

고속방사된 PBT 섬유의 열처리 조건에 따른 미세구조 형성과 물성에 관한 연구

이선희, 김경효, 조현욱

부산대학교 섬유공학과

A Study on Fine Structural Formation and Physical Properties of High-speed Spun Poly(butylene terephthalate) Fibers with Annealing Conditions

Sun Hee Lee, Kyoung Hou Kim and Hyun Hok Cho

Dept. of Textile Engineering, Pusan National University, Busan, Korea

1. 서 론

PBT 섬유에 관한 연구[1-4]는 주로 섬유화 가능성에 관한 것을 타진하는 것으로써, 그 중 Spruiell[1]은 권취속도 1000-5600m/min에서 얻어진 PBT 필라멘트의 구조와 물성에 대하여 연구하였다. 그는 방사시 온라인상의 직경변화, 온도, 하중의 변화에 대해 연구하였으며, 방사선상에서 PET에 비해 결정화속도가 매우 빠르다고 보고하였다. 저자 등[2-3]은 권취속도 1-8km/min까지 변화시켜 얻은 PBT 섬유의 구조에 관한 연구에서 6km/min 이상의 속도에서 얻은 경우 초기탄성률이 최고값을 가지며 그 이후 변화가 없음을 확인하였다. 이것으로 펼쳐진 사슬 구조인 β 상 구조가 발달하는 것으로 8km/min에서는 오히려 α 및 β 상 결정구조가 혼재하고 있음을 X-선 회절 분석에서 확인하였으며, 인장성질과 결정구조간의 상관관계를 보고한 바 있다. 한편 Lu 등[4]은 PBT 필라멘트의 공정조건에 따른 그 구조와 물성에 관한 연구에서 700m/min의 속도로 방사된 섬유를 90~190℃의 범위에서 연신하였으며, 연신온도가 증가함에 따라 연신응력은 감소하며, β 형 결정상의 함량이 감소한다고 하였다. PBT의 열처리에 관련한 문헌으로 Kim 등[5]은 PBT의 결정형태에 미치는 열처리효과를 중심으로 한 연구에서 열처리 온도를 120-200℃의 20℃간격으로 행하여 그 구조변화를 인장성질의 변화 등으로 살펴보았다. 결정영역에 영향을 주기 위해 100℃이상의 온도에서 열처리를 하였으며, 응력-신장 곡선상에서의 plateau region의 크기는 결정화도가 증가할수록 커지는 결과를 얻었다.

1,4-부탄디올과 테레프탈산의 축합중합반응으로 얻어지는 PBT는 초기 엔지니어링 플라스틱용으로 전기·전자부품, 자동차부품에 주로 사용되어 왔으나 그 후 자동차 등의 다른 분야에서도 이용이 점차 늘어나고 있다. 특히 안전벨트는 자동차뿐만 아니라 항공기, 건설기계, 유원지의 놀이 기구 등의 폭넓은 분야에 사용되고 있으며 사람의 생명에 직접적으로 영향이 있으므로 여러 법적 규제가 있다. 차

량의 구조상 충돌에 의해 차체가 찌그러질 때 충돌에너지가 흡수되지만, 경우에 따라서는 흡수가 충분하지 않을 때도 있으므로 안전벨트가 늘어남으로써 승객에 가해지는 충돌 에너지가 흡수되도록 할 필요가 있는 것이다. 안전벨트 제조는 주로 니들직기를 이용하여 생지를 제조하며 연속 써모졸(thermosol) 염색기 등을 사용하여 완성품이 된다. 이때 열처리 조건은 안전벨트의 역학적 특성을 크게 좌우하는 매우 중요한 공정이다.

본 연구는 자동차 부품용으로의 용도전개중인 PBT 섬유에 있어서 열처리에 관한 것이다. 즉 PBT 섬유를 4, 6, 8km/min의 속도로 권취하여 얻은 후 여러 온도로 정장 혹은 무긴장 조건으로 열처리하였다. 이러한 섬유가 어떠한 미세구조와 물성을 가지는지 밀도, 복굴절률, 기계적 물성 등을 측정하여 분석하였으며, 특히 급격한 충격에 대한 섬유의 저항성인 파단일(work of rupture)이 열처리 온도별로 어떻게 변화하는가를 중심으로 살펴보았다.

2. 실험 방법

2.1 시료

PBT(IV=0.85) pellets을 사용하였으며, 275℃에서 직경이 0.5mm인 노즐을 통해서 토출량을 5.0g/min으로 유지하여 방사한 PBT 섬유를 권취속도 4, 6, 8km/min 속도로 변화시켜 얻었다. 이렇게 얻어진 섬유를 정장 상태로 30분간 열처리하였으며, 처리온도는 40, 60, 80, 100℃등으로 변화시켰다. 이때 정장처리는 stainless steel의 기구에 일정한 장력으로 시료를 감아서 양 말단을 고정시켜서 실시하였으며 무긴장열처리는 타래형으로 시료를 일정하게 감아서 열처리하였다.

2.2 특성분석

밀도는 사염화탄소(CCl₄, 1.59)와 헵탄(n-heptane, 0.68)의 혼합용액으로 23℃에서 밀도구배관법에 의해 측정하였다. 결정화도(X_c)는 시료의 밀도로부터 중량분율에 의해 계산하였으며, 결정과 비결정의 밀도값은 각각 1.369g/cm³, 1.281g/cm³를 사용하였다.

$$X_c(\%) = \frac{\rho_c \cdot (\rho - \rho_a)}{\rho \cdot (\rho_c - \rho_a)} \times 100$$

기계적 물성은 Shimadzu제의 AGS-500D Autograph를 이용하여 파지거리 50mm, 인장속도 50mm/min의 조건으로 실온에서 측정하였다. 얻어진 s-s 곡선에서 각각 초기탄성률, 강도, 신도, 파단일을 구하였다.

3. 결과 및 고찰

Figure 1은 각 온도별로 열처리한 PBT 섬유의 밀도변화를 나타낸 것이다. 열처리 온도가 증가할수록 밀도는 증가하는 경향을 보인다. 특히 방사속도 4, 6

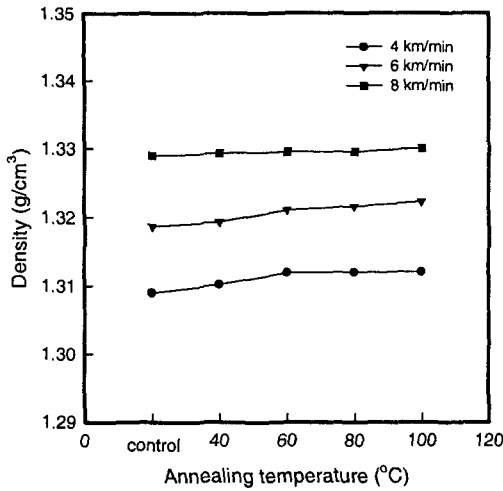


Figure 1. Density of PBT fibers at various annealing temperature.

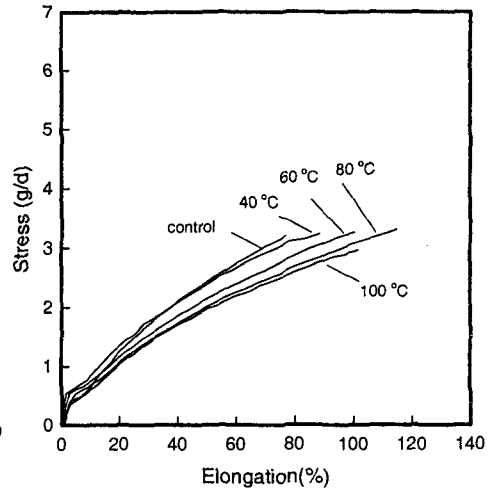


Figure 2. Effect of annealing on stress-strain curves for PBT fibers spun at 4km/min.

km/min인 경우에서 이러한 현상이 잘 나타나고 있다. 4km/min에서 방사된 PBT 섬유의 결정화도는 15% 이내이며, 6km/min의 섬유는 열처리온도가 증가할수록 결정화도가 34%에서 38%로 증가하고 있다. 8km/min에서의 섬유는 58%에서 약 3%

Table 1. Mechanical properties of PBT fibers with various annealing temperature

Take up speed (km/min)	Annealing temperature (°C)	Specific stress (g/d)	Elongation (%)	Initial modulus (g/d)	Work of rupture (g*cm)
4	control	3.48	94.95	24.10	44.79
	40	3.49	96.80	24.33	44.99
	60	3.46	98.44	24.11	46.48
	80	3.46	104.24	24.15	50.20
	100	3.37	92.36	24.30	41.51
6	control	4.86	58.17	26.63	25.94
	40	4.98	62.81	26.62	29.42
	60	4.81	59.21	26.60	26.79
	80	4.79	59.78	26.72	26.18
	100	4.81	58.28	26.37	25.24
8	control	5.69	51.59	27.58	19.96
	40	5.68	49.14	28.81	18.48
	60	5.53	45.65	29.56	15.92
	80	5.46	44.17	30.68	15.51
	100	5.41	43.06	29.53	14.23

의 증가폭을 보이고 있다.

Figure 2는 4km/min에서 권취된 PBT 섬유를 각각의 온도에서 열처리한 후 얻은 s-s 곡선의 변화를 나타낸 것이다. 원시료에 비해 열처리에 의해 강도의 변화는 크지 않으나, 신도의 경우 증가하고 있음을 볼 수 있다. 초기 5% 신장이후 약간의 pleatue 영역을 보이고 있다. **Table 1**에는 각 온도별로 열처리된 PBT 섬유의 강도, 신도, 초기탄성률 및 파단일을 나타낸 것이다. 4km/min의 속도에서 권취된 PBT 섬유의 경우 열처리온도가 증가함에 따라 신도가 증가하고 있으며 파단일도 증가하고 있음을 볼 수 있다. 6km/min의 경우 40℃에서 신도는 증가하며 그 이후 원시료보다 약간 증가하며 온도별로는 거의 비슷한 경향을 나타내고 있다. 각 섬유는 열처리할수록 초기탄성률은 초기상태에 비해 비슷한 값이거나 증가하는 경향을 보인다. 이것으로 보아 본 실험조건에서는 정장 열처리에 따라 섬유의 내부구조상 배향의 감소는 다소 적음을 알 수 있다.

4. 참고문헌

- 1) S. Chen, W. Yu, and J. E. Spruiell, *J. Appl. Polym. Sci.*, **34**, 1477(1987).
- 2) S.H.Lee and H.H.Cho, "Proceedings of the Korean Textile Conference", 34(2), pp.456-458, 2001.
- 3) S.H.Lee and H.H.Cho, "Proceedings of '01 Kyushu-Seibu/Pusan-Kyeongnam Joint Symposium on High Poymers(10th) and Fibers(8th)", pp.157-158, Nagasaki, 2001.
- 4) F. M. Lu and J. E. Spruiell, *J. Appl. Polym. Sci.*, **31**, 1595(1986).
- 5) Y.K.Kim and K.J.Kim, *J. Korean Fiber Soc.*, **36**, 1(1989).