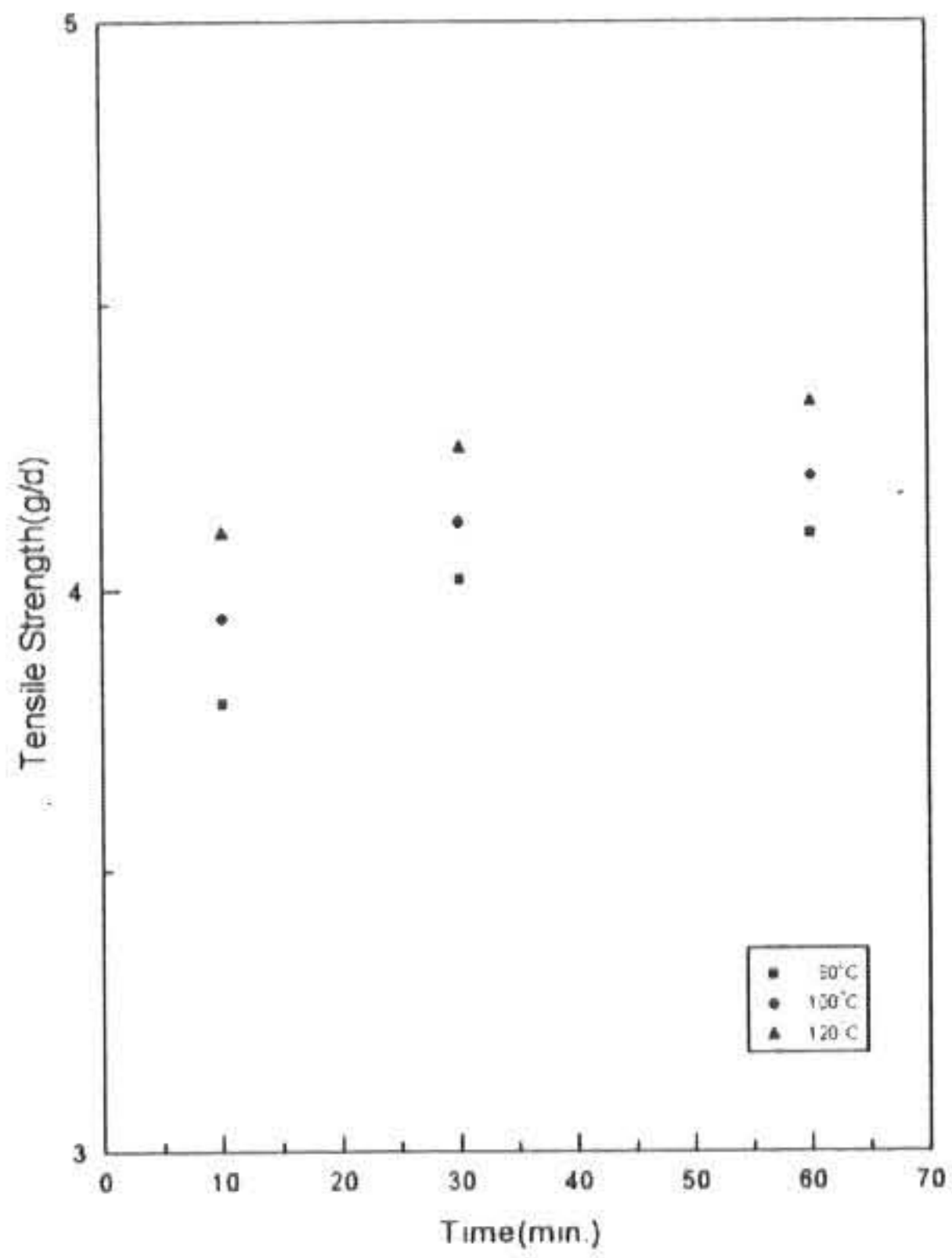


Fig.6 Tensile strength of drawn PP filament treated with tensioned annealing

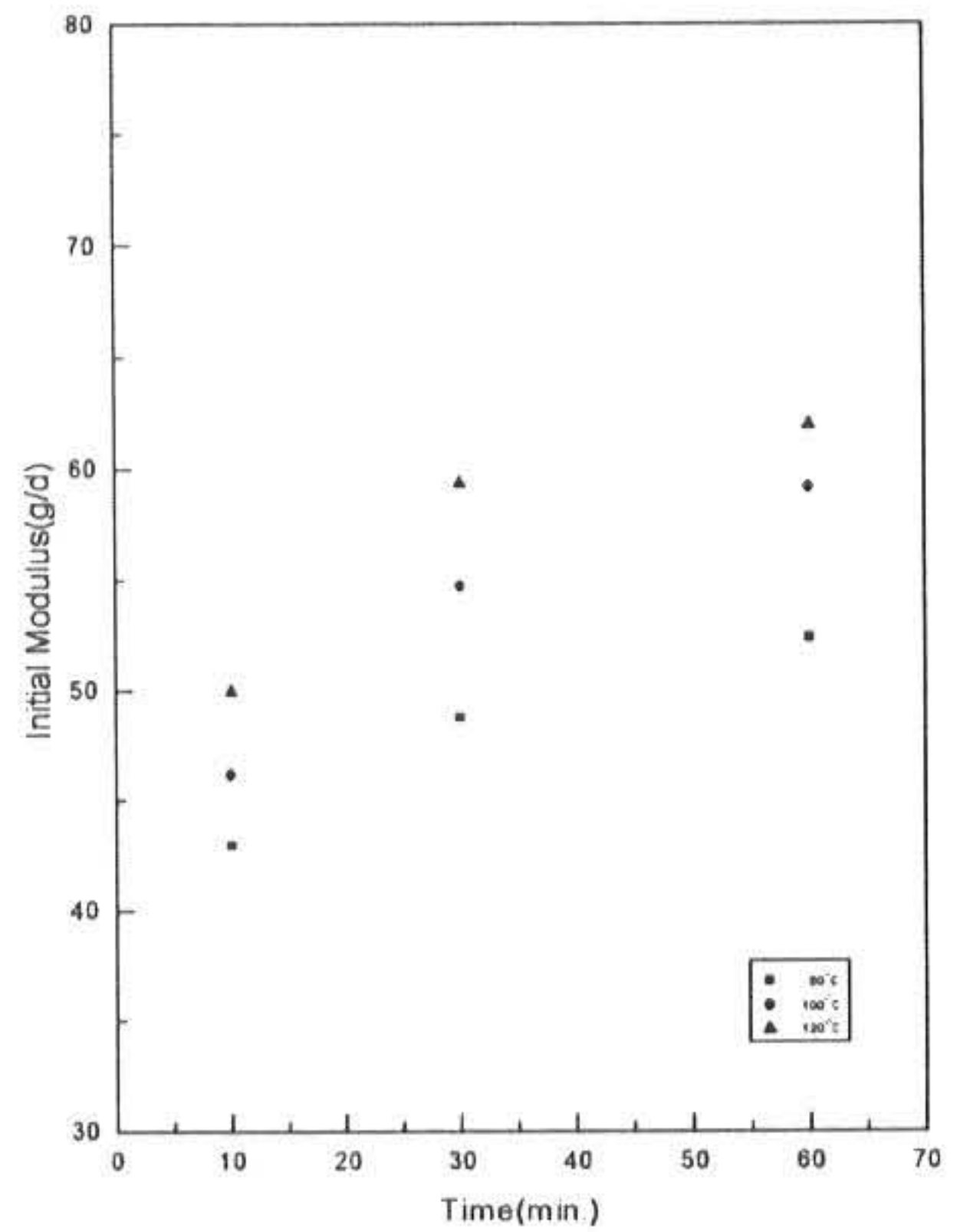


Fig.8 Initial modulus of drawn PP filament treated with non-tensioned annealing

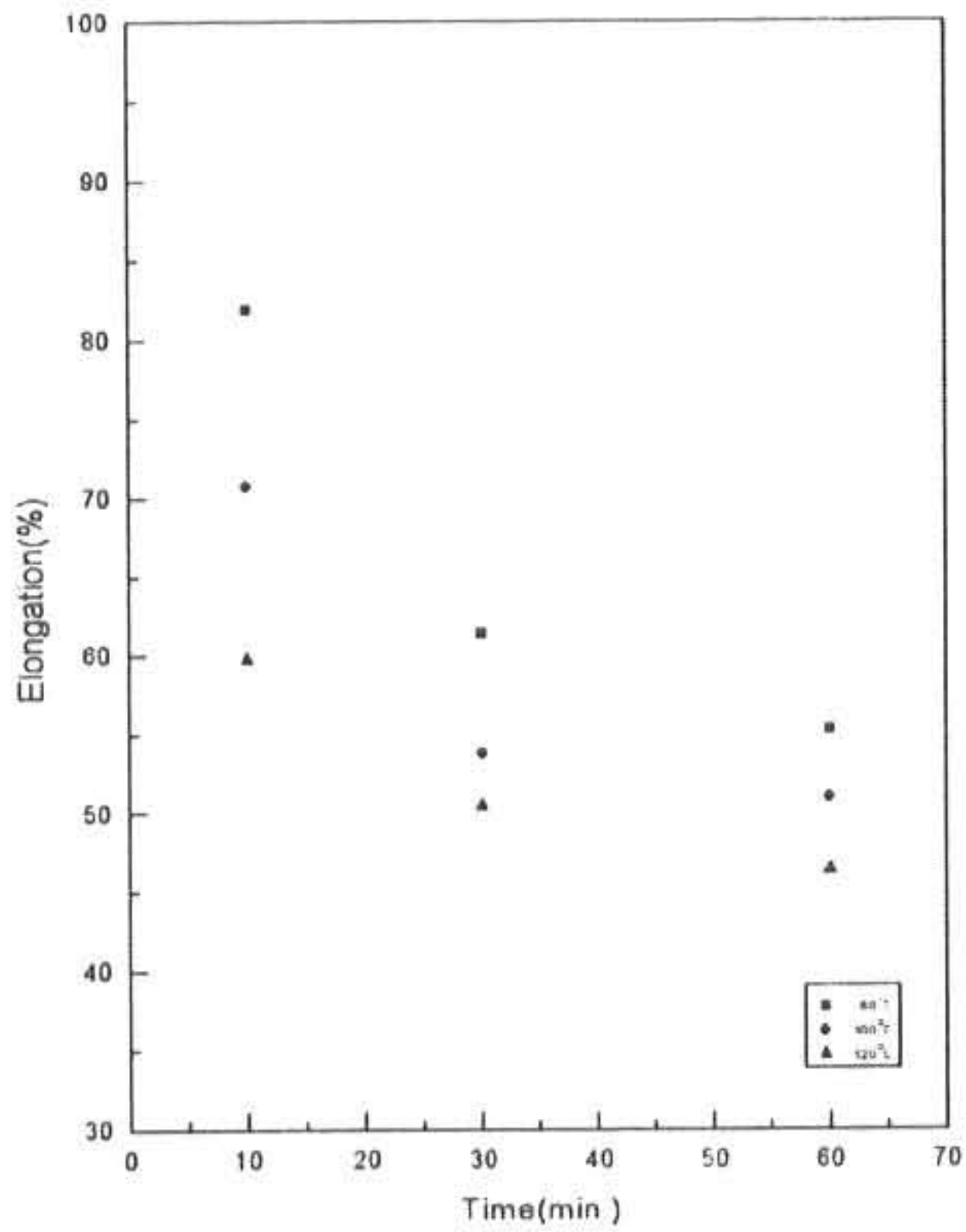


Fig.7 Elongation of drawn PP filament treated with tensioned annealing

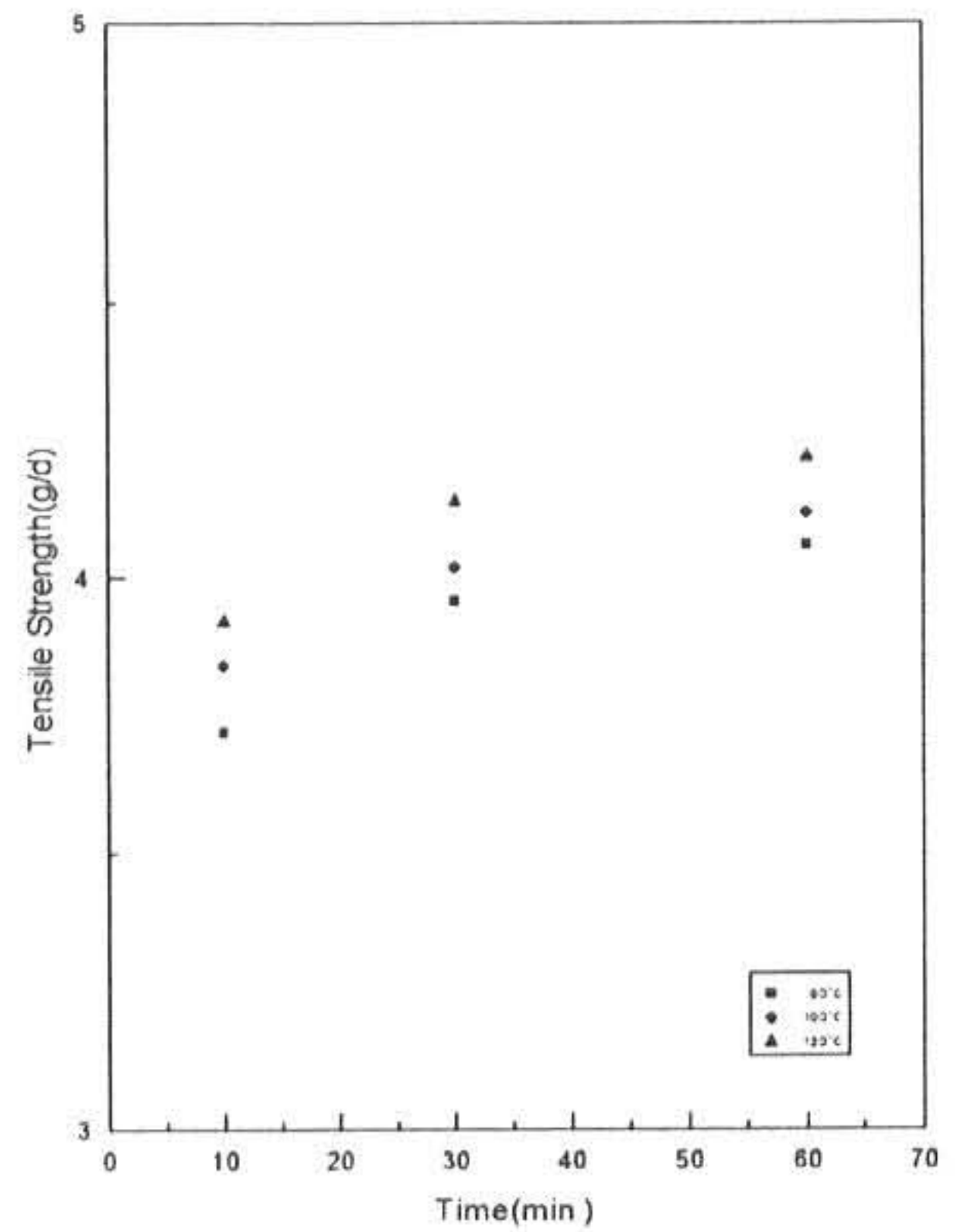


Fig.9 Tensile strength of drawn PP filament treated with non-tensioned annealing

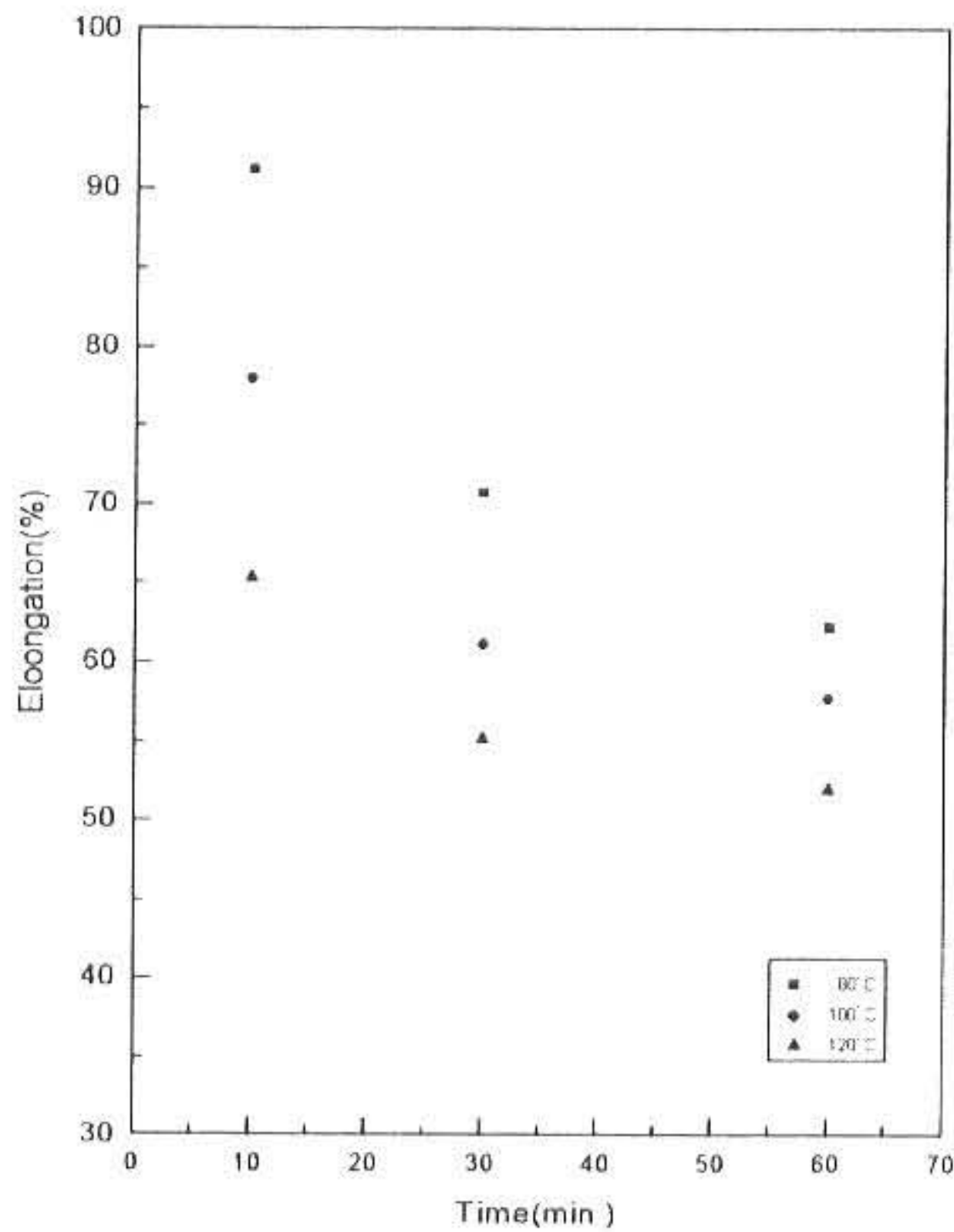


Fig.10 Elongation of drawn PP filament treated with non-tensioned annealing

나타났듯이 열처리 온도 및 열처리 시간이 길어질수록 인장강도 및 초기탄성계수는 증가하는 반면 신도는 점차 감소하는 경향을 나타내고 있으나 긴장 열처리에 비해 무긴장 열처리한 것이 인장강도 및 초기탄성률은 다소 낮은 경향을 나타내고 있으나 신도는 무긴장 열처리한 것이 조금 높은 것으로 나타나 있다.

이러한 경향은 긴장하에서 열처리를 할 경우 결정화도의 증가에 의해 brittle한 성질을 가지게 되므로 인장강도 및 초기탄성계수는 증가하지만 무긴장 하에서 열처리할 경우는 분자쇄들이 구속받지않은 자유로운 상태에서 열처리가 행해지므로 부드럽고 유연한 성질을 가지게 되어 긴장상태에서 열처리한 것 보다 신도는 증가하게 되는 것으로 생각된다.

4. 결 론

연신한 PP filament를 긴장 및 무긴장하에서 열처리시킨후 이들 시료의 결정화도, 미결정의 크기 및 역학적성질등을 X-선회절장치, 밀도법 및 인장강신도 측정기를 이용하여 조사한결과

아래와 같은 결론을 얻었다.

1. 열처리온도 및 열처리시간이 길어짐에 따라 긴장 및 무긴장하에서 열처리한 시료의 결정화도 및 미결정의 크기가 증가하였다.
2. 결정화도 및 미결정의크기는 무긴장열처리보다 긴장열처리시 다소 증가하는 경향을 나타내었다.
3. 인장강도 및 초기탄성률은 긴장열처리한 시료가 무긴장열처리 시료보다 다소간 증가한 경향을 나타내었고 신도는 무긴장열처리한 시료가 긴장열처리한 시료에 비해 다소 증가하는 경향을 나타내었다.

참고문헌

- 1) V.B. Gupta and Satish Kumar, *J. of Appl. Polymer Sci.*, 26, 1865 (1981)
- 2) V.B. Gupta and Satish Kumar, *J. of Appl. Polymer Sci.*, 26, 1877 (1981)
- 3) V.B. Gupta and Satish Kumar, *J. of Appl. Polymer Sci.*, 26, 1885 (1981)
- 4) V.B. Gupta and Satish Kumar, *J. of Appl. Polymer Sci.*, 26, 1897 (1981)
- 5) D.J.Bose, *J. of Appl. Polymer Sci.*, 22, 2357 (1978)
- 6) A.V. Tobolsky, *Tex. Res. J.*, 31, 913 (1961)
- 7) A. Ribinick, *Tex. Res. J.*, 39, 428 (1969)
- 8) A. Ribinick, *Tex. Res. J.*, 39, 742 (1969)
- 9) Natta, G., *J. Polym. Sci.*, 16, 143 (1955)
- 10) Natta, G., *P. Nuovo Cimento, Suppl.*, 15, 40 (1960)
- 11) P. Scherrer. *P. Gottingen. Nachr.*, 2, 98 (1918)

(2001년 8월 10일 접수, 2001년 11월 22일 채택)