

폴리에스테르 및 나일론 극세섬유용 분산염료의 합성과 응용

이창주, 이범훈, 정재운
한양대학교 섬유고분자공학과

Synthesis and Application of Disperse Dyes for Polyester and Nylon Microfiber

Chang Ju Lee, Bum Hoon Lee and Jae Yun Jaung

Department of Textile & Polymer Engineering, Hanyang University, Seoul, Korea

1. 서 론

1990년 초 일본의 Shingosen이 출현하면서 범용화하고 있는 폴리에스테르 섬유가 고부가가치 상품으로 변신하게 되는 계기를 맞게 되었다. 합성 섬유가 갖는 일련의 장점을 유지하면서 천연섬유의 특성을 모방한 폴리에스테르 극세섬유의 등장으로 고급화 및 차별화 된 폴리에스테르 섬유의 상품 추구가 가능하게 되었다.

근래에 와서 통상적인 방법으로 얻어지는 극세사(Micro Fiber)는 약 1d이며, 현재에는 0.3d의 공업적 방사도 가능하게 되었다. 일반적으로 0.3d 이하가 되면 보통사와는 전혀 다른 고도의 유연성, 촉감, 외관을 가지게 되며, 분산염료에 대한 염색성에 있어서도 보통사와 뚜렷이 구별되고 있다. 이러한 극세섬유는 천연섬유와 합성 섬유의 장점을 고루 갖추고 있으나, 염료, 조제 및 염법의 개발 지연으로 인하여 용도전개에 한계를 나타내고 있다. 즉, 일반 폴리에스테르에 사용하는 염법을 사용할 경우 폴리에스테르 극세섬유는 Build up저하, 염색속도의 증가, 균염성의 저하, 견뢰도 저하 및 다른 섬유가 조합된 경우 염색 재현성 등의 문제점을 가지고 있으며, 미고착 염료로 인한 환경 부담이 증가하게 된다.

결국 현재까지 개발 된 분산염료만으로는 폴리에스테르 및 폴리에스테르/나일론 극세섬유의 고품격화와 환경개선에 능동적으로 대처할 수 없으며, 따라서 본 연구에서는 폴리에스테르 및 폴리에스테르/나일론 극세섬유의 염가공에 있어서 Build up성향상과 견뢰도 개선을 위하여 acrylate group이 도입된 신개념의 염료를 합성하여 염료의 물성 및 폴리에스테르 및 폴리에스테르/나일론 극세섬유의 염색성을 고찰하였다.

2. 실험

2.1. 시약 및 시료

N,N-dihydroxyethyl-m-toluidine(1), N-ethyl-N-hydroxyethyl-m-toluidine(2)은 (주)정우화인에서 제공 받았으며, 디아조 성분인 4-nitroaniline은 특급 시약을 사용하였다. 그 밖의 기타 조제 등으로 hydrochloric acid, acryloyl chloride, acetic anhydride 등의 시약은 모두 일급 시약을 사용하였다. 피염물로는 100% 폴리에스테르 직물과 나일론 직물(KS K 0905)을 사용하였다.

2.2. 염료의 합성

커플러 성분은 1과 2를 acryloyl chloride를 사용하여 acrylation하여 화합물 3, 4를 합성하였으며, acrylate group의 도입에 의한 염료의 성질을 비교하기 위하여 acetic anhydride를 사용하여 acetylation하여 화합물 5, 6을 합성하였다.

합성된 4종의 커플러 성분(3-6)을 4-nitroaniline을 사용하여 4종의 분산염료를 합성하였고, 그 구조를 scheme 1과 table 1에 나타내었다.

2.3. 구조분석

핵자기 공명 분광 분석을 통하여 합성한 염료들의 구조를 확인하였고, $^1\text{H-NMR}$ (300MHz, Bruker)의 용매로 CDCl_3 , 기준물질로는 TMS를 사용하였다. 최대흡수파장은 DMF를 용매로 자외-가시광선 분광 분석기(UNICAM 8700)를 사용하여 측정하였다. 몰흡광계수는 측정된 최대흡수파장에서의 흡광도를 이용하여 Lambert-Beer의 법칙을 이용하여 계산하였다.

2.4. 염색

Milling : 염료와 분산제, 그리고 물을 각각 1:1:8의 비율로 하여 glass beads를 50 ml 사용하여 36~45시간 동안 350rpm의 속도로 교반하여 염료 입자 크기 0.3~0.5 μm 로 만들었다.

폴리에스테르 및 나일론 직물의 염색 : 합성한 각각의 염료 Dye I, Dye II, Dye III, Dye IV을 사용하여 염료의 농도를 1% o.w.f.로 액비 1:20, pH 4.5~5.0의 조건으로 맞춘 후 나일론의 경우 40 $^{\circ}\text{C}$ 에서 100 $^{\circ}\text{C}$ 까지 1 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 의 속도로 승온시키고, 100 $^{\circ}\text{C}$ 에서 45분간 유지하여 염색하였다(method A). 폴리에스테르 직물의 경우 40 $^{\circ}\text{C}$ 에서 130 $^{\circ}\text{C}$ 까지 1 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 의 속도로 승온시키고, 130 $^{\circ}\text{C}$ 에서 45분간 유지하여 염색하였다(method B). 또한 염색 후 환원세정을 실시하였으며 적외선 염색기(대림스타릿(주))를 사용하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. 염료의 합성과 구조분석

Figure 1에 Dye I, Dye II의 proton NMR spectrum을 나타내었다.

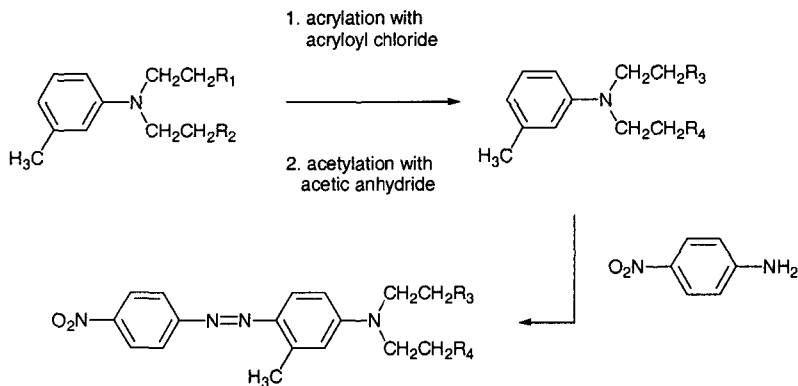
Dye I의 경우 6.46-5.86ppm에서 $-CH=CH_2$ 의 피크가 나타났으며, Dye II는 2.08ppm(s, 6H)에서 acetyl group의 $-CH_3$ 피크가 확인되었다.

3.2. 염색성

Figure 2는 나일론과 폴리에스테르 직물에 대한 Dye I, Dye II의 승은 염착곡선을 나타낸 것이다. 전반적으로 Dye I이 높은 염착률을 나타내었다. 이것은 Dye II에 비하여 직물과의 친화력이 큰 것에 기인하는 것으로 생각된다. 또한 Dye I, Dye II의 경우 염색온도가 증가할수록 나일론과 폴리에스테르의 염착률의 차이가 급격히 줄어드는 것을 확인할 수 있었으며 130℃의 경우 나일론에 흡착된 염료가 다시 염액으로 확산되어 폴리에스테르 직물로 염색되는 결과가 나타났다. Dye I, Dye II 모두 80-90%의 높은 염착률을 나타내었으며, 폴리에스테르에 비하여 나일론 직물에 대한 염색속도가 빠르게 나타났다. 따라서, 염색 온도의 조절로 폴리에스테르/나일론 교직물의 일류염색에서 동색성을 부여할 수 있을 것으로 생각된다.

Table 1. Chemical Structures of Dyes

	R1	R2	R3	R4
Dye I	OH	OH	OCOCHCH ₂	OCOCHCH ₂
Dye II	OH	OH	OCOCH ₃	OCOCH ₃
Dye III	OH	H	OCOCHCH ₂	H
Dye IV	OH	H	OCOCH ₃	H



Scheme 1. Reaction route of Dyes

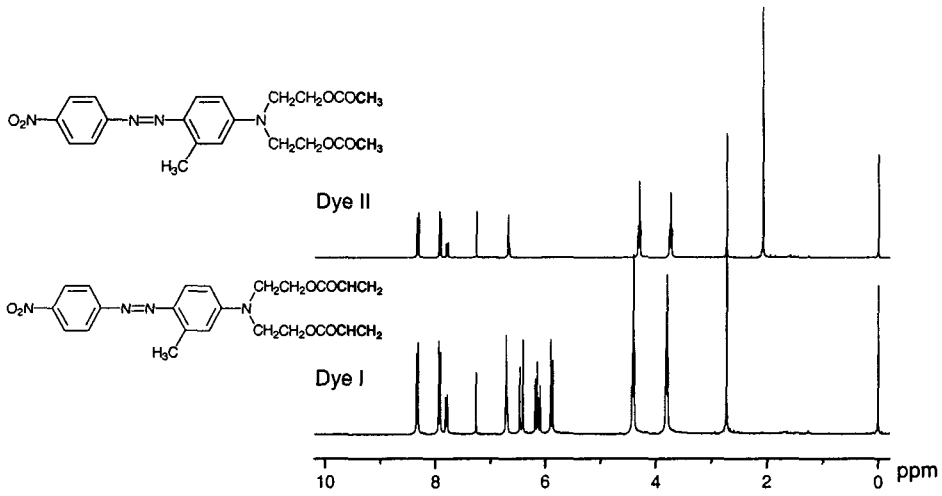


Figure 1. ¹H-NMR of Dye I and Dye II in CDCl₃.

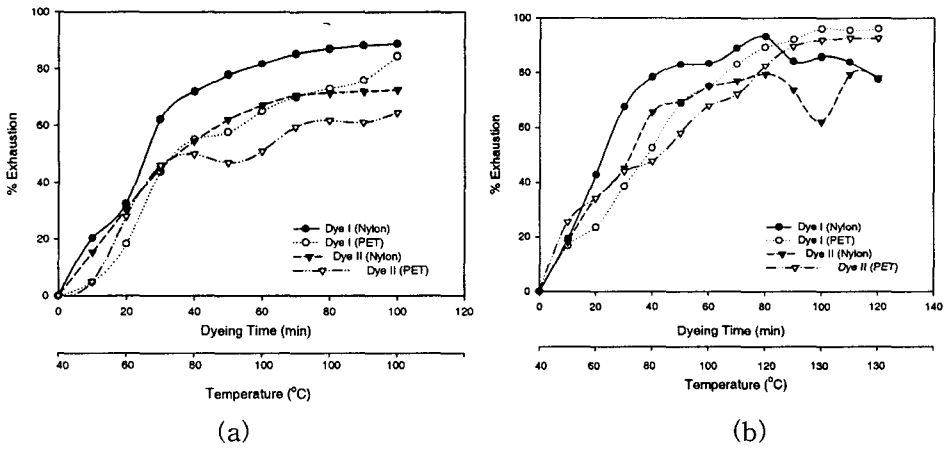


Figure 2. Exhaustion curves of various dyeing method.
(a) method A; (b) method B