

〈研究論文(學術)〉

초음파를 적용한 PET 직물의 알칼리 가수분해에 관한 연구(II) - 기공특성과 올리고머 분석 -

김삼수* · ¹서말용 · 박성우 · 윤태희* · 이승구** · 허만우***

한국섬유개발연구원, 영남대학교 섬유패션학부^{*}, (주)몰코^{**}, 경일대학교 섬유패션학과^{***}
(2002. 6. 14. 접수/2002. 12. 12. 채택)

A Study on the Alkali Hydrolysis of PET fabrics with Ultrasonic Application(II) - Surface Porosity and Oligomer Analysis -

Sam Soo Kim*, ¹Mal Yong Seo, Seong Woo Park, Tae Hee Yoon*,
Seong Goo Lee**, and Man Woo Huh***

Korea Textile Development Institute

**School of Textiles, Yeungnam University*

***Morko Co., Ltd.*

****School of Textile & Fashion, Kyungil University*

(Received June 14, 2002/Accepted December 12, 2002)

Abstract—In order to give a silk-like touch to PET fabrics, the PET fabrics were treated with NaOH alkaline solution in various conditions. In alkaline treatment, the liquor flow type pilot weight reduction apparatus with magnetostrictive ultrasonic transducer was used for the study. The effects of ultrasonic application, treatment time and temperature at NaOH 4% and 6% solution on the decomposition rate of PET fabrics. From the results of the decomposition rate of PET fabrics, the qualitative and quantitative analysis of oligomer after decomposition of PET fabrics carried out by the HPLC. On the other hand, the surface pore characteristics of decomposition PET fabrics measured by porosimetry. The pore characteristics on the surface of treated PET fiber depended on the decomposition rate and did not depend on the ultrasonic cavitation. The pore diameter of alkaline untreated PET fiber were 15 Å and those of treated PET fibers were 5 ~6 Å at the maximum pore volume. The average pore sizes of fiber before and after treatment were 141 Å and 160 Å respectively. Total amount of oligomer of the untreated PET fibers were 1.70wt% and 67.7% of total oligomer occupied with PET cyclic trimer and PET cyclic tetramer. Total amount of oligomer of fiber with 26.9% and 48.0% of weight loss without ultrasonic application were 1.78wt% and 1.79wt%, respectively. Also total amount oligomer of fibers which were reduced 27.7% and 48.2% of weight loss with ultrasonic application were 1.74wt%. This result showed that the removal rate of oligomer in the process of alkaline hydrolysis with ultrasonic application higher than that of without ultrasonic application.

Keywords : *surface area, pore volume, pore size, oligomer, trimer, tetramer*

¹Corresponding author. Tel. : +82-53-560-6554 Fax:
+82-53-560-6559; e-mail: neomyseo@netian.com

1. 서 론

폴리에스테르 섬유는 촉감개선을 위하여 알칼리 가수분해를 시키는데, 가수분해후 섬유표면에凹凸형상을 보이면서 섬도가 작아진다. 이러한凹凸형상을 활용하여 빛의 굴절이나 반사율로 염색물의 겉보기 농도를 연구해왔다¹⁻³⁾.

알칼리 감량, 저온 plasma, sputter etching 등에 의해 형성된 섬유표면의 미세기공의 분석에는 SEM을 활용해 왔으나, 극히 일부분만의 관찰 분석하기 때문에 시료전체의 상태를 평균적으로 설명하기에는 다소 무리가 있어, 최근들어 이러한 미세기공의 크기나 분포 등을 해석하기 위하여 수은침투형 porosimeter나 질소흡착형 porosimeter 등을 활용하고 있다.

한편, 염색가공공정에 있어 에너지 절감, 공정합리화, 품질안정, 생산성향상 등의 요구에 대응하기 위해, 전자파의 응용기술개발이 두드러지고 있으며⁴⁻¹¹⁾, 최근에는 음향학적 특성을 산업공정에 응용하려는 노력이 가시화되고 있다.

초음파는 20kHz 이상의 주파수를 가진 음으로서 액체매질로 방사하면 공동(空洞)이 발생된다. 공동은 압력이 높은 영역에서 파괴되면서 높은 응축열과 충격파를 발생하는데, 이러한 공동현상을 수세와 같은 습식공정에 응용하려는 연구가 많이 보고되고 있다¹²⁻¹⁶⁾.

한편 폴리에스테르 섬유는 1.5~3.0%의 올리고머를 함유하고 있으며, 감량처리된 폴리에스테르 섬유를 염색할 때 올리고머들이 용출되어 섬유표면이나 염색기의 벽면에 부착하는 등 여러 가지 트러블을 발생시키고 있다¹⁷⁻¹⁹⁾.

따라서 본 연구에서는 PET 섬유에 부드러운 촉감을 부여함과 더불어 알칼리 가수분해후 잔류 올리고머의 함량을 감소시키기 위하여 파일럿 액류감량기에 자기왜곡소자형 초음파진동자를 적용하여 PET 직물을 알칼리 가수분해시켰으며, 초음파의 적용에 따른 섬유표면의 미세기공특성과 가수분해후 잔류 올리고머의 정성·정량분석을 연구·검토하였다.

2. 실험

2.1 시료 및 시약

시료는 SD(semi dull) 폴리에스테르 직물($\rho = 1.388$, (주)효성)로서, 경사 75d/72f, 100本/inch, 위사 75d/72f, 75本/inch의 평직(chiffon)이며, 시약

으로서는 50%-NaOH(삼광상사), 유화제OR 408, 경동유화공업사)를 사용하였다.

2.2 실험장치

초음파 진동자는 Diferal 자기왜곡소자(magnetostrictive)형 트랜듀서(USP-1000, 몰코(주))로서, 4set의 진동자를 파일럿 액류감량기 하부의 측면에 대칭으로 솔더링(soldering)하여 초음파를 적용한 알칼리 가수분해 장치로 사용하였다.

2.3 실험방법

초음파 트랜듀서 4set가 부착된 파일럿 액류감량기에서 욕비 1:143, 주행속도는 80m/min, 초음파의 최적 공진주파수 14.9kHz로 일정하게 하고, NaOH 농도 3, 4, 6, 7%, 처리온도 80, 90, 95, 99 °C, 처리시간을 10, 30, 40, 50, 60min 조건으로 초음파를 적용하여 PET 직물을 알칼리 가수분해시킨 다음, 60 °C × 10min간 제1수세를 하고, 50 °C × 10min간 제2수세를 한 뒤, 25 °C × 15min간 세탁기에서 수세, 탈수를 거쳐 48시간이상 자연건조하였다.

2.3.1 표면의 기공도 분석

질소흡착형 미세기공분석기인 Accelerated Surface Area and Porosimetry System(ASAP 2010, Micrometrics Co., Ltd., USA)을 사용하여 기공도를 분석하였다.

2.3.2 올리고머 함량 및 특성 분석

[1] 고리 올리고머의 분취

PET 중에 존재하는 올리고머의 정성·정량분석을 위한 표준물질의 확보를 위하여 순환이 가능한 분취용 액체크로마토그래피(JAI LC-908, Japan Analytical Industry, Japan)를 사용하였다.

[2] 고리 올리고머의 구조

1) 핵자기공명 분석

분취용 LC를 이용하여 분리·분취한 고리 올리고머의 구조분석을 위해 NMR Spectrometer(AVANCE DRX-300, Bruker, Germany)로 ¹H 및 ¹³C 스펙트럼을 얻었다.

2) 질량 분석

분리·분취된 고리 올리고머의 분자량은 Tandem Mass Spectrometer(HX 110, Jeol, Japan)를 이용하여 분석하였다.

[3] 고리 올리고머의 추출 및 시료의 전처리

초음파를 응용한 감량시료의 고리 올리고머의 추출에는 용해-재침전법을 주로 이용하였는데, 양

용매로 1,1,1,3,3,3-hexafluoro-2-propanol(HFIP)(99.5%, Acros Organics)나 TFA(99%, Acros Organics)와 올리고머를 잘 용해시키는 클로로포름(HPLC grade, Fisher Scientific/J. T. Baker/Burdick & Jackson)이 혼합된 용매를, 부용매로 메탄올(HPLC grade, Fisher Scientific/Burdick & Jackson)을 사용하였다.

[4] 고리 올리고머의 HPLC 분석

고리 올리고머의 정성 및 정량 분석은 HPLC(HP-1100, Hewlett-Packard, USA)를 이용하여 분석하였으며, 칼럼은 순상 칼럼(μ -porasil, 5 μ m, 100 \times 4.6mm)을 사용하였고, 칼럼의 온도는 25 $^{\circ}$ C를 유지했다.

3. 결과 및 고찰

3.1 처리직물의 표면기공 특성

지금까지는 알칼리감량 및 저온 플라즈마 처리 또는 sputter etching 등에 의한 섬유표면의 미세기공을 분석하기 위해 대부분 주사전자현미경(SEM)을 사용해 그 크기나 모양을 관찰하였다. SEM의 특성상 시료의 극히 일부분만을 관찰, 분석하기 때문에 이것만으로 시료 전체의 상태를 평균적으로 설명하는 것은 다소 무리일 수 있으며, 또한 미세기공들의 크기별 절대분포량 등을 나타내는 것은 원리적으로 불가능하다. 이러한 미세기공의 크기 및 분포 등을 정량적으로 분석하기 위해 최근에 수은 침투형 porosimeter를 이용한 연구가 보고되어 있다.²⁰⁾

수은침투형 porosimeter는 일정량의 수은 내에 시료를 넣고 외부에서 최고 수만 psi까지 압력을 가하는 것으로 각 압력에서 시료내부로 침투되는 수은의 양을 측정하는데, 이때 압력과 수은 침투할 수 있는 기공의 크기 사이의 상관관계가 밝혀져 있으므로 결과적으로 미세기공의 크기별 수은의 침투량으로부터 기공의 부피를 구할 수 있게 된다. 이러한 기공의 크기 사이의 상관관계가 밝혀져 있으므로 결과적으로 미세기공의 크기별 수은의 침투량으로부터 기공의 부피를 구할 수 있게 된다. 이러한 기공의 부피로부터 기공의 면적을 구하는 것도 가능하다. 그러나 이 방법은 앞서 언급한 바와 같이 시료에 최고 수만 psi까지의 높은 압력이 가해지므로 섬유나 고분자와 같은 유연한 시료의 경우 시료자체의 변형이 일어날 가능성이 있으며, 얻어진 결과 또한 이미 변형된 시료로부

터 측정된 것일 우려도 있다.

이에 비해 질소흡착형 porosimeter는 그 응용면에서는 수은 침투형과 유사하나 원리적인 면에서는 다르다. 질소흡착형 porosimeter는 질소기체의 액화점인 77K로 냉각된 시료에 질소기체를 흡착 또는 탈착시키고 각 압력 하에서의 질소기체의 흡착량을 구하여, 이로부터 시료의 표면적 및 미세기공의 절대량과 분포 등을 계산한다. 질소흡착형에서는 수은 침투형에서와 같은 시료의 변형은 우려하지 않아도 된다.

이러한 질소 흡착형 porosimeter를 사용하여 알칼리 감량한 폴리에스테르 섬유표면의 미세기공을 분석하였다. 미세기공에 대한 기공크기와 기공부피의 분포에 대한 자세한 데이터는 등온흡착곡선의 분석으로 얻을 수 있으며, 식 (1)의 Kelvin의 방정식²¹⁾으로 부터 기공도를 분석하였다.

$$\ln(p/p_0) = - \frac{2V\gamma}{r_m RT} \cos\theta \dots\dots\dots (1)$$

- p : critical condensation pressure
- p₀ : saturation vapour pressure
- γ : liquid surface tension
- V : molar volume of the adsorbate in liquid form
- R : gas constant per mole
- T : temperature
- θ : angle of contact between the liquor and the wall of the pore
- r_m : mean radius of curvature of the liquid meniscus

Fig. 1은 초음파를 적용하여 알칼리 감량한 시료표면의 미세기공분포를 나타낸 것이다. 전 범위에 걸쳐 미처리 시료에 비해 감량률이 증가할수록 기공의 부피가 증가함을 알 수 있다. 곡선의 모양이 mesopore(20~200 Å)나 macropore(200 Å이상)에 비해 micropore(20 Å이하) 쪽이 더 높게 나타나는 것은, 하나의 micropore가 하나의 mesopore나 macropore에 비해 부피는 아주 작음에도 불구하고 그 수가 극도로 많기 때문인 것으로 고찰된다. 이는 기존의 SEM에서는 관찰할 수 없는 아주 작은 기공(Å 단위)들이 보다 많이 형성되었음을 예측할 수 있으며, 미처리 시료의 경우 약 15 Å 정도 크기의 기공이 가장 많은 부피를 차지하는데 비해, 감량률이 증가함에 따라 최대 기공부피를 나

타내는 기공은 5~6Å 정도로 변화되었음을 알 수 있다.

Fig. 2는 99 °C에서 초음파를 적용하여 알칼리 감량하였을 때 감량률에 따른 비표면적을 나타낸 것으로서, BET 변환식 (2)로부터 표면적을 계산하였다.²²⁾

$$SA_{BET} = \frac{CSA \times (6.023 \times 10^{23})}{(22,414 \text{ cm}^3 \text{ STP}) \times (10^{18} \text{ nm}^2 / \text{m}^2) \times (S + Y_i)} \quad (\text{m}^2/\text{g}) \dots\dots\dots (2)$$

- SA_{BET} : BET surface area
- CSA : analysis gas molecular cross-sectional area(nm²) user-entered on the adsorptive dialog box
- STP : standard temperature pressure
- S : slope
- Y_i : Y-intercept

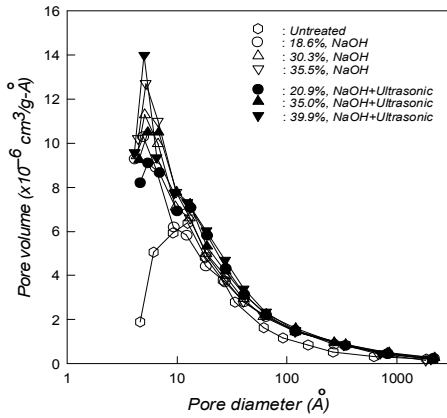


Fig. 1. Pore volume of PET fabrics with respect to pore diameter with or without ultrasonic application.

Fig. 2에서 알 수 있는 바와 같이 감량 미처리시료의 비표면적은 약 0.32m²/g였으며, 초음파 적용에 관계없이 감량률이 증가함에 따라 비표면적은 선형적으로 증가하였으며, 감량률 약 43%에서는 비표면적이 0.51m²/g 정도였다. 이는 알칼리 감량에 의해 상대적으로 평활하던 폴리에스테르 섬유 표면이 알칼리 가수분해되면서 미세기공이 많이 형성되었기 때문인 것으로 고찰된다. 감량률이 40% 넘어도 비표면적이 계속 증가하는 것은, 감량시료에 대한 비표면적이 단위중량에 대한 표면

적이기 때문인 것으로 고찰된다.

Fig. 3은 99 °C에서 시간을 달리하여 초음파를 적용하여 감량하였을 때 감량률에 따른 전체 기공부피를 나타낸 것이다. Fig. 3에서 알 수 있는 바와 같이 감량 미처리시료의 전체 기공부피는 약 0.12×10⁻²cm³/g이었으며 초음파 적용에 관계없이 감량률이 증가함에 따라 전체 기공부피도 직선적으로 증가하였으며, 감량률 약 43%에서는 전체 기공부피는 약 0.18×10⁻²cm³/g으로 나타났다.

감량률이 증가함에 따라 전체 기공부피가 증가하는 것은 Fig. 2와 같이 감량률의 증가에 따른 비표면적의 증가에 기인된 것으로 고찰된다.

한편 Fig. 4는 시료의 표면에 형성된 미세기공들의 평균크기를 감량률에 따라 나타낸 것으로, 미처리시료의 평균 기공크기가 약 141Å 이었으며, 감량초기 감량률 약 10%일때까지는 평균미세기공이 160Å 까지 증가하다가 그 이상의 감량률에서는 거의 변화가 없었다. 감량초기 감량률 약 10%까지 평균미세기공이 증가하는 것은, 감량률이 증가함에 따라 크기가 작은 micropore가 상대적으로 크게 증가하는데도 불구하고 평균 기공크기가 증가하는 것은, 작은 기공에 비해 큰 기공이 평균크기에 더욱 크게 기여했기 때문인 것으로 생각된다.

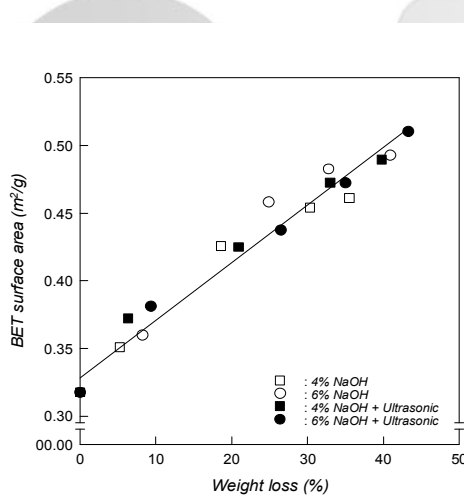


Fig. 2. BET surface area of PET fabrics with respect to weight loss with or without ultrasonic application at 99 °C

3.2 고리 3량체 분리·분취 및 구조분석

울리고머 정량분석용 표준물질로 사용할 고리 3량체를 분리·분취하고자 알칼리 가수분해된 폴리

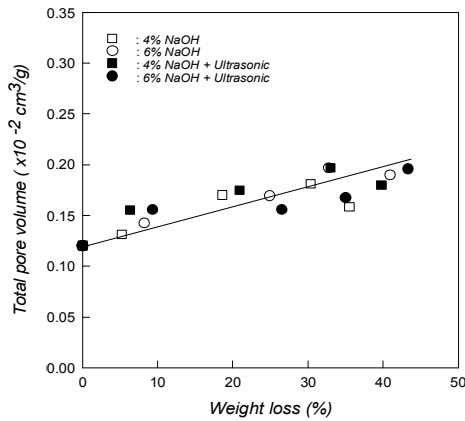


Fig. 3. Total pore volume of PET fabrics with respect to weight loss with or without ultrasonic application at 99 °C

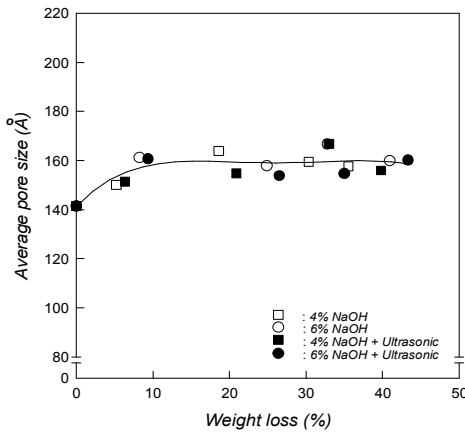


Fig. 4. Average pore size of PET fabrics with respect to weight loss with or without ultrasonic application at 99 °C

에스테르 사를 냉동분쇄하여 혼합용매로 용해-재침전시켜 분리한 올리고머들의 HPLC 분석결과를 Fig. 5에 나타내었다. Fig. 5에서 알 수 있는 바와 같이 추출한 올리고머 내에는 여러 가지 성분들이 포함되어 있는데, 사용한 HPLC 분석조건에서는 고리 올리고머들의 고리크기 (ring size) 순서에 따라 분리된다. 또한 고리구조상 고리 2량체의 형성은 많은 장애를 받기 때문에 HPLC 크로마토그램에서 두번째 피크(retention time : 4.4 min)가 고리 3량체임을 예측할 수 있다.

여러 종류의 올리고머 중에서 목적성분만 얻기 위하여 분취용 LC를 이용 재분리 (recycle separation)를 반복·실시하여 고리 3량체 표준물질만 분리·분취하였다. 분리·분취한 고리 3량체의 구조, 성분, 순도 등을 조사하기 위하여 NMR, Mass, DSC 및 HPLC 분석을 실시하였다. Fig. 6에서 알 수 있는 바와 같이 HPLC 크로마토그램상 순수한 고리 3량체만 존재함을 확인할 수 있었다.

분취용 LC를 이용하여 분별-채취한 고리 3량체의 ¹H-NMR 스펙트럼을 Fig. 7에 나타내었다. 고리 3량체의 구조에서 벤젠의 4개 프로톤은 8.08ppm에서 검출되었고, 에틸렌 글리콜의 4개 프로톤은 4.67ppm에서 검출되었다.

또한 7.24ppm에서 검출되는 피크는 용매로 사용한 CHCl₃의 피크이며, 1.52ppm에서 검출되는 피크를 H₂O 피크이다. 8.08ppm에서 검출되는 벤젠의 4개 프로톤과 4.67ppm에서 검출되는 에틸렌 글리콜의 4개 프로톤의 피크 적분비를 비교해본 결과 이들 두 피크의 면적비가 일치하였으며 기타

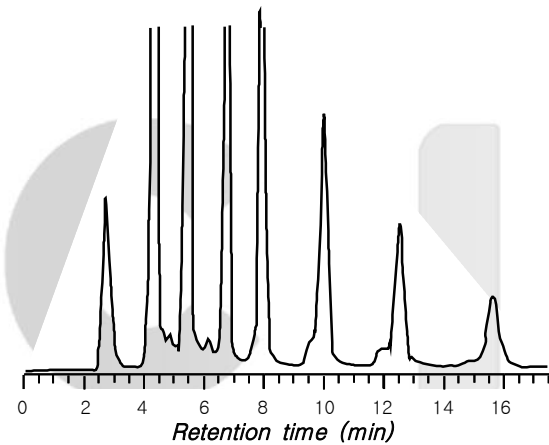


Fig. 5. HPLC spectrum of PET oligomers.

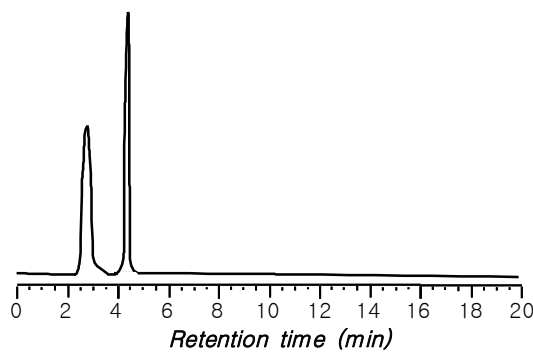


Fig. 6. HPLC spectrum of PET cyclic trimer.

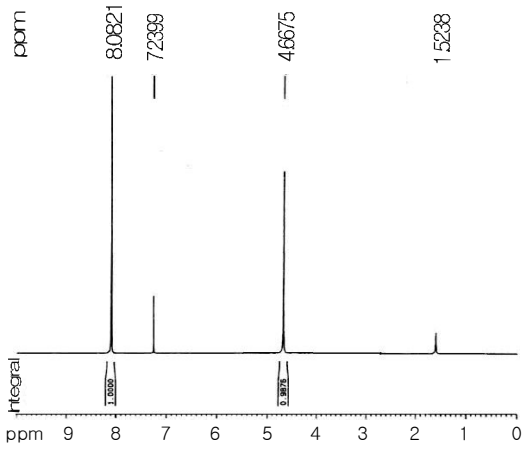


Fig. 7. ¹H NMR spectrum of PET cyclic trimer.

다른 피크는 존재하지 않았다.

분취한 고리 3량체의 구조확인을 위하여 Mass spectrometer를 이용하여 분자량을 분석한 결과를 나타낸 것이 Fig. 8이다. Fig. 8에서 577.2m/e에서 검출되는 피크는 고리 3량체의 M+1 피크로 분자량이 576임을 확인하였고 이론상 고리 3량체의 분자량과 일치하였다. 한편, 460.2m/e와 613.3m/e에서 검출되는 피크는 매트릭스로 사용한 NBA(m-nitrobenzyl alcohol)의 피크이다.

Fig. 9는 고리 3량체의 DSC 곡선을 나타낸 것으로서, 318.7°C에서 나타나는 흡열 피크는 고리 3량체의 전형적인 피크로 이미 알려진 용점과 일치하고 있으며,²²⁾ 용융열은 93.7J/g이었다.

초음파를 적용하여 알칼리 가수분해시킨 폴리에

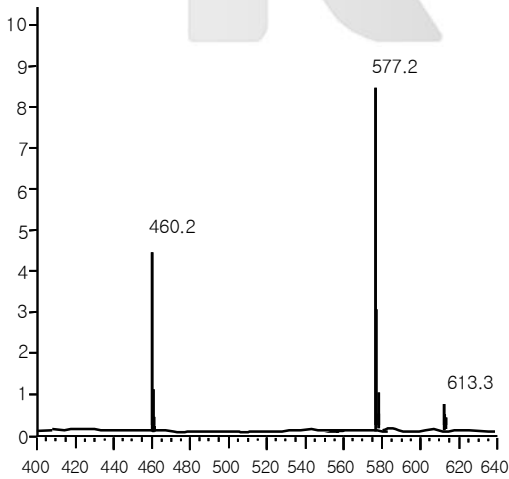


Fig. 8. Mass spectrum of PET cyclic trimer.

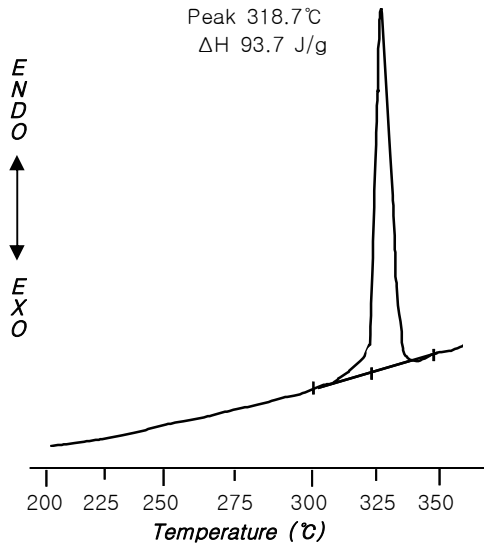


Fig. 9. DSC thermogram of PET cyclic trimer.

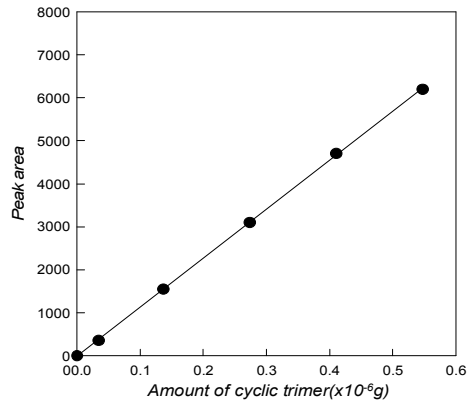


Fig. 10. Calibration curve of PET cyclic trimer.

스테르 시료중에 존재하는 올리고머의 함량은, 시료의 전처리 조건 및 시료자체의 이력에 따라 차이가 발생할 수 있으므로 시료의 전처리조건이 매우 중요하다. 우선 정량분석용 검량곡선을 얻기 위하여 분취용 LC로 분리·분취후, 구조분석, 질량분석, 열분석, 분리분석 등으로 구조, 성분, 순도 등을 확인한 고리 3량체 표준 시료의 농도를 0.86, 1.71, 6.84, 13.68, 27.37ppm으로 조제하고, 각각 20 μL씩 HPLC에 주입하여 3 회씩 분석을 실시하였다. 0.0342, 0.1368, 0.4105, 0.5474 μg의 시료양에 따른 HPLC 크로마토그램 피크의 면적비로부터 Fig. 10과 같은 검량선을 구하였으며, 고리 3량체

의 함량과 HPLC 크로마토그램 피크의 면적비와의 관계는 식 (3)과 같다.

$$y = 11,418x - 22.977 \quad (r^2 = 0.9999) \dots\dots\dots (3)$$

여기서 x 는 고리 3량체의 양(μg)이고, y 는 HPLC 크로마토그램의 피크면적이다.

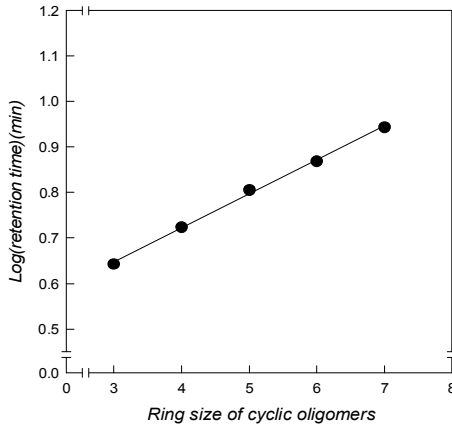


Fig. 11. Log(retention time) with respect to ring size of cyclic oligomers of ethylene glycol terephthalate [(GT) n].

Table 1. Cyclic oligomer components at various retention time for HPLC chromatogram

Retention time(min)	Component (cyclic x-mer)
2.8	solvent
4.4	3
5.3	4
6.4	5
7.4	6
8.8	7

Cimecioglu 등²³⁾에 의하면 폴리에스테르 올리고머에 존재하는 주요 피크들의 고리환의 수와 log(retention time) 사이에는 밀접한 관계가 있다고 하였다. 폴리에스테르 올리고머 크로마토그램에서 주요 피크들의 retention time에 대하여 log 값과 고리환의 숫자(cyclic ring size)와의 관계를 나타낸 것이 Fig. 11이다. Fig. 5의 피크중 retention time이 4.4min에 나타나는 피크는 구조분석, 질량분석, 열분석을 하여 고리 3량체임이 밝혀졌을 뿐만 아니라, Fig. 11의 직선관계를 이용하여 분석한 HPLC 크로마토그램의 retention time별 고리 올리고머 성분을 Table 1에 나타내었다. HPLC 크로마토그램에서 맨 처음의 피크는 용매로 사용한 클로로포름의 피크이다.

Table 2는 초음파를 적용하여 폴리에스테르 직물을 알칼리 가수분해 시켰을 때, 감량후 폴리에스테르에 잔류하고 있는 올리고머의 함량을 정량하기 위한 각 감량시료의 HPLC 분리 크로마토그램의 분석결과이다. 감량 미처리시료의 총 올리고머 함량은 1.70wt%이었으며, 이 중에서 고리 3량체와 고리 4량체의 함량은 0.86wt%, 0.29wt%로서 전체 올리고머의 67.7%를 차지함을 알 수 있었으며, 초음파를 적용/미적용한 감량시료의 고리 3량체와 고리 4량체의 올리고머 함량은 전체 함량의 68~69% 차지함을 알 수 있었다

또한 초음파를 미적용한 알칼리 감량시료는 감량률이 증가할수록 총올리고머 함량은 감량 미처리시료에 비하여 0.08wt%, 0.09wt% 포인트 증가하였으며, 초음파를 적용한 감량시료의 총올리고머 함량은 1.74wt%로서 감량률이 증가하더라도 거의 변화가 없었고, 미처리시료에 비해 0.04wt% 포인트 증가함을 알 수 있었다.

감량시료가 미감량시료에 비해서 총올리고머 함량이 높은 것은, 감량시 비중이 큰 무기미립자(소광제)가 PET 표면으로부터 용출되기 때문에 중량

Table 2. Oligomer contents of alkali hydrolyzed PET fabrics with or without ultrasonic

Hydrolyzing method	weight loss(%)	Content(wt%)(ratio(%))			
		Total oligomer	Cyclic trimer	Cyclic tetramer	etc.
Untreated		1.70(100)	0.86(50.6)	0.29(17.1)	0.55(32.3)
NaOH	26.9	1.78(100)	0.92(51.7)	0.29(16.3)	0.57(32.0)
	48.0	1.79(100)	0.93(52.0)	0.30(16.7)	0.56(31.3)
NaOH + Ultrasonic	27.7	1.74(100)	0.90(51.7)	0.29(16.7)	0.55(31.6)
	48.2	1.74(100)	0.91(52.3)	0.29(16.7)	0.54(31.0)

분율이 높아진 것으로 생각된다.

한편 고리 3량체와 고리 4량체의 경우 고리 올리고머 중에서 분자량이 작기 때문에 가공공정시에 쉽게 고분자 물질로부터 외부로 추출되는데, 초음파를 적용하지 않은 감량시료의 총올리고머 함량이 각각 1.78wt%, 1.79wt%인데 비하여, 초음파를 적용한 감량시료의 총올리고머 함량은 모두 1.74wt%로서 총올리고머 함량이 0.04~0.05wt% 포인트 낮았다. 이는 초음파의 캐비테이션으로 감량시료의 표면에 부착되어 있던 올리고머나 무기미립자들이 더 제거되었기 때문인 것으로 고찰된다.

4. 결 론

PET 섬유에 부드러운 촉감을 부여함과 더불어 알칼리 가수분해후 잔류 올리고머의 함량을 감소시키기 위하여 과일렛 액류감량기에 자기왜곡소자형 초음파진동자를 적용하여 PET 직물을 알칼리 가수분해시켰으며, 초음파의 적용에 따른 섬유표면의 미세기공특성과 가수분해후 잔류 올리고머의 정성·정량분석을 연구 검토하였다.

1. PET 섬유표면의 기공특성은 감량률에 의존하였고 초음파 적용과는 무관하였다. 최대 기공부피를 나타내는 기공직경은 미처리 시료가 15Å이나 감량시료는 5~6Å이었으며, 미세기공의 평균크기는 미처리 시료가 141Å이었으나 감량시료(15% 이상)는 160Å이었다.
2. 감량 미처리시료의 올리고머 총함량은 1.70wt%였으며, 이 중에서 고리 3량체와 고리 4량체 올리고머가 전체 올리고머의 67.7%를 차지하였으며, 초음파를 적용하지 않은 감량률 26.9%, 48.0%인 시료의 총올리고머 함량은 각각 1.78wt%, 1.79wt%이었고, 초음파를 적용한 감량률 27.7%, 48.2%인 시료의 총올리고머 함량은 모두 1.74wt%로서, 초음파를 감량공정에 적용시 올리고머의 제거율이 높았다.

감사의 글

이 연구는 영남대학교 지역협력연구센터(RRC)와 영남대학교 연구조교 지원사업으로 수행되었음을 밝혀두며 이에 감사 드립니다.

참고문헌

1. S. Yamaguchi and H. Takanabe, *Sen-I*

- Gakkaishi*, **57**, 126(2001).
- C. G. Bernhard and W. H. Miller, *Acta Physiol. Scand.*, **56**, 383(1962).
- A. Kaneko, *J. Text. Mach. Soc. Jap.*, **22**, 360(1969).
- Y. Maeda, *Textile Processing Technology*, **22**, 717(1987).
- T. Hirotsu, *Text. Res. J.*, **55**, 323(1985).
- W. Rakoski, M. Okoniewski, K. Bartos, and J. Zawadzki, *Melliand Textilberichte*, **4**, 307(1982).
- K. Joko and H. Asazawa, *Dyeing Industry*, **36**, 58(1988).
- M. Nakagawa, *Textile Processing Technology*, **18**, 106(1983).
- I. Tarakcioglu and P. Anis, *J. Text. Inst.*, **87**, 602(1996).
- S. J. Seo, S. K. Im, and S. S. Kim, *J. of Korea Soc. of Dyers and Finishers*, **10**, 7(1998).
- M. Dever, P. Hanson, R. Bry, and J. Aleong, *Text. Res. J.*, **60**, 754(1990).
- V. G. Griffing and J. Chem. *Phys.*, **20**, 939(1952).
- G. J. Price, "Current trends in sonochemistry", *The Royal Society of Chemistry, Manchester*, p.2(1992).
- Henkel, European Patent 235,686(1987).
- M. Hashimoto, Y. Yoshida, and K. Fukawa, *Dyeing & Finishing*, **46**, 575(1994).
- P. Ehrler, W. Gundisch, and S. Haller, *Technical Textiles*, **42**, 299(1999).
- S. Hidaka, *Dyeing & Finishing*, **33**, 223(1981).
- H. Zeitler, *Melliand Textilberichte*, **66**, 132(1985).
- K. Kasahara, *Dyeing Industry*, **44**, 263(1996).
- S. G. Lee and C. H. Joo, *J. Korea Fiber Soc.*, **33**, 376(1996).
- S. Brunauer, P. H. Emmett, and E. Teller, *J. Am. Chem. Soc.*, **60**, 309(1938).
- H. Y. Kim, S. H. Kim, J. H. Lee, and S. H. Kwon, *J. Korea Fiber Soc.*, **36**, 125(1999).
- A. L. Cimecioglu, S. H. Zeronian, K. W. Alger, and M. I. Collins, *J. Appl. Polym. Sci.*, **32**, 4719(1986).