Wet cleaning을 이용한 스판덱스의 유제제거

박윤철, 문수진, 주소영, 강혜정
산업자원부 기술표준원 섬유과

Removal of Spinning Oil in Spandex by Wet Cleaning

Yoon-cheol Park, Su Jin Moon, So Young Joo and Hye Jung Kang
Textile Division, Agency for Technology and Standards, Kwacheon, Korea

1. 서 론

최근 수요가 증가하고 있는 스판덱스는 방사나 제편직시 오일링(oiling)과정에서 다량의 실리콘 오일이 사용된다. 오일이 잔존한 상태에서 염색을 하게되면 염색얼룩, spot현상 등 문제를 일으킬 수 있다. 따라서 고품질의 스판덱스 직편물을 얻으려면 실리콘 오일계 방사유제를 제거하는 것이 필수적이며, 이런 유제를 제거하는 방법에 대한 연구가 활발히 진행중이다[1-3].

염색사고의 원인이 되는 실리콘 오일의 제거에는 불화수소나 퍼클로로에틸렌 등에 의한 용제정련이 가장 효율적인 것으로 알려지고 있으나, 용제회수장치 등 투자비용이 과다하고 환경문제 등을 유발하여 최근 사용이 엄격하게 규제되고 있는 실정이다. 그러므로 수계 실리콘 제거제에 관한 연구의 필요성이 증대되고 있다.

본 연구에서는 wet cleaning방법으로 스판덱스의 유제를 제거한 후 일반적인 정련방법과 비교하였다. 또한 무게감소에 의한 유제제거율(정련율) 평가의 문제점을 보완하고자 방사유제의 화학적 구조를 분석하고 실리콘의 정량분석에 의하여 유제제거율 측정방법을 개선하고자 하였다.

2. 실 험

2.1. 시료 및 시약

40 denier의 스판덱스(방사유제 약 5wt% 함유)를 이용하였고, 스판덱스에 처리된 방사유제원액은 제조업체로부터 공급받았다. 시약은 시판 1급을 그대로 사용하였다.

2.2. 유제제거

일반적인 정련방법으로 Hiclear DFS(영우화성상사(주)) 2g/l, NaOH 3g/l, sodium pyrophosphate 3g/l로 조제하였다. 조제후 스판덱스를 액비 20:1로 하여 80℃, 30분간

정련하였다. 정련된 시료는 흐르는 물에 5분간 수세하였다.

Wet cleaning은 Table 1과 같은 조건(W-A, W-B, W-C, W-D)으로 조제하고 액비 20:1로 하여 50℃, 20분간 처리하고 흐르는 물에 5분간 수세하였다.

Table 1. Conditions of Wet Cleaning Bath

(wt%)

component	W-A	W-B	W-C	W-D
wet cleaning agent	glycol ether I 5.80	glycol ether II 5.80	Silicone type I 5.80	Silicone type II 5.49
builder	0.20	0.20	0.20	1.89
emulsifier	0.20	0.20	0.20	1.89
non-ionic surfactant	1.00	1.00	1.00	0.93
detergent	2.00	2.00	2.00	1.80
water	90.80	90.80	90.80	88.00
total	100	100	100	100

2.3. 방사유제의 분석

스판덱스 제조시 사용된 방사유제의 분자량을 측정하기 위하여 Gel Permeation Chromatography(Shodex, Spectras system P100)를 이용하였다. detector는 RI-71, column은 KF-801, 용제는 THF를 이용하였고, 시료 농도 1~4 w/v %, flow rate 1ml/min, 압력 35kgf, 온도 35℃, injection volume 100㎕으로 측정하였다. 방사유제는 기기분석에 의하여 그 구조를 분석하였다.

2.4. 분산성

용제나 wet cleaning 조제액 각각의 성분을 함유한 액에 분산염료로 오염된 방사유제액 일정량을 첨가하여 분산성을 살펴 보았다.

2.5. 유제제거전후의 무게감소율

유제제거전후의 무게감소율은 식(1)로부터 구하였고 시료 5개의 평균을 취하였다.

$$\text{무게감소율}(\%) = \frac{\text{유제제거전 시료무게} - \text{유제제거후 시료무게}}{\text{유제제거전 시료무게}} \times 100 \quad \text{식(1)}$$

2.6. 유제제거전후의 시료분석

2.6.1. FT-IR

FT-IR(Nicolet Ltd. MAGNA-IR 560 Spectrophotometer)을 사용하여 분해능 4cm $^{-1}$, scan number 32로 하여 각 시료의 흡수 스펙트럼을 얻었다.

2.6.2. Inductively Coupled Plasma(ICP)

ICP(Perkin-Elmer OPTIMA 3000XL)를 이용하여 유제제거전후의 실리콘 함량을 비교 분석하였다.

2.6.3. Electron spectroscopy for chemical analysis(ESCA)

ESCA(LVG Scientific Ltd., ESCA MK II)를 이용하여 유제제거전후의 실리콘 함량을 비교분석하였다. AlKα X-rays source가 사용되었으며, anode voltage는 12kV 이었다.

2.6.4 SEM-EDS

SEM-EDS (HITACHI, S-2150)를 이용하여 유제제거전후의 시료표면변화, 실리콘 함량을 비교분석하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. 방사유제의 분석

FT-IR 분석결과 Figure 1에서 보는 것처럼 방사유제는 polydimethylsiloxane이 주성분이었으며, GPC 분석결과 분자량은 400이하로 비교적 저분자량임을 확인하였다.

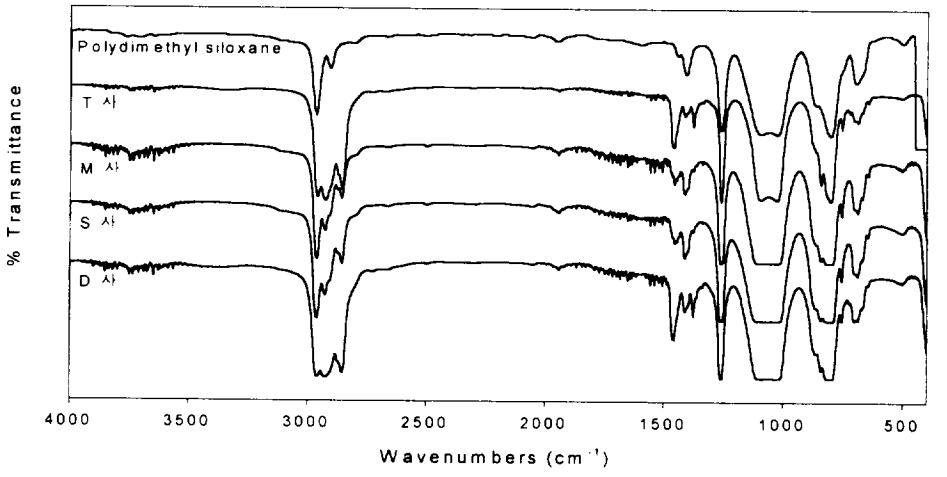

Figure 1. FT-IR Spectra of spinnig oil.

3.2. 유제제거 전후의 무게감소

식 (1)로부터 구한 유제제거전후의 무게감소율은 Table 2와 같으며 일반정련보다

는 wet cleaning후에 무게감소가 큰 것으로 보아 유제제거효율이 우수함을 알수 있었다.

Table 2. Weight loss(%) of treated spandex

treatment	untreated spandex	conventional scouring	W-A	W-B	W-C	W-D
weight loss(%)	0	1.75	3.24	2.37	3.44	4.40

3.3. 유제제거 전후의 시료분석

ICP, ESCA, EDS등으로 스판덱스 시료의 유제제거전후의 실리콘 함량변화를 측정하고 무게감소율과의 상관관계를 고찰하였다. 정련후에 정련제 함유성분중 일부가 흡착하여 수세시에 탈착되지 않는 경우도 있으나 Figure 2에서 보는 바와 같이 무게감소에 따라 실리콘함량이 감소하는 경향을 나타내었다.

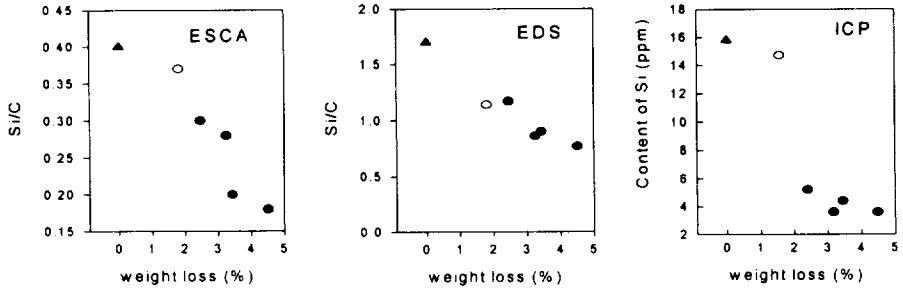

Figure 2. Si content changes according to weight loss(%).
▲ : untreated spandex, ○ : conventional scouring, ● : wet cleaning

4. 결 론

방사유제를 5%함유한 스판덱스에 대하여 wet cleaning방법은 무게감소율 2.4~4.5%(유제제거율 45~90%)을 나타내었고, 일반 정련방법은 약 1.7%의 무게감소율(유제제거율 약 30%)을 나타내었다. 유제제거율 측정시 무게감소율에 의한 기존방법보다 ICP, ESCA, EDS 등을 활용하는 방법이 비교적 정확함을 알 수 있었다.

5. 참고문헌

1) 김석홍, *섬유기술과 산업*, 2(2), 226(1998).

2) 박홍수, 이명학, 김영호, 면/스판덱스 편성물의 황변발생 원인에 관한 연구, 한국섬유공학회 추계논문집, pp.122-125, 1998.

3) 정일남, "제3세대 실리콘 화학", 자유아카데미, 1997.