

# ZnSe Horizontal ATR Cell을 사용한 염액 및 조제의 분석

이범수, 박순영, 손은종, 최은경,  
생산기술연구원 섬유기술개발센터

## 1. 서론

수용액의 IR분석은 물의 IR흡수가 크고 넓은 범위에서 일어나고, 흔히 쓰는 cell window가 쉽게 물에 녹기 때문에 보편화되어 있지 않다. 그러나 섬유분야에서는 염료(liquid formulation), 조제, 가공제뿐만 아니라 염액, 가공액, 염색폐수 등의 물을 함유한 시료의 분석이 필요할 경우가 특히나 잦다. 본 연구에서는 고굴절율을 갖고 물에 불용인 zinc selenide로 구성된 ATR cell을 사용하여 섬유관련 수용액 물질의 정성 및 정량분석의 가능성을 발굴해 보고자 한다.

## 2. 실험

### 2.1 ZnSe Horizontal ATR Cell을 사용한 IR 스펙트라 측정

본 실험에 사용된 ATR Accessory는 Pike Technologies제품으로 사다리꼴 모양의 ZnSe crystal에 IR광선이 45° 각도로 들어와서 multiple reflectance를 거치면서 다시 45° 각도로 방출되어 검출되도록 고안되어 있다. (Fig. 1)

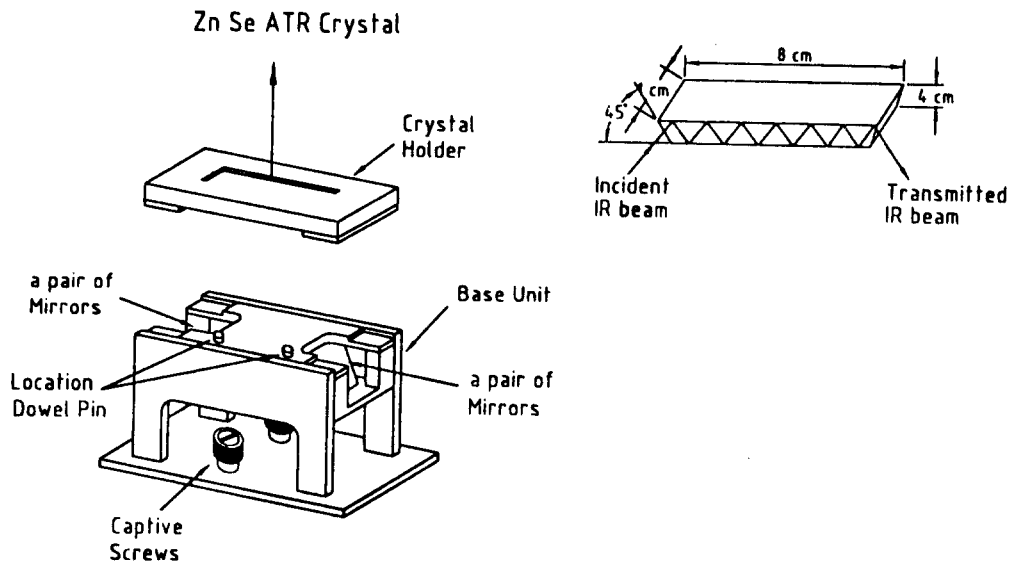


Fig 1. Horizontal ATR Accessory

흔히 쓰이는 flat형과는 달리 "trough" ATR형이어서 액체시료 분석이 가능하며 액체가 cell의 밑면을 다 채우기만 하면 전체 양에 관계없이 IR광선에 노출되는 양이 매 IR측정시 마다 일정하기 때문에, 일정 1cm pathlength의 cell을 사용하는 UV흡광정량법처럼, 정량이 가능하다. ATR Accessory를 IR광선방향으로 이동하면서 최대 에너지로 맞춘 후 물을 스포이드로 구유모양의 cell안에 채우고 background로 측정하고 물을 닦아 낸 후 분석하고자 하는 시료를 다시 채워 IR 스펙트럼을 얻으면 된다.

## 2.2 FT-IR 을 사용한 수용액의 정량분석법

정량분석 하고자 하는 물질을 포함하는 일련의 농도범위가 다른 수용액을 마련하여 물을 Background 로하여 IR 스펙트라를 얻은 후 Midac Gram 386 software를 이용하여 표준검량선을 얻은 후 미지 의 시료의 농도를 예측할 수 있다.

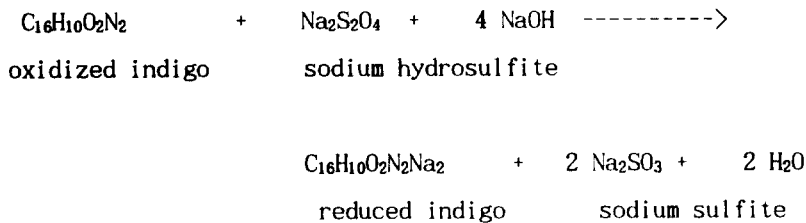
## 2.3 시료 준비

인디고 Stock 용액과 인디고 Bath 염액은 실제 인디고 염색공장에서 얻었고 실험실 조제에 의해<sup>1, 2)</sup> 인디고 bath 염액을 마련하였다. 인디고 stock 용액 제조사의 화학반응과 그 stoichiometry를 확인하기 위하여 BASF stock용액 처방의  $\times 2$ ,  $\times 1$ ,  $\times 0.5$ ,  $\times 0.25$ 의 stock 용액을 제조하였다. Ethylene Glycol의 EG 5, 10, 15, 20% 수용액을 정량분석을 위하여 제조하였고 안산염색공장의 머어서화 패딩액에서 생긴 부유물질을 여과시켜 여과지에 달라붙어 회수될 수 없는 시료를 IR 분석하였다. 그밖에 수용액이거나 수분이 다량 포함된 섬유조제들이 상업적으로 구입된 상태 그대로 이용되었다.

## 3. 결과 및 논의

인디고 염액은 인디고 염료가 염액에서 무색의 Na-Leuco 화합물로 존재하여 염액농도 파악에 어려움이 있는데 수용액의 정량분석으로 인디고 stock 용액 처방은 Indigo Reduction반응에 기초함을 알 수 있었고 다음식의 Stoichiometry를 확인할 수 있었다.

◎ 환원반응 (인디고 염료의 Vatting):



그리고 인디고 bath 염액이 염색이 진행됨에 따라 염료는 소모되고 sulfate( $\text{SO}_4^{2-}$ )와 sulfite( $\text{SO}_3^{2-}$ )가 생성됨을 알 수 있었다.(Fig 2, Fig 3)

Ethylene Glycol의 IR스펙트라(Fig 5)로부터 얻은 표준검량선은 Polyester 감량폐수중 포함되어 있는 EG의 정량분석이나 잉크에 첨가된 EG의 정량분석에의 응용가능성이 있음이 논의되었고 염색공장의 애로사항이었던 패딩액안에 있는 부유물질이 패딩액에 가해진 침투제에 기인함을 알 수 있었다.(Fig 4)

#### 4. 결론

보편적으로 정성분석으로만 쓰이고 있는 IR 분석법은 적절한 IR Cell Accessory의 선택과 분석방법에 따라 섬유분야에서 정량분석이 가능하다.<sup>3, 4, 5)</sup> ZnSe Horizontal ATR Cell을 이용한 IR 분석은 시료준비가 매우 용이하고 신속한 측정이 가능한 장점에 더하여 물이 다량 포함된 섬유관련 Chemical이나 섬유공정중 발생하는 Water-based Solution 등의 정성, 정량 분석이 모두 가능하므로 그 응용분야의 개발에 의해 무한히 유용하게 사용될 수 있다고 할 수 있다.

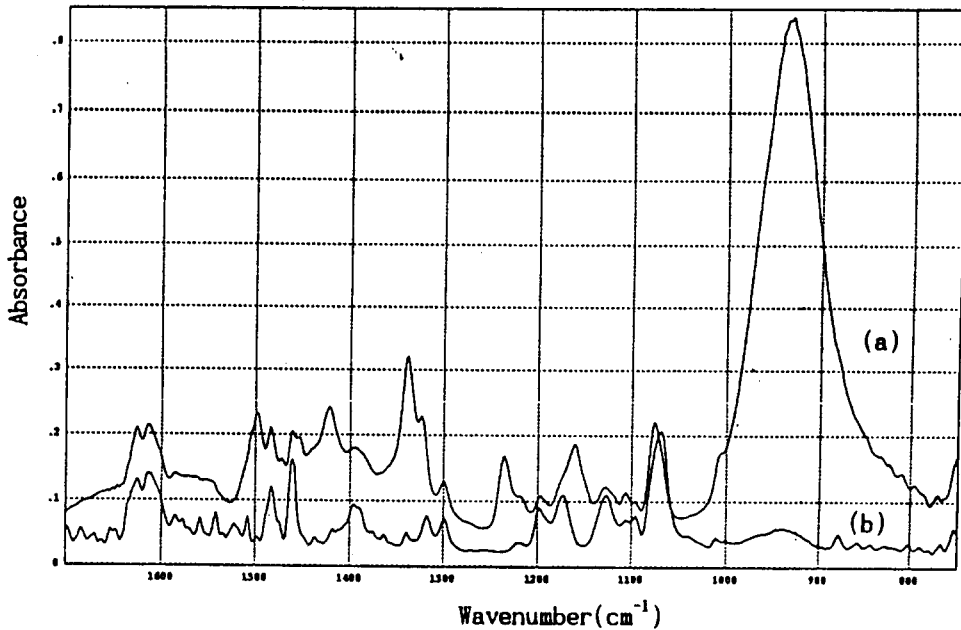


Fig 2. 인디고 Stock용액(a)과 실험실 조제 인디고 bath용액(b)의 IR Spectra

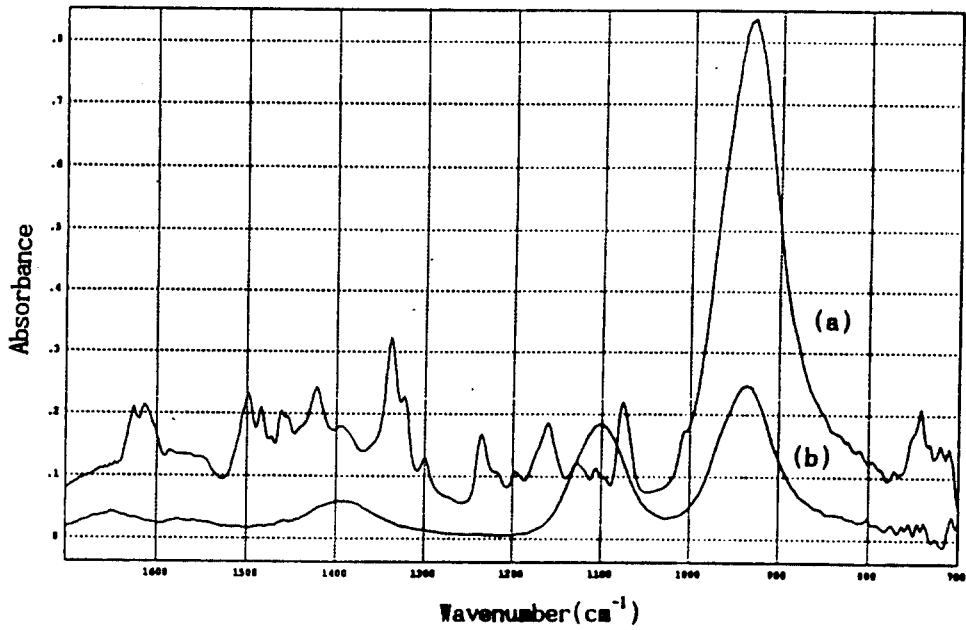


Fig 3. 인디고 Stock용액(a)과 현장 인디고 bath용액(b)의 IR Spectra

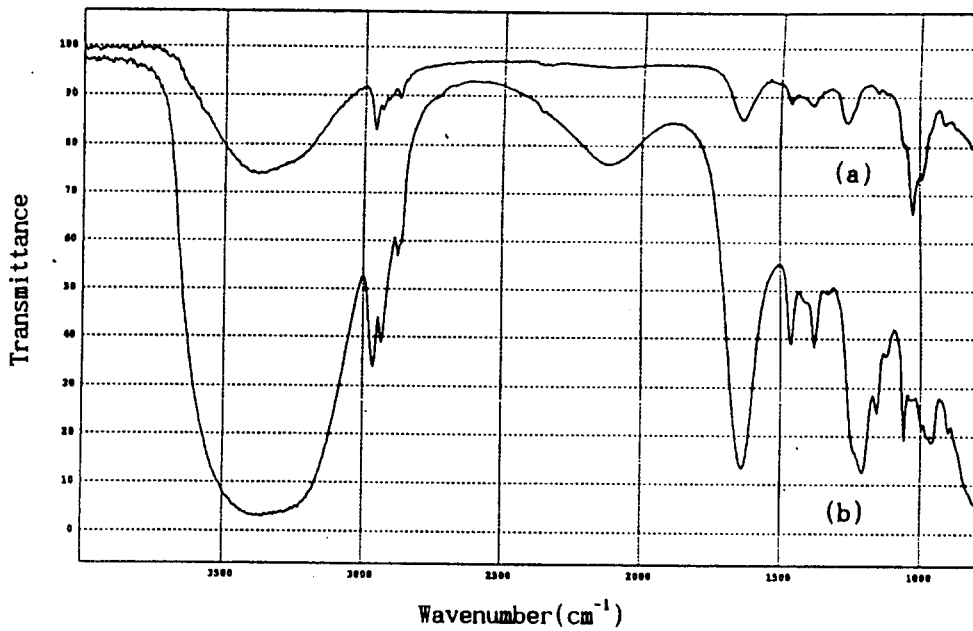


Fig 4. 머서화패딩 용액에서 발생한 부유물질(a)과 패딩액에 가한 침투제(b)의 IR Spectra

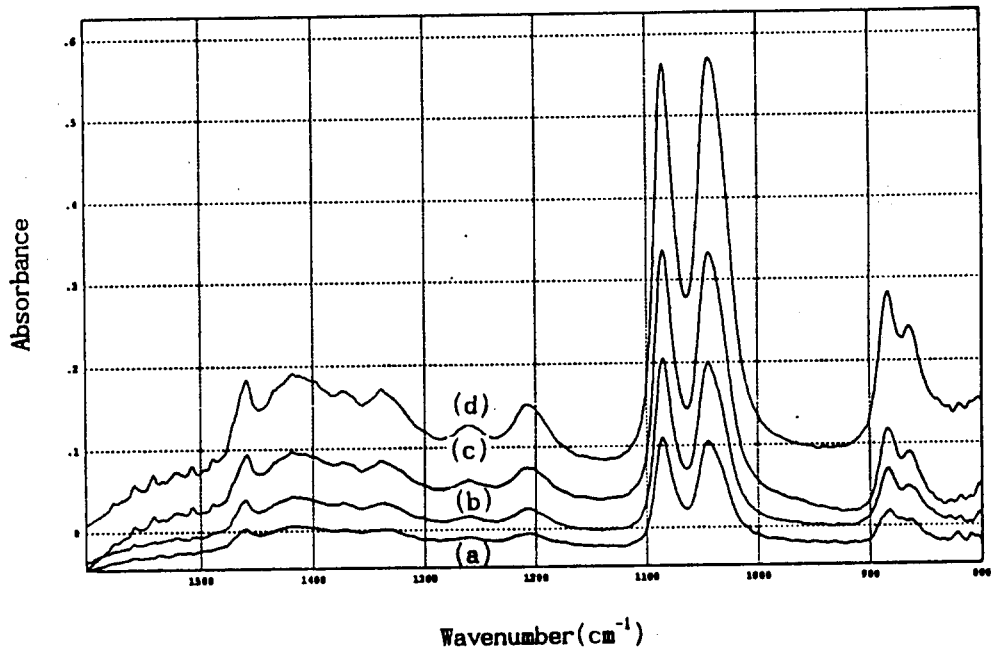


Fig 5. 정량분석을 위한 Ethylene Glycol 수용액의 IR Spectra :  
(a)5 % (b)10 % (c)15 % (d)20 %

### 참고문헌

1. FIRST PLACE WINNER : Southeastern Section, Effect of Dyebath pH Color on Yield in Indigo Dyeing of Cotton Denim Yarn, *Textile Chemist and Colorist*, **21**(12), 25(1989).
2. P.A.Annis and J.N.Etters, Dyeing with Indigo : New Data Correlating Colour Yield with Ionic Form of Applied Dye, *Canadian Textile Journal*, **No.5**, 20(1991).
3. R.W.Hannah and S.C.Pattacini, The Quantitative Analysis of Lubricants on Yarns and Fabrics by an Infrared Method, *Perkin-Elmer Infrared Bulletin*, **Vol.1**.
4. M.V.Zeller, R.W.Hannah and S.C.Pattacini, Quantitative Analysis of Fiber Components in Polyester-Wool Fabric Blends, *Perkin-Elmer Infrared Bulletin*, **Vol.26**.
5. L.C.Setti and J.P.Coates, Applications of the Model 1800 FT-IR Spectrophotometer Quantitative Analysis of Aqueous Solutions, *Perkin-Elmer Infrared Bulletin*, **106**(12), (1984).