

기능성 마이크로스피어의 개발

- 안료를 포함한 디지털 프린트용 마이크로스피어의 제조

김효정, 김혜인, 이신희*, 박수민
부산대학교 섬유공학과
*경북대 의류학과

Preparation of EVA microsphere including pigment for Textile Printing

Hyojeong Kim, Heain Kim, shinhee Lee*, Soomin Park

Department of Textile Engineering, Pusan National University, Busan , Korea
*Department of Clothing and Textiles, Kyungpook National University, Deagu, Korea

1. 서론

최근 생활수준의 향상과 함께 고기능성, 고감성의 제품이 요구되고 또한 소비패턴의 고급화, 다양화, 개성화와 함께 단시간의 유행변화에 신속하게 대응하기 위하여 섬유날염면에서도 다양한 색상과 디자인이 요구되고 있다. 그러나 기존의 rotary printing system에 의한 날염기술은 이러한 요구에 다양하고 신속한 대응을 할 수 없으므로 새로운 날염기술의 개발이 요구되었고 이에 xerography printing에 의한 직물날염이 주목받게 되었다.

xerography printing은 원래 종이인쇄에 이용되어 온 것이지만 이를 직물 날염에 도입하면 효율성, 공간활용성, 생산성 등이 비교적 우수하고 quick-response가 가능할 것으로 생각된다. 또한 폐수문제도 발생하지 않을 것이므로 점점 까다로워지는 환경 규제도 만족시킬 수 있을 것이다. 그러나 이러한 많은 장점에도 불구하고 종이 인쇄에 적용하던 xerography printing을 직물에 적용하는 데에는 공정상, 재료상 많은 문제점이 있다. 기존 종이인쇄에 이용해온 마이크로스피어는 너무 brittle해서 일정한 형태를 유지하기 어렵고 또한 직물 인쇄에 적합한 크기의 입자를 얻기도 어렵다. 그리고 날염 후 직물의 태가 좋지 않고 견뢰도도 떨어지는 등의 단점을 가진다.

따라서 본 실험에서는 직물 날염용 마이크로스피어를 제조하기 위하여 마이크로스피어 고분자 재료로서 Poly(ethylene-co-vinylacetate) (EVA)를 사용하여 열유도 상분리법(Thermally Induced Phase Separation, TIPS)으로 안료를 함유한 마이크로스피어를 제조하여 각각의 제조조건에 따른 특성을 조사하였다.

2. 실험

2.1. 시료 및 시약

시료는 한국의류시험연구원 표준 면백포(KSK 0905)를 사용하였으며 비닐아세테이트 함량 15%, 18% 인 Poly(ethylene-co-vinylacetate) (15wt% EVA, 18wt% EVA)와 C. I. Pigment Red

112, C.. I. Pigment Blue 15:1, C. I. Pigment Yellow14 (육성화학)는 정제없이 사용하였다. 희석제인Toluene(Carlo ERBA Reagent, Germany)과 tri-chlorobenzene(Lancaster, England)은 시약 1급을, 세정제인 아세톤, 메탄올은 공업용을 사용하였다.

2.2. 마이크로스피어의 제조 및 직물예의 고착

고분자로서 EVA를 사용하고 상분리용 용매로서 톨루엔 또는 tri-chlorobenzene을 이용하여 이들 혼합용액을 서서히 승온시켜 균일한 용액을 만들고 여기에 안료를 포함시켜 일정시간 동안 교반한 후 냉각하여 gel을 형성하였다. 이 물질에 톨루엔을 첨가하여 필터링한 후 아세톤 세정과 필터링, 메탄올 세정과 필터링 과정을 차례로 거친 다음 자연 건조시켜서 분쇄함으로서 EVA 마이크로스피어를 제조하였다. 제조된 마이크로스피어의 직물예의 고착은 날염 후 195℃에서 압착처리에 의하였다.

2.3. 특성분석

2.3.1. 입도분석

제조된 마이크로스피어의 입도는 입도분석기(CIS-1, particle size analyzer, Israel)를 이용하여 평균입경 및 입도분포를 제조 조건의 변화에 따라 비교하였다.

2.3.2. 마이크로스피어의 표면관찰

제조된 마이크로스피어의 표면과 형태의 특성을 전자현미경(SEM, Hitachi S-4200, Japan)을 이용하여 ×1000, ×5000으로 관찰하였다.

2.3.3. 열분석

20℃/min으로 상온에서 400℃까지 승온시켜서 DSC(SSC 5200H, Seiko Co. Japan)을 이용하여 마이크로스피어의 crystallization temperature와 용점, 그리고 vinylacetate 함유량에 따른 결정화도를 측정하였다. 또한 TGA(Thermogravimetric analysis, TGA 5920, TA Co. USA)을 이용하여 마이크로스피어의 열적성질과 염료의 함유량을 조사하였으며 각각의 샘플은 질소가스 하에서 20℃/min으로 상온에서 700℃까지 승온시켜서 측정하였다.

2.3.4. 마찰견뢰도 분석

마이크로스피어의 염색 견뢰특성을 알아보기 위하여 건·습식마찰견뢰도를 AATCC8에 준하여 측정하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. 고분자 용액의 phase diagram

Fig. 1은 고분자 농도 변화에 따른 고분자 용액의 phase diagram을 나타낸 것이다. vinylacetate 함량에 관계없이 고분자 농도가 증가함에 따라 cloud point는 증가하다가 감소하는 UCST곡선을 나타내었고 동일한 고분자 농도에서는 비닐아세테이트 함량이 낮을수록 보다 낮은 cloud point를 나타내었다.

3.2. vinylacetate 함량의 영향

Fig. 2는 vinylacetate 함량에 따른 입자의 분포를 나타낸 그래프이다. vinylacetate 함량이 감소할수록 입자직경이 작아짐을 알 수 있었다. 따라서 VA함량 18%인 EVA보다 VA함량 15%인 고분자가 xerography printing에 적합할 것으로 생각되어진다.

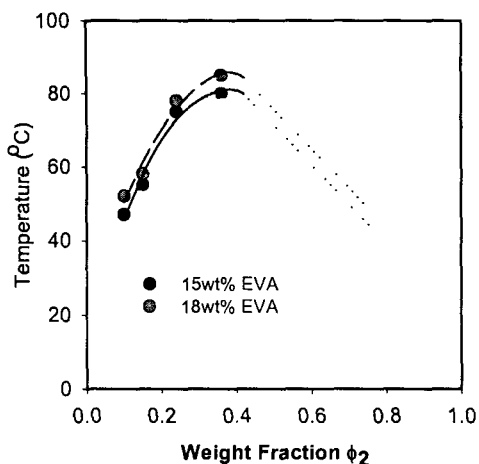


Fig. 1 Phase diagram of EVA/toluene system

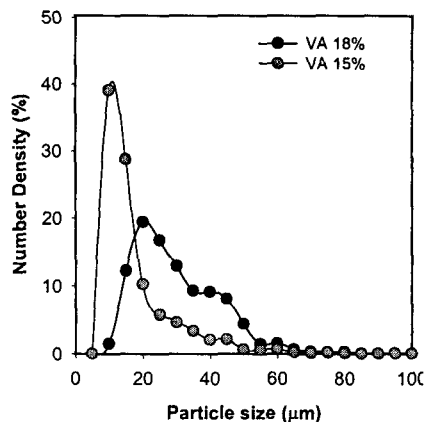


Fig. 2. Particle size of EVA microspheres by VA content in polymer

3.3. 고분자 농도의 영향

고분자 농도가 증가함에 따라 입자의 크기가 커지는 경향을 보였는데, 이는 고분자의 농도 증가에 따라 cloud point가 증가하고 또한 상분리 과정에서 용액의 높은 점도로 인해 핵생성 후 분산이 잘 일어나지 않은 상태에서 성장이 일어났기 때문으로 생각되어진다.

3.3. 냉각속도의 영향

Fig. 4는 냉각온도에 의해 냉각속도를 변화시켜 제조된 마이크로스피어의 SEM사진이다. 상분리시 냉각속도가 빠를수록 마이크로스피어의 크기는 작아지는 경향을 보였지만 일정온도 이하에서는 그 크기의 감소도 뚜렷이 나타나지 않았으며 입자의 표면이 거칠어지는 것을 알 수 있었다.

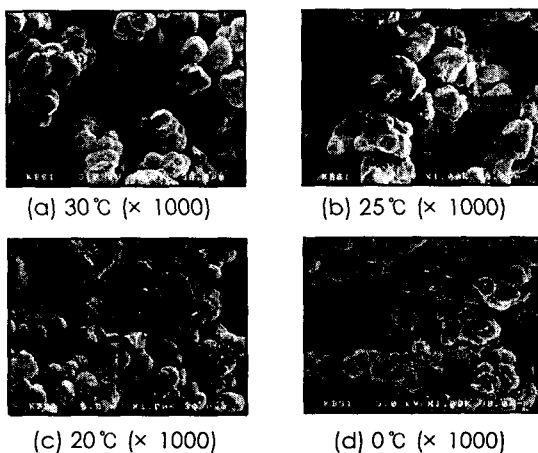


Fig. 4. SEM photomicrographs of microspheres from different cooling temp.

3.4. 상분리용 용매의 영향

EVA/tri-chlorobenzene계에서보다 EVA/toluene계에서 더 작은 입자를 얻을 수 있었다. 이것은 용해도파라메타의 차이가 EVA/tri-chlorobenzene계보다 EVA/toluene계에서 더 작기 때문에 상분리 온도가 낮으므로 결정화온도와 cloud point와의 간격이 좁기 때문으로 생각된다.

4. 결론

안료를 함유한 EVA 마이크로스피어를 제조하는 과정에서 제조조건에 따른 특성을 조사한 결과 다음의 결론을 얻을 수 있었다. 톨루엔이 희석제로서 적합하였으며 용액의 농도가 낮을수록, 비닐아세테이트 함량이 낮을수록, 냉각온도 30℃에서 xerography printing에 적합한 작은 입자크기의 마이크로스피어를 얻을 수 있었다.

참 고 문 헌

1. W.W. Carr D.S.Sarma, F.L.Cook, S.Shi, L.Wang, P.H.Pfromm, "Studies on toners for textile xerography". *J. Electrostatics*, **43**, pp.249-266, (1998)
2. 황중호, 전병익, "전사날염 기술에 대하여", *한국염색가공학회지*, **8**, pp.256-261, (1996)
3. 염민오, 송기국, 김성수, "결정성 고분자막의 제조를 위한 열유도 상분리 기구에 관한 연구", *Polymer(Korea)*, **23**, pp.320-327, (1999)
4. 김진환. "이성분계 고분자 혼합물의 상분리 현상", *고분자 과학과 기술*, **5**, pp.328-335, (1994)
5. 김성철, "고분자공학II", pp.77-93, (1998)
6. H. Matsuyama, M. Teramoto, M. Kuwana, Y. Kitamura, "Formation of polypropylene particles via thermally induced phase separation", *Polymer*, **41**, pp.8673-8679, (2000)
7. M. Shang, H. Matsuyama, T. Maki, M. Teramoto, D.R.Lloyd, "Preparation and Characterization of Poly(ethylene-co-vinyl alcohol Membranes via Thermally Induced Liquid-Liquid Phase Separation" *J. Appl. Polym. Sci.*, **87**, pp.853-860 (2003)