

폴리에틸렌 테레프탈레이트의 젤 방사

설 창·김 상 용*·조 원 호*
전북대학교 섬유공학과 · *서울대학교 섬유공학과
(1988년 7월 4일 접수)

Gel-Spinning of Poly(ethylene terephthalate)

Chang Seoul, Sang Yong Kim*, and Won Ho Jo*

Dept. of Textile Eng., College of Eng., Chonbuk National University, Chonju 560-765, Korea

**Dept. of Textile Eng., College of Eng., Seoul National University, Seoul 151-742, Korea*

(Received July 4, 1988)

요약 : 폴리에틸렌 테레프탈레이트를 나이트로 벤젠에 녹이고 급냉시켜 젤을 제조하였다. 젤의 용해 온도와 젤화 온도를 시차열 분석법으로 측정하였다. 고분자 농도가 50중량% 이상인 젤은 방사가 가능했다. 방사하여 얻은 모노 필라멘트의 형태관찰, 복굴절 측정, 응력-변형률 관계, 열분석 측정 등을 행했다. 방사하여 얻은 모노 필라멘트를 여러 온도에서 연신하여 모노 필라멘트의 연신성, 분자배향 등을 검토하고 연신된 필라멘트의 응력-변형률 관계를 측정했다. 얻을 수 있는 최대 연신비는 상온에서 8.5이며 100°C까지는 감소했다. 복굴절, 초기탄성률, 인장강도는 연신온도 및 연신비가 증가함에 따라 증가했다. 220°C에서 5배 연신한 연신물의 초기탄성률은 20GPa인장강도는 0.75GPa이었다.

Abstract : The poly(ethylene terephthalate) gels were prepared by quenching the nitrobenzene solution of different molecular weight grade polymers and polymer concentrations. The gel melting temperature and the gelation temperature were measured by the differential scanning calorimetry(DSC). The gels which have polymer concentrations higher than 50 weight percent could be spun to form a filament. The gel-spun monofilaments were characterized by using scanning electron microscopy, birefringence measurement, stress-strain testing and DSC. The gel-spun monofilaments were drawn at varied draw temperatures and at desired draw ratios to study their effects on the drawability of the spun filaments, the molecular orientation, and the stress-strain relation of the drawn filaments. The maximum draw ratio is 8.5 at the draw temperature of 25°C and decreases with the increase of the draw temperature up to 100°C. The birefringence, the initial modulus, and the tensile strength of the drawn filament increase with the draw temperature and the draw ratio. The highest initial modulus and the maximum tensile strength were 20 GPa and 0.75GPa, respectively, for the gel-spun filament drawn at 220°C, the length of which reached at five times its original length.

서 론

지금까지 고강도 고탄성률 고분자 재료를 얻기 위하여 개발된 방법들을 나열해보면 초연신법 : 고압압출법 : 존연신 열처리법 : 액정 방사법 : 고속 방사법 : 모세관 폐색법 : 표면성장법 : 젤 방사-연신법 : 중합동시 분자사슬 배향법등 많은 방법이 있다.¹ 이러한 방법들은 1차적으로는 고분자 사슬 하나의 기본적인 물리, 화학적 성질에 따라 적용 가능성이 결정되고 2차적으로는 고분자 집합체의 성질에 따라 적용 가능성이 결정이 된다. 폴리에틸렌 테레프탈레이트(이하 폴리에스테르라 칭함)의 이론적인 탄성률 값은 107.5 GPa이고 인장강도는 26.6 GPa이다.² 쿠누기³는 존 연신 열처리법을 사용하여 탄성률 21.4 인장강도 0.86 GPa을 얻었다. 존 연신 열처리법은 봉상 시료에 추를 달고 국부적인 대역(존)에서만 가열하여 분자사슬이 펼쳐짐과 동시에 주위 온도로 급냉되어 사슬의 재접힘을 방지하는 효율적인 사슬배향법이다. 본래는 연속시스템이 아니었으나 현재는 연속적인 방법이 개발되어있다.⁴ 아마노와 나가가와⁵는 마이크로 웨이브 가열방식을 채택하여 연신함으로써 동적 탄성률이 24.9 GPa에 이르는 폴리에스테르를 얻었다.

최근 이또야마는⁶ 수평균 분자량 38만의 고분자량 폴리에스테르를 이용하여 실온에서 4.3배 냉연신한 후 260℃에서 다시 1.25배 늘여 긴장하여 고정하고 350시간 열처리하므로 해서 탄성률이 35.4 GPa에 이르는 고강도 고탄성률 재료를 제조했다. 탄성률 35.4 GPa은 결정 탄성률 107.8 GPa의 33%에 해당하는 값으로 획기적인 발전이라고 보여진다.

본 논문에서는 고탄성률 고강도 폴리에스테르를 얻기 위하여 젤-방사 연신법의 가능성을 검토해 보았다. 저자는 초고분자량 폴리에틸렌(분자량 600만)을 데카린에 녹여 젤을 형성시킨 다음 이것을 건조시키고 열 연신하여 연신비가 370에 이르고 이때의 탄성률이 200 GPa, 인장강도가 6.3 GPa

에 이르는 고강도 고탄성률 재료를 얻었다.⁷ 이러한 사실을 바탕으로 고강도 고탄성률 폴리에스테르를 제조하는 한 방법으로 젤-방사 연신법의 가능성을 검토해 보았다. 이 방법도 용제를 사용하는 방법이므로 용제의 역할이 중요하다. 폴리에스테르는 용융방사가 경제적으로 유리하기 때문에 다른 방사법을 사용한 연구가 얼마 없으나 습식방사에 관한 연구로는 ICI의 특허⁸와 일본 연구가^{9,10}들의 습식방사에 관한 연구등이 있고 결과는 역학적 성질이 용융방사한 필라멘트사에 비하여 나쁘나 염색성 및 흡습성은 좋아진다는 것으로 보고되어 있다.

실 험

폴리에틸렌 테레프탈레이트 시료 : 본 실험에서 사용한 폴리에스테르시료는 (주)삼양사에서 제공 받은 칩으로 고유점도 0.63, 0.80 dl/g 두가지 종류와 고상중합한 시료(고유점도 1.03)의 3가지로서 젤-방사 및 물성 측정에는 고상중합한 시료를 사용하였다. 고상중합은 고유점도 0.63의 칩을 10⁻² mmHg의 진공도로 250℃에서 40시간 고상중합하여 얻었다.¹⁰

용 제 : 폴리에틸렌 테레프탈레이트와 젤을 형성할 수 있는 용제는 나이트로 벤젠, 메타-크레졸, 디크로로아세트 에시드 등이 알려져 있으나 이 중에서 나이트로 벤젠을 용제로 선택했다.

젤 제조 : 용제를 포함하고 있는 젤의 성질을 조사하기 위하여 여러가지 농도의 젤을 만들었다. 분자량이 다른 칩들에 각각 1, 2.5, 5, 15, 50, 75 중량 퍼센트가 되게 용제를 첨가한 다음 질소 분위기하에서 완전히 용해시키고 이것을 40℃로 급냉시켜 젤을 제조했다.

열 분석 : 분자량별 및 농도가 다른 젤들을 액체 시료용 셀에 담고 듀폰 열 분석기를 이용하여 20℃/분의 속도로 승온 또는 강온하여 젤 형성 온도와 젤 용해온도를 측정했다.

젤-방사 : 고유점도 1.03의 고상중합 칩을 청동

제 방사기에 넣고 용제를 넣어 50중량 퍼센트가 되게한 다음 210℃에서 완전히 용해시키고 방사 온도 190℃, 4kg/cm²의 압력으로 직경 0.5mm, 길이 5mm의 원형 방사구를 통하여 방사하고 공기 중에서 20m/min의 속도로 권취하였다.

연신 : 젤 방사한 시료의 연신성을 검토하기 위하여 연신온도를 25-220℃로 하여 인스트론형 인장시험기를 사용하여 10mm/min의 속도로 연신하였다. 연신된 상태에서 핫 챔버의 문을 열고 상온으로 급냉하였다. 시편길이는 2cm로 소정의 연신비로 연신한 다음 물성 측정을 행했다.

복굴절 측정 : 분자사슬들의 배향점도를 알기 위하여 니콘제 편광 현미경과 바비네형의 콤포넌세이터를 조합하고 백색광원 또는 단색광 필터(546nm)를 사용하여 복굴절을 측정했다. 시료의 두께는 시료를 원형이라 가정하고 폭을 현미경하에서 측정하여 결정했다.

초기 탄성률 및 인장강도 측정 : 연신온도, 연신비를 달리한 시료를 시료길이 2cm, 인장속도 1cm/분의 속도로 인장하여 하중-신장곡선을 얻었다. 초기 탄성률은 가장 탄성률이 높은 부분으로부터 측정했다.

형태 관찰 : 젤 방사한 시료나 열 연신한 시료에 약 500-1000Å의 금을 코팅하고 주사 전자현미경으로 표면 형태를 관찰하였다.

열 분석 : 젤 방사한 시료나 열 연신한 시료를 승온 속도 20℃/분의 속도로 상온에서 280℃까지 승온하여 열적성질을 조사했다.

결과 및 고찰

본 실험에서 형성된 젤들은 모두 우유빛으로 불투명하여 젤의 형성여부를 육안으로 판별할 수 있었다. 완전히 용해한 용액은 노란색이나 진한 갈색을 띄며 투명했으나 40℃로 급냉하면 젤이 형성된다. 1중량 퍼센트의 용액들은 시험관을 흔들면 용액이 흔들리는 것으로 미루어 보아 3차원적인 젤이 형성되지 않았음을 확인했다. 이때 젤

이 형성될때까지의 시간을 나타낸것이 Fig. 1이다. 그림에서 보듯이 젤 형성 시간은 분자량이 크면 짧아지고 고분자 농도가 증가하면 지수 함수 형태로 빨리 젤이 형성됨을 알 수 있다.

고분자 젤은 결정성 고분자나 무정형 고분자공히 젤을 형성할 수 있고 젤화기구 는 결정화에 기인된다는 것이 점차 확인되고 있다.¹¹ 젤을 형성하는데 걸리는 시간(인덕션 타임)은 용제의 종류나 분자량, 농도등에 영향을 받는다. 본 실험의 경우 급냉온도(40℃)가 젤 용해 온도보다 낮기 때문에 결정화 속도가 상당히 빠를것이라고 예측할 수 있다. 또 용액 결정화 때에 결정성장 속도는 농도에 따라 지수 함수꼴로 증가하므로¹² 인덕션 타임도 결정성장 속도와 같은 지수 함수꼴로 나타나리라 추측된다.

젤화 온도를 알기 위하여 각각의 젤을 녹여서 강온시키며 측정한 젤화의 발열 피크중 최대값을 젤화 온도라고 하고 상온의 젤 상태에서부터 승온하여 측정한 흡열피크중 최대값을 젤 용융온도라고 한다. 분자량 및 농도에 따른 젤화 온도와

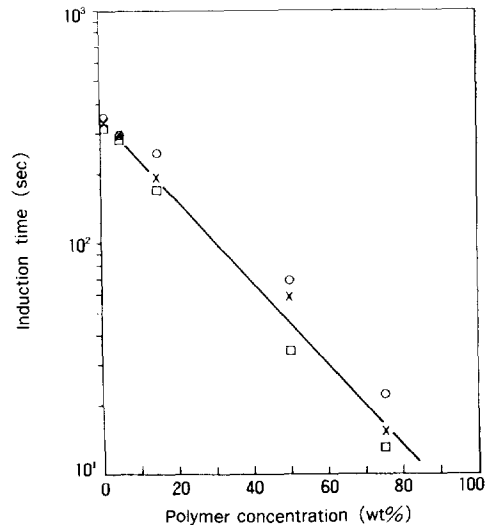


Fig. 1. Induction time as a function of polymer concentration for 3 different molecular weight samples : IV 0.63(○) ; IV 0.80(×) ; IV 1.03 (□).

젤 용융온도를 도시한 것이 Fig. 2이다. 점선이 젤화온도이며, 실선으로 나타낸것이 젤 용융온도이다. 두온도 모두 농도가 증가하면 단조 증가한다. 젤 용융온도 및 젤화온도는 용제가 포함되어 있지 않은 폴리에스테르의 용융온도 및 결정화 온도 피크에 각각 대응하고 용제가 들어감으로써 두가지 온도 모두 하강 할것이라는 것을 미루어 짐작할 수 있다. 결정성 고분자로 이루어진 젤의 용해 온도는 Eldridge와 Ferry가¹³ 제안했듯이 다음 관계가 성립한다.

$$\ln c = \text{const} - \Delta H_m / RT_m$$

여기서 ΔH_m 은 젤 용해에 관계되는 겔보기 엔탈피 변화이고, T_m 은 젤 용융온도, c 는 고분자농도, R 은 기체상수이다. Fig. 2를 윗식처럼 $\ln c$ 와 $1/T_m$ 에 관하여 다시 그려보면 윗식이 성립하는 직선 영역은 고분자 농도가 낮은 영역뿐이며 농도가 높아지면 직선으로부터 벗어나게 됨을 알 수

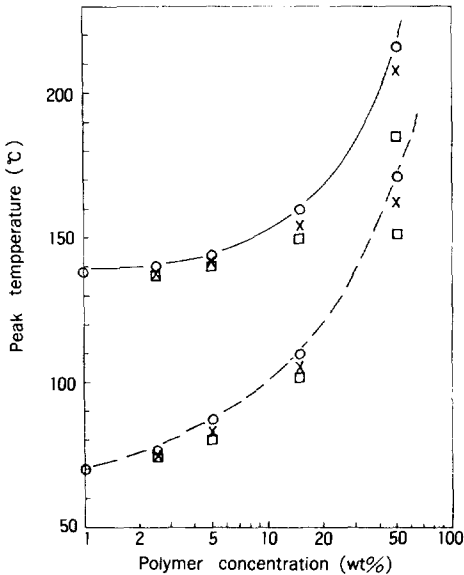
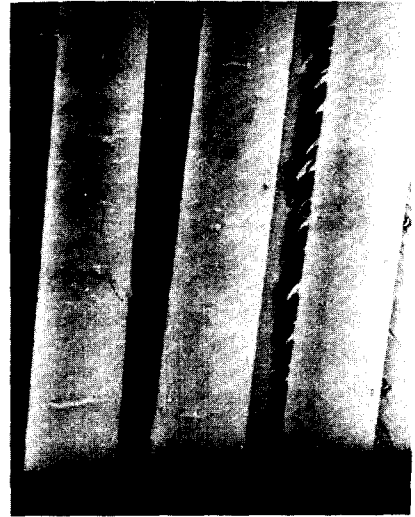


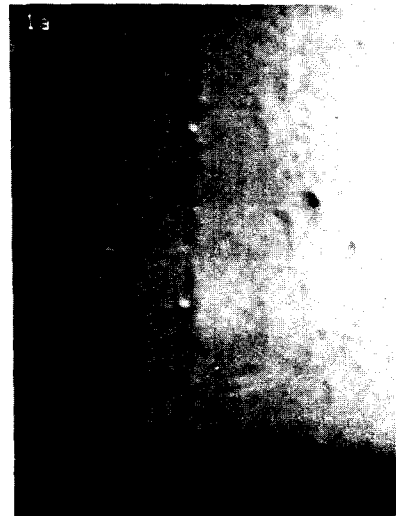
Fig. 2. Plots of gel melting temperature (—) and gelation temperature (---) vs. polymer concentration. The symbols are the same as in Fig. 1.

있다.

본래 무정형 고분자로 형성된 젤은 젤 용해온도와 젤화온도가 같으나 결정성 고분자로 이루어진 젤의 경우는 용해 상태에서 강온하면 고분자 사슬들끼리 3차원적인 물리가교를 이루게되고 이



(a)



(b)

Fig. 3. Scanning electron micrographs of the gel-spun poly(ethylene terephthalate) filament. Magnifications are $\times 100$ (a) and $\times 1000$ (b). The length of the white dots is $300\mu\text{m}$.

것들이 결정화 함과 동시에 후속 결정화가 진행되는 형태로 나타나고 반대로 젤화(결정화)가 진행되어 있는 상태에서 승온을 하게되면 승온시 가해지는 열로 인해 분자사슬들이 부분적으로 재배열하게 되고 이것이 최종적으로 녹아 젤 용융이 일어나므로 강온과 승온시의 젤화 온도와 젤 용융온도는 일치하지 않게 된다. 이 그림에서 알 수 있듯이 고유점도 1.03의 폴리에스테르의 50중량 퍼센트 방사원액의 젤용융온도는 184.4℃이다. 이 젤을 방사온도 190℃에서 방사한 필라멘트 형태를 Fig. 3, 열분석 곡선을 Fig. 4에 보인다. Fig. 4에서 보듯이 결정화 온도는 피크가 103℃ 부근에 나타나 용제로 인한 용제유도 결정화가 상당히 낮은 온도에서 부터 일어났음을 알 수 있다. 방사물의 용융온도는 254℃부근으로 고상 중합한 칩의 용융온도 264.7℃보다 10℃이상 낮음을 알 수 있다.

위에서 본 것처럼 젤 용융온도 184℃ 보다 높은 190℃에서 방사한 필라멘트들은 많은 용제들을 포함하고 있으므로 실온에서도 아주 잘 늘어난다. 연신성을 조사하기 위하여 여러가지 온도에서 연신을 했을때의 응력-변형률 곡선을 Fig. 5에 보인다. 대체적으로 연신온도가 증가하면 연신 응

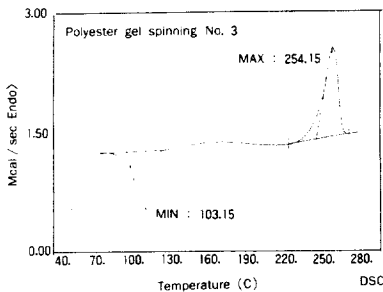


Fig. 4. Differential scanning calorimetry thermogram of gel-spun poly(ethylene terephthalate) filament. Scan rate is 20°C/min. wt = -4.94mg; scan rate = 20.00°C/min; peak from 67.88 to 118.29, onset = 88.91, cal/g = -6.32; peak from 217.87 to 267.5, onset = 240.59, cal/g = 9.74.

력도 감소하나 특이하게 100℃에서 연신한 경우에는 연신비에 따른 연신 응력의 증가가 다른 온도에 비해 높았다. Fig. 6에는 각 연신 온도에서 얻을 수 있는 최대연신비를 나타내었다. 평균 실험치(○)를 연결한 실선은 최대연신비의 평균값이고 점선은 본 실험에서 얻은 최대연신비의 최대값 상한이다. 실온에서의 최대연신비가 6.5정도이고 최고 8.5배까지 연신된다. 이후 100℃까지는 감소하고 100~200℃ 사이는 큰 변화가 없었다.

Fig. 7은 상온에서 4배 연신한 시료의 형태로 네킹이 일어난 부분을 볼 수 있다. 연신온도 100℃에서 3배로 연신한 필라멘트의 형태를 보인것이

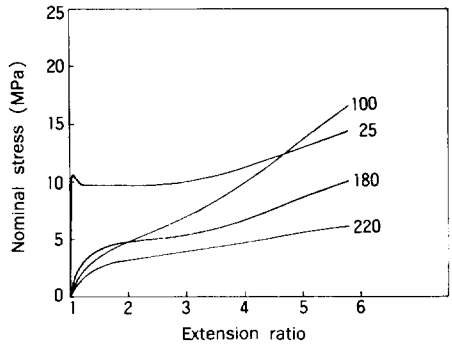


Fig. 5. Nominal stress vs. extension ratio of the gel-spun poly(ethylene terephthalate). The numbers designate the draw temperatures in °C.

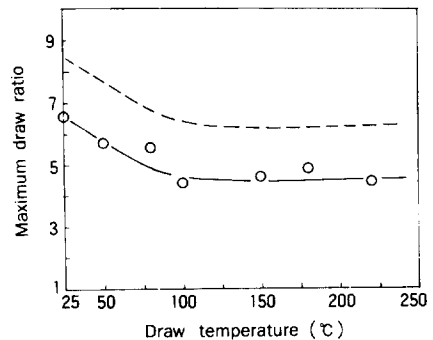


Fig. 6. Maximum draw ratio vs. draw temperature. The broken line is the highest draw ratios obtained.

Fig. 8이다. 표면의 요철이 심하며 단면에도 보이드가 존재한다. Fig. 9는 220°C에서 연신한 것으로 a)는 2배까지 b)는 4배까지 연신한 시료의 필라멘트 형태를 나타낸 사진이다. 필라멘트 단면에 보이드가 존재하고 필라멘트 표면의 파이버릴 구조가 관찰되며 표면이 100°C에서 연신한 것보다 매끄럽다는 것을 알 수 있다. 220°C에서 연신하면 용제들이 연신과 동시에 서서히 빠져나가며 구조가 정착되기 때문이라고 여겨진다. 이러한 표면요철과 보이드 등으로 미루어 볼 때 젤 방사한 폴리에스테르는 염색성이나 수분율이 용융방사한 실 보다는 높은 것으로 추측된다.⁹

분자의 배향정도를 알기위하여 연신비에 따른 복굴절 값을 도시한 것이 Fig. 10이다. 연신비가 증가하면 할수록 복굴절 값도 거의 직선적으로 증가하고 연신온도가 높으면 높을수록 분자 배향정도도 증가한다는 것을 알 수 있다. 연신온도의 효과를 알아보기 위하여 여러가지 연신 온도에서 4배까지 연신한 시료의 복굴절값을 비교해 보았다.

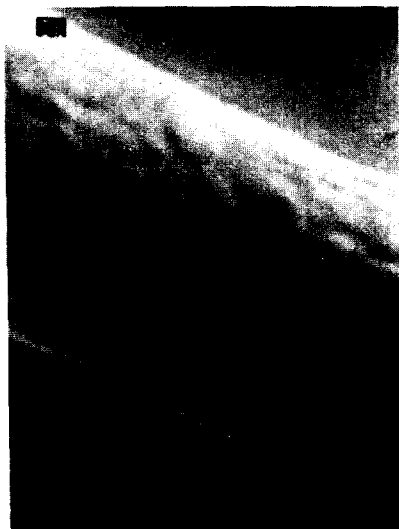


Fig. 7. Scanning electron micrograph of gel-spun filament drawn at 25°C for 4 times. The magnification is $\times 610$. Necking is visible.

Fig. 11에서 처럼 연신온도가 증가함에 따라 분자배향 정도로 단조롭게 증가하는 경향을 보인다. 앞의 결과에서 얻은 최대 복굴절 값 0.14는 거의 같은 분자량의 폴리에스테르를 스핀/드로우 공정으로 2500m/분의 속도로 방사한 폴리에스



(a)



(b)

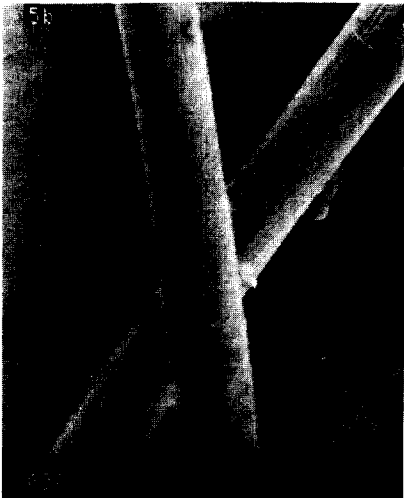
Fig. 8. Scanning electron micrographs of gel-spun filaments drawn at 100°C for 3 times. The magnifications are $\times 500$ (a) and $\times 1000$ (b).

테르의 복굴절값 0.45에¹⁴ 비하면 상당히 낮은 값으로 분자쇄의 배향정도를 더욱 개선할 여지가 남아있다고 생각된다.

각 연신온도에서 연신비를 달리하여 얻은 시료들에 대하여 하중-신장 곡선을 구하고 이것으로부터 초기 탄성률과 인장강도를 측정하는 것이 Fig.



(a)



(b)

Fig. 9. Scanning electron micrographs of gel-spun filaments drawn at 220°C for 2 times (a) and 4 times (b). The magnifications are all $\times 500$.

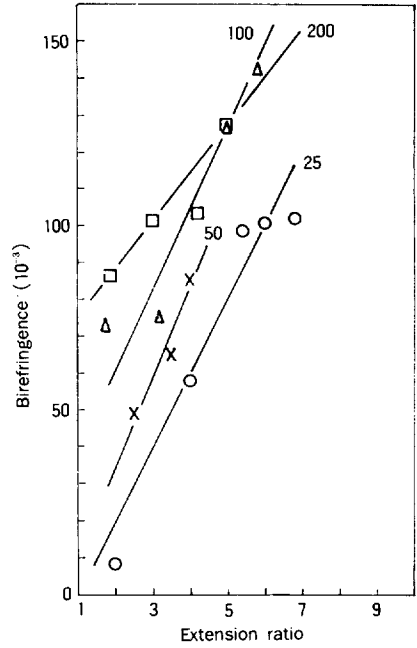


Fig. 10. Birefringence vs. draw ratio. The numbers designate the draw temperatures in $^{\circ}\text{C}$.

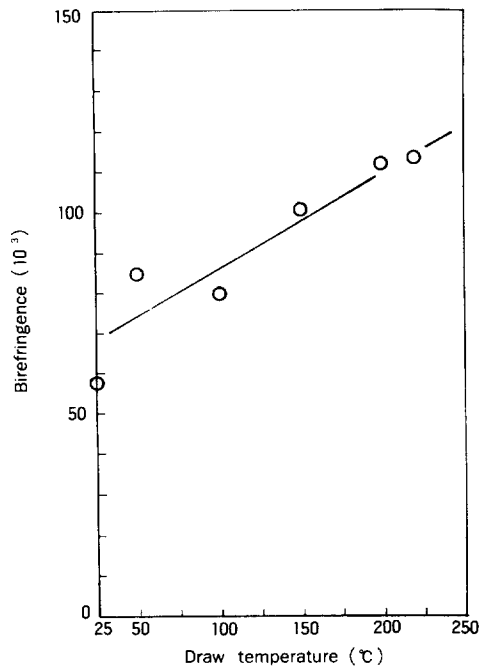


Fig. 11. Dependence of birefringence on draw temperature for the filaments of draw ratio of 4.

12와 13이다. 연신비가 증가하면 할수록 초기 탄성률과 인장강도가 직선적으로 증가하나 100℃에서 연신한 시료들은 그 값들이 25℃에서 연신한

시료들의 값보다 작았다. 이 현상을 뚜렷하게 살펴보기 위하여 각 연신온도에서 4배까지 연신한 시료들의 초기 탄성률과 인장강도를 연신온도에 대하여 나타낸 것이 Fig. 14와 15이다.

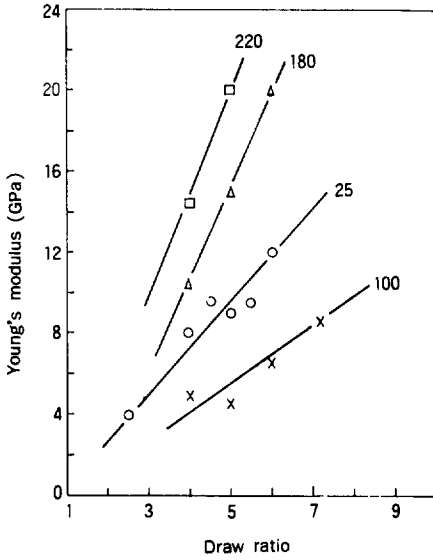


Fig. 12. Young's modulus of filaments vs. draw ratio. The numbers designate the draw temperatures in °C.

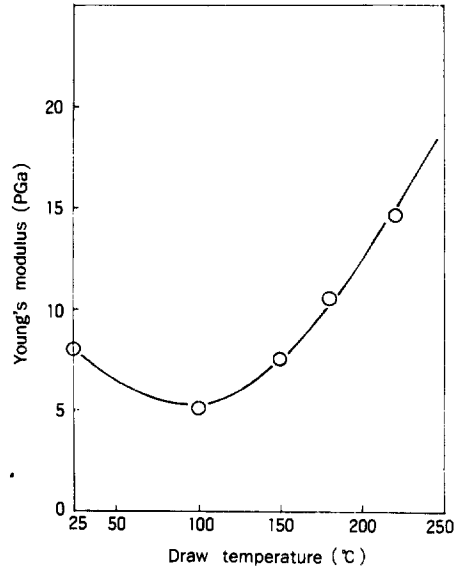


Fig. 14. Dependence of Young's modulus of filaments on draw ratio 4 on draw temperature.

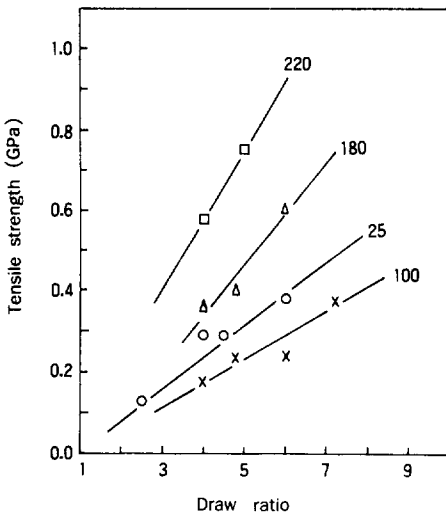


Fig. 13. Tensile strength of filaments vs. draw ratio. The numbers designate the draw temperatures in °C.

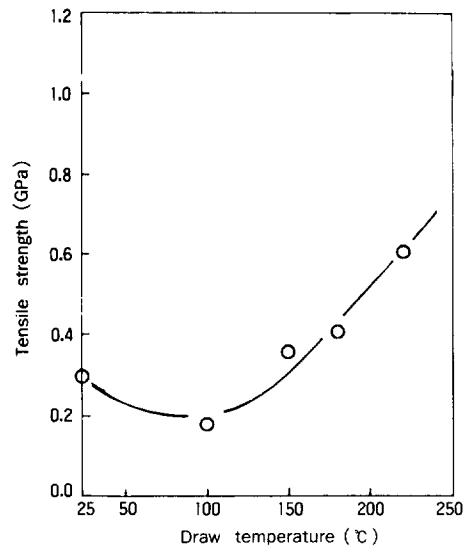


Fig. 15. Dependence of tensile strength of filaments of draw ratio 4 on draw temperature.

그림에서 보듯이 100°C 근방에서는 초기 탄성률과 인장강도 모두 최소값을 보인다. 폴리에스테르를 용융방사한 필라멘트의 경우는 연신온도에 따라 초기 탄성률이나 인장강도가 단조롭게 증가하므로 100°C에서 최소값을 갖는 것은 오로지 용매의 효과라고 판단할 수 있다.

와타나베등¹⁵에 의하면 앨커라이성(전자공여성)의 용제 즉 벤젠, 나이트로 벤젠, 디메틸포름아마이드, 디메틸아세트 아마이드 등을 무정형 폴리에틸렌테레프탈레이트에 처리하면 팽윤도가 50-70°C에서 최소를 보이고 이것보다 낮은 온도나 높은 온도에서는 팽윤도가 증가한다고 보고하고 있다. 나이트로 벤젠의 경우는 80°C 근방에서 팽윤도가 최소가 된다. 이렇듯 저온이 될수록 팽윤도가 커지는 것은 폴리에스테르와 용제의 상호작용에 기인하는 것으로 폴리에스테르의 카르보닐기와 나이트로 벤젠의 나이트로기와와의 쌍극자간 상호작용, 또 폴리에스테르 파이전자와 용제의 쌍극자간의 상호작용에 기인하지 않겠느냐는 정도밖에는 알려져 있지 않다. 이것처럼 용제의 팽윤효과가 연신성에도 영향을 미치고 연신에 의해 발현되는 구조에도 영향을 미치므로 이로 인하여 파생되는 물성에도 당연히 용제의 효과가 영향을 미치고 있음은 위의 결과들로부터 확인할 수 있었다. Fig. 12, 13에서 얻은 최대탄성률 및 인장강도는 220°C에서 연신한 필라멘트로 각각 20GPa, 0.75GPa로 존연신 열 처리법에 의하여 얻은 값들과 같은 수준이다. 위의 실험 결과로 미루어 보면 220°C 이상 폴리에스테르 용점 이하의 온도에서 연신하면 조금 다른 결과가 나올 것으로 판단된다. 쿠누기등이 보고한 바로는 존연신 열처리의 경우 존 연신온도 220°C에서 얻은 동적 폴리에스테르의 탄성률이 최대값을 보인다고 보고하고 있으나, 젤 방사 연신법에서는 용제의 작용이 중요한 역할을 하므로 220°C 이상에서 연신하여도 더욱 큰 탄성률과 인장강도를 얻을 가능성이 있다. 본질적으로 젤-방사 연신법은 사슬이 아주 길며 부드러운 성질을 가진 고분자들의

물리적 가공방법에 적당한 것이므로 먼저 고분자량 또는 초고분자량 폴리에틸렌 테레프탈레이트를 합성하는 것이 급선무로 생각된다.

연신온도에 따른 효과를 생각해 보면 25°C-100°C 사이에서는 용제의 증발이 그리 심하지 않으므로 용제-고분자간의 팽윤도에 의하여 구조물성이 좌우된다고 보여지나 100°C 이후에서는 용매 및 고분자 사슬의 열 운동에 기인한 활발한 운동 및 용매의 증기압 상승에 따른 증발등에 의하여 상당히 영향을 받을 것이고 또 폴리에스테르사슬 자체로서는 온도상승에 따른 자유체적 증가 및 응력(변형률) 유도 결정화, 용제에 의한 용제 유도 결정화등 상당히 복잡한 양상을 띠 것으로 판단된다. 용제의 끓는점 210°C 이후에서는 거의 용융방사한 폴리에스테르 필라멘트와 같은 거동을 보일 것으로 판단되나 젤 방사한 필라멘트 내부에 존재하는 용제들이 증발하기 전까지 가소제 역할도 하며 용매유도 결정화를 유발시키므로 분자들의 배향 및 결정화도의 증가효과를 가져오리라고 판단된다. 또 용매의 증발에 의한 보이드의 생성 및 구조의 흐트러짐 등은 구조 발현상 단점으로 지적될 수 있다. 아주 미량의 용제들이 섬유내부에 존재해 있는 경우에도 무정형 부분의 분자쇄들이 쉽게 이완하므로 해서 배향이 나빠지는 결과를 가져오기 때문에 분자들이 잘 배향된 상태에서 용제들을 완전히 제거하는 일이 필요하다. 따라서 열처리등을 할 때에는 이완된 상태에서 행하는 것보다 긴장된 상태에서 행하는 것이 효율적일 것이다. 실험결과를 종합하면 다음과 같은 방식으로 젤 방사한 필라멘트를 연신하는 것이 좋으리라 생각된다. 먼저 상온에서 용제의 효과를 충분히 사용하여 연신한 다음 이것을 고온에서 긴장상태로 2차 연신하여 용매를 증발시키고 필요하면 열처리를 하는 방식이다. 실제로 이도¹⁶ 등은 고유점도 1.78dl/g의 고분자량 시료를 젤 방사하고 이것을 상온에서 4.5배 연신한 다음 230°C에서 2.5배 연신하여 초기 탄성률 30GPa 인장강도 2.4GPa의 고강도 고탄성률 폴리에스테르 섬유

를 얻었다.

본 실험에서도 분자량이 작은 시료를 사용했다는 점을 감안하면 이또 등이 얻은 값과 거의 같은 수준이라고 생각된다.

결 론

폴리에틸렌 테레프탈레이트를 나이트로 벤젠을 용매로 하여 젤을 형성시키고 이것을 방사하여 얻은 모노필라멘트의 물성을 측정 한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 분자량이 높지않기 때문에 50중량 퍼센트 이후의 농도를 가진 용액으로 부터는 젤 방사가 가능했다.

2. 젤 용해온도는 고분자 농도가 증가하면 할수록 증가한다.

3. 젤 방사한 필라멘트는 상온에서도 잘 늘어나 최대 8.5배까지 연신되며 최대 연신비는 이후 100℃까지 감소했고 100℃-220℃ 사이에서는 변화가 없었다.

4. 분자배향 정도는 연신 온도가 증가하면 증가하나 시료가 저분자량 고분자이고 또 용제 효과 때문에 배향정도는 그리 높지 않았다.

5. 나이트로 벤젠을 용매로 사용하는 경우 100℃ 단방에서 초기 탄성률, 인장강도가 최소값을 가진다.

6. 220℃에서 5배 연신한 필라멘트의 경우 초기 탄성률이 20GPa 인장강도가 0.75GPa에 이르렀다.

감사의 글: 본 연구를 수행하는데 있어서 재정적인 지원을 해준 재단법인 수당장학회에 감사드립니다.

참 고 문 헌

1. Chang Seoul, Doctoral Dissertation, Seoul National University (1984).
2. T. Kajiyama, *Kobunshi*, **32**, 336(1983).
3. T. Kunugi, *Sen-i Gakkaishi*, **38**, 257(1982).
4. T. Takahashi, T. Tanaka, R. Karnei, T. Takahiro, S. Umemoto, N. Okui, and T. Sakai, *Polymer Preprints, Japan*, **36**, 1105(1987).
5. M. Amano and K. Nakagawa, *Polymer*, **27**, 1559(1986).
6. K. Itoyama, *J. Polym. Sci.: Polym. Letters Ed.*, **25**, 331(1987).
7. Chang Seoul and Sang Yong Kim, *J. Polym. Sci.: Polym. Phys. Ed.*, **26**, 1965(1988).
8. ICI : *Japan Kokai Tokkyo Koho.*, JP 32-10361.
9. T. Kiyotsukuri and I. Hirasa, *Sen-i Gakkaishi*, **28**, 15(1972).
10. S. A. Jabarin and E. A. Lofgren, *J. Appl. Polym. Sci.*, **32**, 5315(1986).
11. J. Francois, J. Y. S. Gan, and J. M. Guenet, *Macromolecules*, **19**, 2755(1986).
12. W. M. Leung, R. St. John Manley, and A. R. Panaras, *Macromolecules*, **18**, 760(1985).
13. J. E. Eldridge and J. D. Ferry, *J. Phys. Chem.*, **58**, 992(1954).
14. S. L. Kim, *Textile Res. J.*, **56**, 697(1986).
15. T. Watanabe, M. Miyoshi, T. Takahashi, and I. Tsujimoto, *Sen-i Gakkaishi*, **33**, T-185 (1987).
16. M. Ito, K. Takahashi, T. Kanamoto, and K. Tanaka, *Polymer Preprints, Japan*, **36**, 1116 (1987).