

레이온직물의 특성에 미치는 등온 안정화공정 및 초음파세척의 영향

조채욱¹ · 조동환^{2†} · 박종규³ · 이재열³

¹(주)테크, ²금오공과대학교 고분자공학과, ³국방과학연구소 복합재료연구소
(2013년 2월 5일 접수, 2013년 2월 23일 수정, 2013년 3월 4일 채택)

Effects of Isothermal Stabilization Process and Ultrasonic Cleaning on the Characteristics of Rayon Fabrics

Chaewook Cho¹, Donghwan Cho^{2†}, Jong Kyoo Park³, and Jae Yeol Lee³

¹DACC Co., Ltd., Jeonbuk 561-844, Korea

²Department of Polymer Science and Engineering, Kumoh National Institute of Technology, Gyeongbuk 730-701 Korea

³Composite Research Team, Agency for Defense Development, Daejeon, Korea

(Received February 5, 2013; Revised February 23, 2013; Accepted March 4, 2013)

요약: 셀룰로오스계 레이온섬유 또는 레이온직물은 좁은 온도범위의 안정화공정 동안에 열분해가 매우 빠르게 진행된다. 그러므로 레이온계 탄소섬유를 제조하는데 있어 안정화단계는 매우 중요한 핵심공정이다. 따라서 본 연구에서는 셀룰로오스계 레이온직물의 중량감소, 화학조성, 미세구조 및 texture 변화에 미치는 등온 안정화공정과 초음파세척의 영향을 조사하였다. 200~240°C 영역에서 행한 등온 안정화공정의 온도는 레이온직물을 안정화 소요시간, 탄소함량, 산소함량, 셀룰로오스 구조 변화 그리고 직물 texture에 큰 영향을 주었다. 등온 안정화공정 전에 물을 이용한 초음파세척은 레이온직물의 안정화공정 시간을 단축하고, 안정화 후 직물의 탄소함량을 증가하고, 산소함량을 감소시키며, XRD 분석 패턴을 변화시키는데 역할을 하는 것으로 조사되었다. 또한 초음파세척은 등온 안정화공정 시 발생하는 레이온직물의 빠른 중량감소 현상을 더디게 하고, 열수축을 감소시켜, 직물의 급격한 물리적 변화의 완화에도 기여하는 것으로 사료된다.

Abstract: Cellulose-based rayon fibers or fabrics can be thermally decomposed very fast within a narrow temperature window during stabilization process. Therefore the stabilization stage is critically important for producing rayon-based carbon fibers. Consequently, in the present study the effects of isothermal stabilization and ultrasonic cleaning on the weight loss, chemical composition, microstructure, and fabric texture of cellulose-based rayon fabrics were explored. The temperature of the isothermal stabilization process performed in the range of 200~240°C influenced the processing time, carbon and oxygen contents, cellulose structural change, and fabric texture. The ultrasonic cleaning, which was conducted prior to the stabilization process, played a role in shortening the stabilization time, increasing the carbon contents, decreasing the oxygen contents, and changing the XRD pattern. Also, it was considered that the ultrasonic cleaning contributed to retarding the weight loss, to reducing the thermal shrinkage, and further to reducing the fast physical change of rayon fabrics.

Keywords: rayon fabrics, isothermal stabilization, ultrasonic cleaning, weight loss, chemical composition, microstructure

1. 서 론

셀룰로오스(cellulose)는 열적인 영향을 받기 쉬운 히드

록실기(hydroxyl group)와 반복단위 사이에 아세탈(acetal) 결합을 포함하고 있는 복잡한 헤테로고리(heterocyclic) 구조를 가진 고분자이다. 실제, 레이온계 탄소섬유를 얻기 위해서 레이온 프리커서(precursor) 섬유의 안정화

[†]Corresponding author: Donghwan Cho (dcho@kumoh.ac.kr)

(stabilization)와 탄화(carbonization)가 필요하며, 이 공정 과정에서 일어나는 열분해를 동반한 화학반응은 매우 복잡하며 그 메커니즘도 명확하지 않다[1]. 그러므로 레이온 프리커서 섬유로부터 레이온계 탄소섬유를 제조한다는 것은 그리 쉽지 않은 일이다. 셀룰로오스계 레이온섬유로부터 안정화섬유(stabilized fiber)를 거쳐 탄소섬유(carbon fiber)로 전환되는 과정에서 섬유의 물리적, 화학적 변화는 크게 일어나며, 특히 안정화 단계에서 그 변화는 더욱 두드러지므로 안정화공정은 레이온계 탄소섬유를 제조하는데 있어 중요한 역할을 한다[2-4]. 따라서 먼저 안정화 공정조건에 의존하는 여러 단계의 화학적, 물리적 변화 과정을 이해하고 열처리 공정을 최적화하기 위한 다양한 연구가 필요하다.

탄화공정 전에 행하는 안정화공정은 일반적으로 200~400°C 온도영역에서 수행되며, 공정방법, 안정화온도, 승온속도, 안정화시간, 난연제처리, 반응분위기 등 안정화 조건을 변화시킬 수 있다[5]. 레이온 프리커서 섬유 열분해의 상당 부분은 350~400°C 이하에서 일어나며, 열분해 시 섬유의 질량감소를 동반한 섬유의 열수축이 크게 발생하고 이때 화학구조도 달라진다[6,7]. 따라서 안정화된 레이온섬유의 물리적, 화학적 특성은 레이온계 탄소섬유의 기계적 특성에도 영향을 준다. 셀룰로오스의 열분해는 휘발성 가스, 타르(tar) 및 잔여 코크스(cokes)의 형성을 초래한다. 이때 동시다발적으로 일어나는 여러 형태의 화학반응과 함께 레이온섬유의 기본 화학구조의 파괴가 두드러지게 발생하며, 이러한 반응은 어떤 특정한 화학반응식으로 설명이 어려운 복잡한 메커니즘을 가지고 있다.

셀룰로오스는 매우 좁은 온도 범위에서 열분해가 일어나며 분해 정도가 커서 중량감소가 매우 많이 발생한다는 특징을 가지고 있다. 이러한 거동은 온도변화에 대한 셀룰로오스의 중량감소 경향에 따라 세 영역으로 나누어 설명할 수 있다[1,2]. 첫째, 중량감소가 작은 250°C 이하 영역, 둘째, 중량감소가 가장 빠르게 진행되고 크게 일어나는 250~350°C 영역, 그리고 셋째는 중량감소 속도가 크게 완화된 변화가 크지 않은 350°C 이상 영역이다. 일반적으로 온도를 올려가면서 안정화할 경우 두 번째 영역에서 전체질량의 약 60~70%가 손실되며 레이온섬유의 탄소함량도 초기 40~45% 정도에서 약 60~70% 정도로 크게 증가한다. 또한 첫 번째 상대적으로 낮은 온도영역에서 장시간 동안의 안정화할 경우에도 섬유의 화학적, 물리적 변화는 동반된다. 따라서 이 온도영역에서의 열처리공정의 최적화에 의한 화학적, 물리적 변화의 제어는 안정화공정의 핵심이라고 할 수 있다. 이들 열분해 온도영역에서 온도가 증가함에 따라 많은 휘발가스가 발생되면서 레이온 프리커서 섬유의 특성은 빠르게 변화한다[8,9]. 셀룰로오스의 분해과정

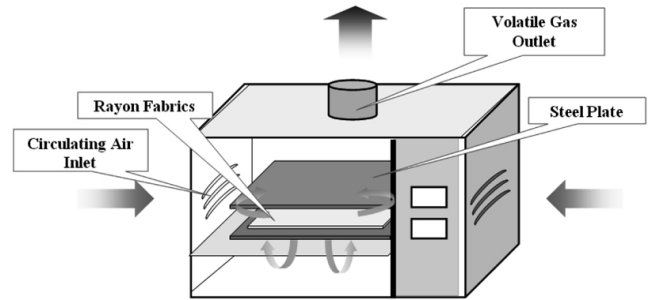


Figure 1. Schematic of the heat-treatment oven used for batch-type isothermal stabilization processes of rayon fabrics placed in between metal plates.

에서 발생되는 휘발성분의 대부분은 산소를 포함하고 있으며, H_2O , CO , CO_2 , CH_4 , C_2H_4 , CH_3COCH_3 , CH_3COOH 및 그 외 알려지지 않은 소량의 화합물 등이 있다. 너무 지나친 열분해는 오히려 탄소수율을 감소시킬 뿐만 아니라 기공(pore)이 발달되면서 섬유구조의 무질서(disorder)를 초래하고, 이것이 나아가 열처리 과정 중의 중간단계 섬유는 물론 나아가 탄소섬유의 기계적 특성에도 영향을 미친다[7,8]. 또한 250°C 이하에서 일정한 온도에서 시간 변화에 따른 등온 안정화공정에 의해서도 레이온 프리커서 섬유의 열분해 거동은 영향을 받는다. 레이온직물의 안정화는 동적 승온 공정조건[9,10]에서 뿐만 아니라 등온 공정조건[11-13]에서도 진행될 수 있다. 온도가 지속적으로 상승되는 조건 하에서 이루어지는 동적 안정화보다 상대적으로 낮은 온도에서 장시간 동안 서서히 진행되는 등온공정은 안정화 레이온섬유의 구조형성에 긍정적으로 기여할 수 있다고 보고된 바 있다[11,12].

안정화된 직물의 특성은 안정화공정에 사용된 직물의 크기 및 공정방법에 따라 다를 수 있다. 실제 공정에서 직물이나 열처리공정 장치가 scale-up된 상태에서 배치식(batch) 공정에 영향을 미칠 수 있는 안정화 공정인자를 직접 제어하는 것은 물성과 소요시간 측면은 물론, 레이온 프리커서 직물의 비용 및 열처리공정 비용 등 경제적인 측면에서도 비효율적이다. 따라서 레이온계 탄소 직물을 제조하기 위해 scale-up된 안정화공정에 적용하기 이전에 먼저 실험실 수준에서 레이온직물의 안정화에 필요한 공정인자 및 공정-특성변화 상호관계에 대한 이해가 필요하다. 따라서 본 연구의 목적은 레이온 프리커서 직물을 실험실 규모의 열처리로를 이용하여 직물의 물리적, 화학적 변화가 활발하게 일어나는 초기 온도 구간인 200~240°C 영역의 서로 다른 온도에서 등온 안정화공정을 수행하여 얻어진 레이온직물의 중량변화, 화학조성, 미세구조 및 직물 texture 변화에 미치는 물용 이용한 초음파세척의 영향을 조사하는 것이다.

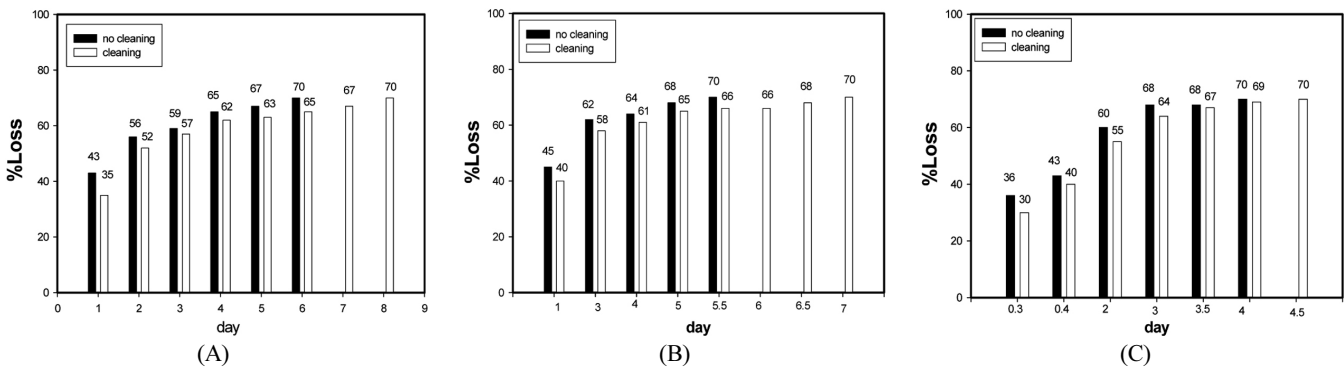


Figure 2. Percent weight losses of rayon fabrics measured during the long-term isothermal stabilization processes at (A) 200°C, (B) 220°C, and (C) 240°C with and without ultrasonic cleaning.

2. 실험

2.1. 재료 및 등온 안정화공정

본 연구에서 사용한 레이온직물(rayon fabrics)은 네덜란드의 Acordis사에서 제조된 레이온 yarn (Acordis T-700)을 사용하여 8매주자직(8 harness satin) 형태로 직조된 것이다. 레이온직물에 대한 안정화공정은 공기순환식 열처리로를 이용하여 200~240°C 범위의 등온조건에서 장시간 동안 배치식으로 수행하였다. 안정화공정에 사용된 레이온직물의 크기는 가로 300 mm, 세로 260 mm 였다. 안정화공정은 상하 두 개의 금속판 사이에 직물이 놓여진 상태에서 수행되었다. 이는 안정화과정 시 열수축이 발생하여도 금속판의 자중때문에 직물에 주름이 생기지 않고 평탄하고 균일한 레이온직물을 얻기 위함이다. Figure 1은 본 연구에 사용된 공기순환식 열처리로의 내부구조와 직물이 놓여진 상태를 보여주고 있다. 열처리로 내부 양쪽 벽에는 팬(fan)이 설치되어 가열된 공기를 순환시킬 수 있으며, 로(furnace)의 천장에 위치하고 있는 배기구를 통하여 안정화과정에서 발생되는 가스는 외부로 자연스럽게 배기될 수 있도록 고안되었다.

안정화공정은 공기분위기의 200, 220 및 240°C의 등온 조건에서 각각 수행되었다. 안정화된 레이온섬유의 여러 가지 특성에 미치는 직물의 초음파세척 유·무의 영향을 조사하기 위하여 레이온직물을 35°C의 증류수로 세척한 후 60°C의 오븐에서 24 h 동안 충분히 건조하였다. 비교를 위하여 세척을 하지 않고 바로 등온 안정화공정을 거친 레이온직물도 준비하였다.

2.2. 분석

각 등온 안정화공정을 수행하기 전·후 레이온직물의 중량변화를 조사하였다. 열처리과정 동안 로 내부에서 발생하는 직물의 중량변화는 소수점 넷째 자리까지 측정이 가능한 분석저울을 사용하여 측정하였다. 레이온

프리커서 직물 및 안정화된 레이온직물의 화학조성을 조사하기 위하여 원소분석기(elemental analyzer, Elementar Vario EL, Elementar Analysensystem)를 사용하였다. 시료는 약 1,150°C의 고온에서 연소하여 각 시료로부터 생성된 가스로부터 C, H, N 함량을 분석하였다. 산소함량은 전체 100%에서 C, H, N 함량을 모두 더한 값을 빼고 계산하였다. 이 성분 이외 극소량의 기타 성분은 분석결과에 고려하지 않았다.

등온 안정화공정 조건에 따른 레이온직물의 X-선 회절 곡선의 변화를 조사하기 위하여 고분해능 X-선 회절분석기(high resolution X-ray diffractometer, XRD, X'Pert PRO-MNR, Philips)를 사용하였다. Scanning 범위는 $2\theta = 5 \sim 50^\circ$ 였으며, step size는 $2\theta = 0.04^\circ$ 였다. 연속형 scan mode가 적용되었으며, 사용된 radiation은 $K\alpha$ 였으며, targeting 소재는 Cu였다.

각 등온 안정화공정으로부터 얻어진 레이온직물의 texture 패턴을 관찰하기 위하여 주사전자현미경(scanning electron microscope, SEM, S-570, Hitachi)을 사용하였다. SEM 관찰에 사용한 모든 시편은 관찰 시 표면에 전하의 build-up 현상을 막고 이미지가 잘 얻어지도록 스퍼터링(sputtering) 방법을 이용하여 백금(Pt)으로 코팅하였다.

3. 결과 및 고찰

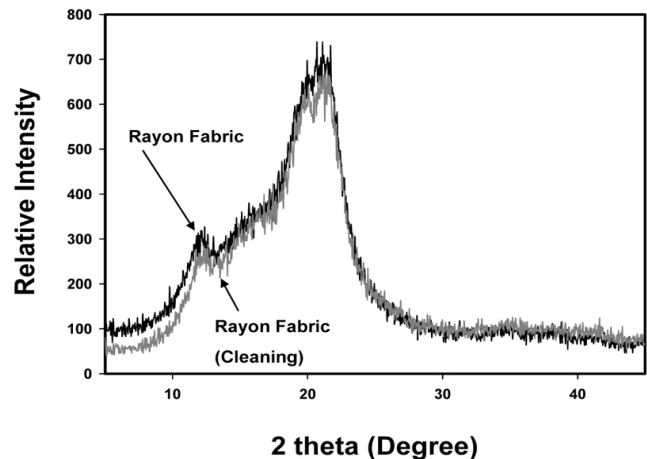
Figure 2는 공급받은 레이온직물에 대하여 열처리공정 전에 행한 초음파세척의 유·무가 안정화 레이온직물의 중량변화에 미치는 영향을 조사한 결과이다. 안정화공정은 각각 200, 220 및 240°C 등온조건에 따라 7일에서 45일까지 수행하였으며, 각 공정 중간에 약 24 h 간격으로 열처리로에서 레이온직물을 꺼내어 그 동안 발생한 중량변화를 측정하였다. 직물을 꺼낼 때 안정화로의 온도 저하를 최소화하기 위하여 로의 개폐는 매우 신속하게 이루어졌다. 결과에서 보여주는 바와 같이, 공정 전에 레이온직물을 물을 이용하여 초음파

Table 1. Comparisons of the Chemical Compositions of Rayon Fabrics Prepared without and with Ultrasonic Cleaning at Different Isothermal Stabilization Processes

Sample	Stabilization temperature (°C)	Ultrasonic cleaning	Weight loss (%)	C	O	H	N
1	No Stabilization	No	0	38.9	54.5	6.3	0.3
2	200°C	No	70	59.0	36.6	4.1	0.3
3	200°C	Yes	70	63.5	31.5	4.7	0.3
4	220°C	No	70	59.8	35.5	4.4	0.3
5	220°C	Yes	70	64.6	31.1	4.1	0.2
6	240°C	No	70	65.0	30.4	4.3	0.3
7	240°C	Yes	70	68.3	27.1	4.4	0.2

세척하고 건조한 후 등은 안정화공정을 수행하였을 경우, 안정화온도가 낮을수록 직물 초기중량의 약 70%가 감소되는데 소요된 기간이 더욱 길었다. 즉, 직물의 중량감소가 동일하게 70%까지 도달하는데 안정화온도 200°C에서 약 8일, 220°C에서 약 7일, 그리고 240°C에서는 약 4.5일이 소요되었다. 그러나 안정화공정 전에 초음파세척을 전혀 하지 않은 레이온직물에 대하여 등은 안정화공정을 수행한 경우에는 직물 중량의 약 70%가 감소하는데 소요된 기간이 200°C에서 약 6일, 220°C에서 약 5.5일, 그리고 240°C인 경우에는 약 4일이었다. 이는 초음파세척을 한 것보다 세척하지 않은 것에서 훨씬 짧은 기간 내에 직물의 중량이 빠르게 감소되었다는 것을 알 수 있다. 이는 안정화공정 전에 초음파세척/건조의 전처리공정을 하지 않고 레이온직물을 안정화할 경우 중량감소 및 열수축을 동반하는 화학반응과 물리적 변화가 더 빠르게 진행된다는 것을 나타낸다. 초음파세척을 하지 않은 경우 더 빠른 중량변화가 일어난 이유는 공급받은 레이온직물 내에 존재하는 불순물이 열처리 시 화학반응을 더욱 촉진시켰기 때문인 것으로 여겨진다. 또한 안정화온도가 높을수록 직물이 동일한 중량감소에 이르는 시간이 훨씬 더 빨랐다. 레이온직물의 중량감소는 열처리 시작과 함께 초기에 더욱 빠르게 발생하였으며, 초기 직물중량의 약 65%가 감소된 후에는 직물의 중량감소가 비교적 느리게 진행됨을 알 수 있었다. 따라서 등은 안정화공정 수행 시 레이온직물이 경험하는 화학적 및 물리적 변화를 모니터링 할 수 있는 적절한 온도의 선택이 중요하다고 할 수 있다.

Table 1은 200, 220, 240°C에서 등은 안정화공정을 수행하였을 때 초음파세척이 레이온직물의 화학조성 변화에 미치는 영향을 보여준다. 원소분석 결과는 각 레이온직물에 대하여 3회 반복하여 측정된 결과를 평균하여 얻은 값이다. 샘플 1은 안정화공정을 거치지 않은 레이온 프리커서 직물에 대한 것이다. 시료 2부터 시료 7까지 데이터는 레이온직물의 중량감소가 동일하게 70%가 발생한 것을 기준으로 하였다. 직물의 중량감소가

**Figure 3.** XRD result for rayon precursor fabrics with and without ultrasonic cleaning.

70%로 동일하여도 안정화공정 조건에 따라 탄소함량은 다소 차이가 났다. 결과를 보면, 안정화 전 레이온직물의 탄소함량은 약 39%였으며, 등은 안정화온도에 따라 탄소함량은 59~68%까지 변하며, 초기 탄소함량 대비 약 50~75% 가량 크게 증가하였다. 안정화온도가 높을수록 직물의 탄소함량은 증가하였다. 또한 레이온직물에 미리 초음파처리를 하고 안정화공정을 수행하면 탄소함량이 다소 향상된 것을 알 수 있다. 이는 초음파세척이 세척하기 전보다 레이온섬유 표면을 개선시켜 안정화된 레이온직물의 탄소함량의 증가에 어느 정도 기여하였기 때문인 것으로 사료된다.

앞서 언급한 바와 같이, 안정화공정 시 레이온직물은 열분해가 일어나면서 섬유가 수축되고, 직물에 존재하는 산소를 포함하는 성분이 휘발되면서 화학구조가 변환되고 산소함량은 크게 감소하였다. 안정화온도가 높을수록 산소함량의 감소는 더욱 두드러졌다. 초음파세척을 한 후 안정화된 직물은 세척하지 않은 것보다 상대적으로 산소함량이 다소 낮았다. 직물의 수소함량은 안정화 후 소량 감소하였으나, 초음파세척이 수소함량의

변화에 큰 영향을 주지는 않았다. 질소함량은 안정화와 초음파세척에 전혀 영향을 받지 않는 것으로 확인되었다.

Figure 3은 안정화공정을 수행하지 않은 레이온직물의 X-선 회절곡선에 미치는 직물의 초음파세척의 영향을 조사한 결과를 보여준다. 그림에서 'Rayon Fabric'이라 표기된 것은 공급받은 상태 그대로의 레이온 프리커서 직물에 대한 것이다. 약 $2\theta = 21.5^\circ$ 에 보이는 강한 피크는 셀룰로오스의 monoclinic unit cell의 (002) 면에서 기인한 것이다. 약 $2\theta = 16.5^\circ$ 부근의 작은 피크는 monoclinic unit cell의 (101) 면에 해당된다. 그리고 약 $2\theta = 20^\circ$ 부근의 shoulder는 unit cell의 (101) 면에 기인한 것으로 직물을 구성하고 있는 레이온섬유가 cellulose II 결정 구조를 이루고 있다는 것을 나타내고 있다. 초음파세척이 레이온섬유의 XRD 결과에 두드러진 영향을 주지 않았으므로 세척 후에도 셀룰로오스의 결정구조는 그대로 유지되는 것으로 확인되었다.

Figure 4는 안정화된 레이온직물의 XRD 회절곡선에 미치는 안정화온도와 초음파세척의 영향을 보여준다. 분석에는 안정화온도 200, 220 및 240°C 에서 중량감소가 동일하게 70%까지 발생한 직물을 사용하였다. Figure 4(A)의 결과는 초음파세척은 하지 않고 각 온도에서 안정화공정을 수행하여 얻은 레이온직물에 대한 것이다. 안정화온도가 낮아수록 Figure 3에서 나타났던 $2\theta = 21.5^\circ$ 부근의 피크가 약 24° 부근으로 이동하였음을 알 수 있다. $2\theta = 24^\circ$ 부근의 피크는 안정화공정이 이루어진 다음 행해지는 탄화공정 과정에서도 존재하는 피크이다. 따라서 200°C 에서 상대적으로 긴 시간 동안 서서히 진행된 등온공정이 240°C 에서 빠르게 진행되는 공정보다 상대적으로 더욱 안정화된 레이온직물의 미세구조 형성에 기여한 것으로 사료된다. 또한 $200 \sim 220^\circ\text{C}$ 에서 등온공정을 한 경우에는 약 $2\theta = 16.5^\circ$ 부근의 monoclinic unit cell의 (101) 면에 해당하는 피크가 완전히 사라졌으나, 240°C 경우에는 그 위치에 피크가 나타났다. X-선 회절 피크세기의 감소나 퍼짐현상은 결정크기(L_c)의 감소를 의미하며, 이는 셀룰로오스 구조의 질서도가 감소되거나 상실되었기 때문인 것으로 여겨진다. 초음파세척을 한 후 안정화공정을 수행하여 얻은 레이온직물에 대한 결과인 Figure 4(B)에서는 안정화온도와 무관하게 거의 유사한 위치에서 피크($2\theta = 24^\circ$)가 나타났다. 따라서 안정화공정 전 레이온직물을 물을 이용하여 초음파세척하고 빠른 중량감소를 더디게 하고 섬유 미세구조의 급격한 변화를 완화시킨다는 측면에서 240°C 보다는 $200 \sim 220^\circ\text{C}$ 사이에서 등온 안정화공정을 수행하는 것이 바람직하다고 할 수 있다.

Figures 5와 6은 각각 레이온직물의 texture 변화에 미치는 안정화공정의 유·무, 안정화온도, 그리고 초음파세척의 영향을 주사전자현미경을 사용하여 20배에서

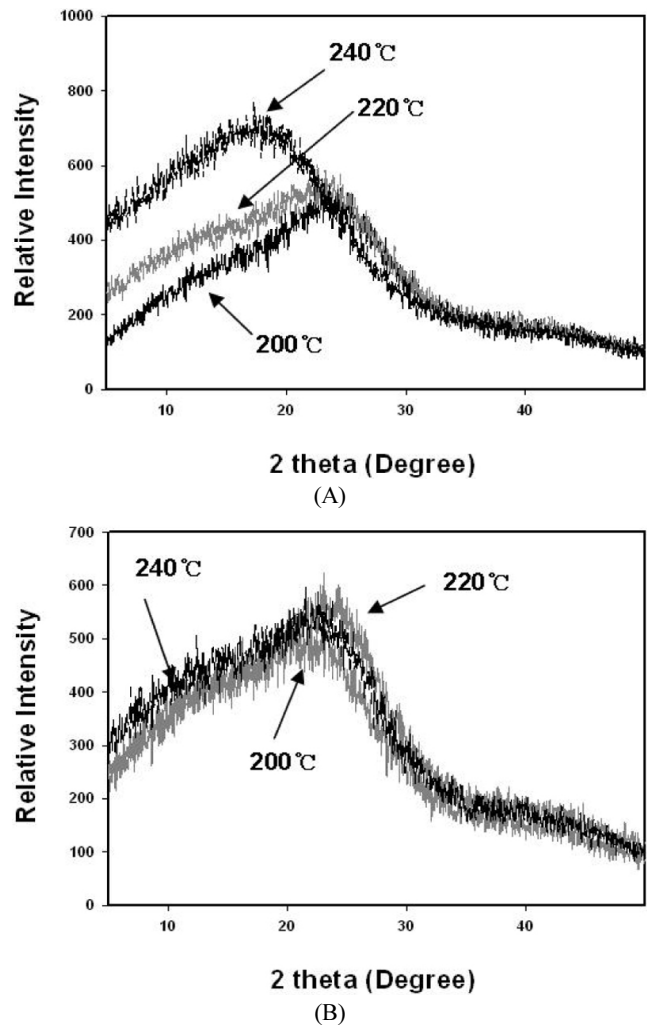


Figure 4. XRD result for rayon fabrics obtained after isothermal stabilization processes at different temperatures with (A) and without and (B) ultrasonic cleaning, respectively.

관찰한 결과이다. 안정화공정을 거친 후 레이온직물은 크게 수축된 것을 볼 수 있다. 즉, 안정화된 레이온직물은 안정화되지 않은 것보다 같은 배율의 동일 면적 당 직물의 warp와 fill 방향에서 더 많은 수의 토크(tow)와 크림프(crimp)를 포함하고 있음을 확인할 수 있다. 이는 안정화공정 동안 레이온직물은 warp와 fill 방향에서 동시에 크게 수축하고, 섬유직경도 크게 감소한 반면, 단위면적 당 직물의 면밀도는 증가하였음을 의미한다. 그러나 안정화온도 간에 직물 texture는 크게 다르지 않았다. Figure 6에서 보는 바와 같이, 레이온직물은 초음파세척 과정에서 수축하고 직물을 구성하고 있는 섬유들이 twisting되면서 섬유 면밀도가 증가하였다. $200 \sim 240^\circ\text{C}$ 에서 안정화공정 동안 직물은 추가적으로 수축하고 twist는 그대로 유지하고 있으며, 안정화온도에 따라 면밀도와 texture의 차이는 크게 나타나지 않는

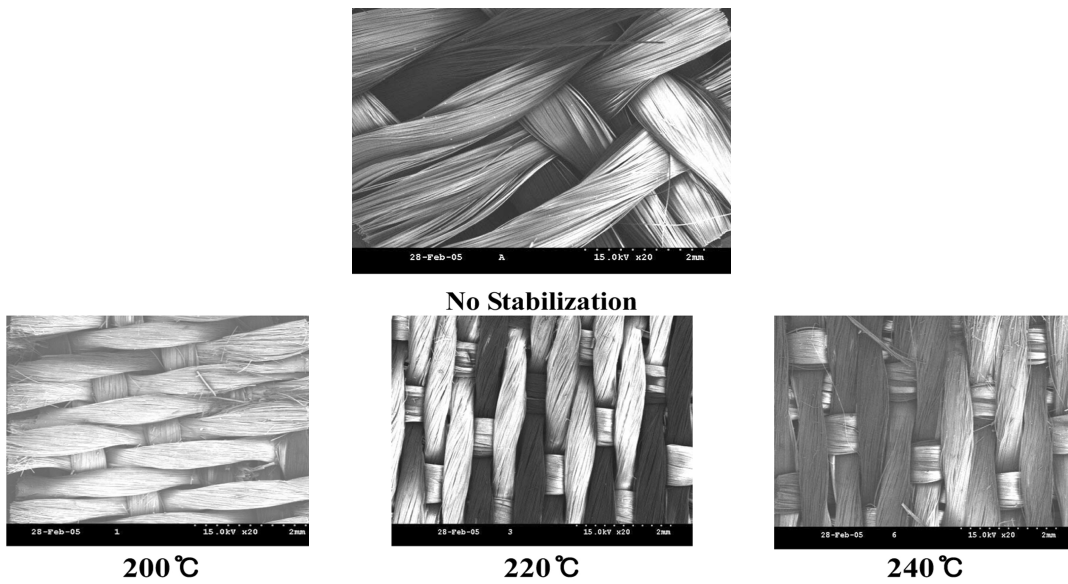


Figure 5. SEM images observed for rayon fabrics before and after isothermal stabilization processes at 200, 220, and 240°C without ultrasonic cleaning.

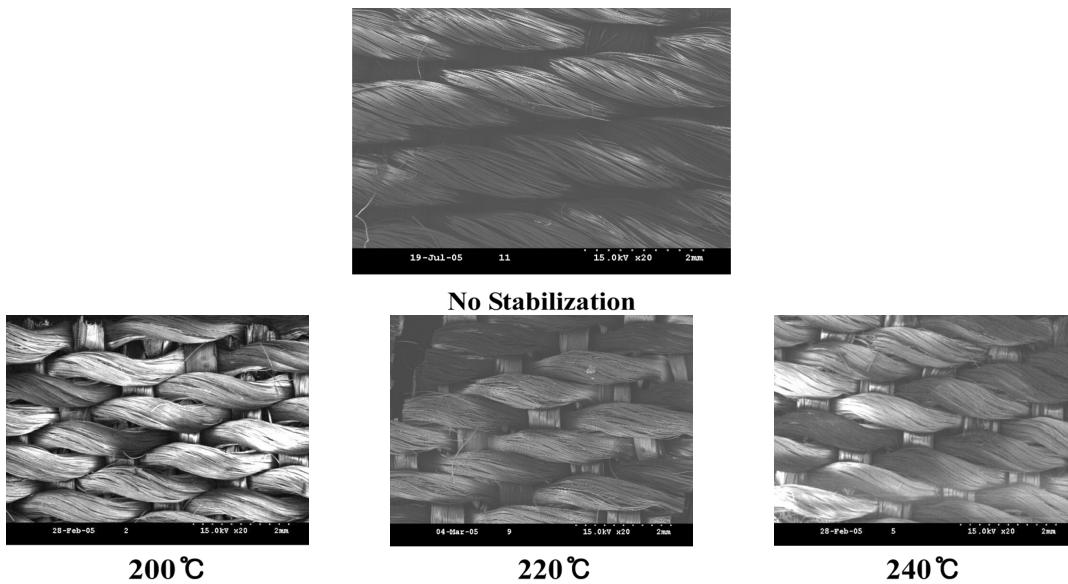


Figure 6. SEM images observed for rayon fabrics before and after isothermal stabilization processes at 200, 220, and 240°C with ultrasonic cleaning.

것으로 관찰되었다. 초음파세척으로 인해 레이온직물은 일차적으로 수축하였기 때문에 안정화공정에 의한 열수축은 초음파세척을 하지 않은 경우와 비교할 때 상대적으로 크지 않았다. 따라서 안정화공정 전에 행하는 초음파세척이 세척을 하지 않고 안정화할 경우 발생하는 레이온직물의 급격한 수축현상을 완화시키는데 도움을 줄 것으로 판단된다. 이러한 결과는 나아가 열처리공정 시 동반되는 레이온직물의 화학구조의 변환을 제어하는 데에도 기여할 것으로 예상된다.

4. 결 론

4.1. 등온 안정화공정

200~240°C 영역에서 행한 레이온직물의 등온 안정화공정 시 안정화온도가 낮을수록 직물의 중량감소는 공정 초기에 상대적으로 느리게 발생하고, 전체 직물 중량의 70%까지 감소되는데 더 많은 시간이 소요되었다. 안정화공정 후 레이온직물의 탄소함량은 레이온 프리 커서 직물 대비 약 50~75%까지 크게 증가한 반면, 산소

함량은 약 55%에서 약 29~37%로 감소하였다. 수소 함량과 질소함량은 안정화온도에 크게 의존하지 않았다. 안정화공정은 레이온직물의 셀룰로오스 구조를 변화시키며, 240°C에서 상대적으로 빠른 등온 안정화공정보다 200~220°C 영역에서 상대적으로 느린 공정이 섬유구조 형성 측면에서 레이온직물의 안정화에 더 기여하는 것으로 여겨진다. 등온 안정화공정에 의해 레이온직물은 수축하였으며 직물의 면밀도가 크게 증가하였다.

4.2. 초음파세척

물을 이용한 레이온직물의 초음파세척은 등온 안정화공정 시간을 단축시켰다. 초음파세척은 안정화 레이온직물의 탄소함량의 증가와 산소함량의 감소에 영향을 주었다. 초음파세척을 한 경우 안정화온도에 관계 없이 XRD 패턴이 거의 유사한 결과에 비추어 볼 때, 초음파세척이 안정화 레이온직물의 미세구조에 영향을 준 것으로 판단된다. 레이온직물은 초음파세척에 의해 일차 수축되고 twist되나 안정화공정 중 발생하는 중량 감소를 더디게 하므로, 세척하지 않고 안정화할 경우 발생하는 레이온직물의 급격한 중량감소와 열수축에 의한 물리적, 화학적 변화를 완화시키는데 기여하는 것으로 여겨진다.

결론적으로 레이온직물을 초음파기술을 이용하여 세척한 상태에서 200~220°C 범위에서 등온 안정화공정을 서서히 진행하는 것이 바람직하다고 할 수 있다. 그러나, 저온에서의 등온 안정화는 장시간의 공정기간이 요구될 수 있으므로, 레이온직물의 안정화는 목적에 맞게 구조-물성-공정-비용의 상호관계를 고려해서 수행해야 할 것으로 사료된다.

참 고 문 헌

1. M. M. Tang and R. Bacon, *Carbon*, **2**, 211 (1964).
2. R. Bacon and M. M. Tang, *Carbon*, **2**, 221 (1964).
3. B. F. Jones and R. G. Duncan, *J. Mater. Sci.*, **6**, 289 (1971).
4. R. Bacon, *Chemistry and Physics of Carbon*, P. L. Walker, Jr., and P. A. Thrower, Eds., Vol. 9, pp. 1-102, Marcel Dekker, New York (1973).
5. W. K. Tang and W. K. Neill, *J. Polym. Sci.: Part C*, **6**, 65 (1964).
6. A. Basch and M. Lewin, *J. Polym. Sci. Polym. Chem. Ed.*, **11**, 3071 (1973).
7. Y. Sekiguchi, J. S. Frye, and F. Shafizadeh, *J. Appl. Polym. Sci.*, **28**, 3513 (1983).
8. J. V. Duffy, *J. Appl. Polym. Sci.*, **15**, 715 (1971).
9. S. B. Yoon, D. Cho, and J. K. Park, *Polymer (Korea)*, **29**, 211 (2005).
10. A. Broido and M. A. Nelson, *Combust. Flame*, **24**, 263 (1975).
11. S. B. Yoon, C. W. Cho, D. Cho, J. K. Park, and J. Y. Lee, *Carbon Lett.*, **9**, 308 (2008).
12. C. W. Cho, D. Cho, J. K. Park, and J. Y. Lee, *J. Adhes. Interf.*, **11**, 15 (2010).
13. A. E. Lipska and F. A. Wodley, *J. Appl. Polym. Sci.*, **13**, 851 (1969).