

분산염료의 화학적 Milling Process와 그 염색성에 관한 연구

김정호 · 박종호 · 정재윤
한양대학교 섬유고분자 공학과

The Chemical Milling Process of Disperse Dyes and Studies on their Dyeing Properties

Jeong-Ho Kim, Jong-Ho Park and Jae-Yun Jaung
Department of Fiber and Polymer Engineering, HanYang University, Seoul, Korea

1. 서론

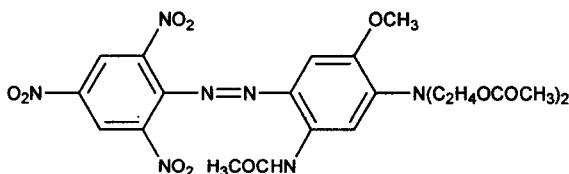
기존의 분산염료의 생산 공정 중 milling 공정은 물리적인 방법으로 염료, 물, 분산제, glass bead을 함께 넣고 교반하면서 glass bead와 염료의 마찰로 인한 미립과 계면활성제로서의 분산제의 분산성을 부여하는 방식이다. 그러나 이러한 물리적 milling 방식은 적절한 size의 분산염료를 제조하기 까지 많은 시간과 에너지 그리고 많은 양의 분산제가 소요 된다. 이렇게 많은 시간과 에너지 그리고 많은 양의 분산제를 줄이면서 염색성엔 지장이 없는 방법을 찾고자 한다. 본 연구에서는 분산염료를 물과 섞이지 않는 유기용매에 용해시킨 후 계면활성제가 녹아 있는 물에 유화를 시키고, 그 후 감압하여 유기용매를 제거하고 염료는 계면활성제에 의해 수분산 상태를 이루도록 하는 화학적 milling 방식을 사용하였으며, 이렇게 제조된 분산염료와 기존의 물리적 milling법으로 제조된 분산염료의 염색성을 비교하였다.

2. 실험

2.1 실험 재료

본 연구에 사용한 분산염료는 C.I Disperse Blue79(Scheme 1)이며 오영산업(주)에서 제공 받았고, 유화제는 Dodecyl Sulfate, Sodium Salt (85%), 분산제는 Westvaco사의 Reax81A를 사용하였다. Ethyl Acetate는 일급시약용을 사용하였다.

염색기는 적외선 염색기(대림스타릿(주))를 사용하였으며, K/S값은 Computer Color Matching (COLOR-EYE 3000, ICS_-TEXICON, ENGLAND)을 사용하였고, Particle size는 Zeta Portential Analasis (Brookhaven Institute Corp)를 사용하여 측정하였다.



Scheme 1. Structure of Disperse Dye

2.2 실험

시료는 Table 1에서와 같이 종류를 달리하여 사용하였으며, 모든 양은 200g씩 사용하였다.

Ethyl Acetate에 녹인 분산염료(5%)를 1시간 동안 교반 시켜 주고, Table 1에 나온 유화제와 분산제 solution에 각각 10g씩 넣어준다.

Table 1. Mass Of Dispersing Agent and Emulsifiers

| 종류 | 1.5%유화제 Solution | 3%유화제 Solution | 5%유화제 Solution | 3%분산제 Solution | 1.5%분산제 Solution | 0.75%분산제 Solution |
|------|------------------|----------------|----------------|----------------|------------------|-------------------|
| 양(g) | 200 | 200 | 200 | 200 | 200 | 200 |

분산염료 0.5g + Ethyl Acetate 9.5g → 10g 을 Table 1에서 나온 각각의 유화제와 분산제 Solution에 넣고 5시간, 30~40℃에서 감압을 걸어 잘 교반시킨다. 단, 유화제 Solution에 염료를 넣을 시에는 유화제가 녹아있기 때문에 많은 거품과 함께 튀게 되므로 매우 조심스럽게 천천히 넣어주어야 한다. 그 후, Rotavaper를 이용하여 2시간동안 50℃에서 감압을 걸고 Ethyl Acetate를 제거해 준다.

2.3 염색

염료의 농도는 0.5%, 1.0%, 1.5% o.w.f 의 3가지로 하였고, 피염물로는 폴리에스테르 표준 침부백포를 사용하여 욕비 1:30으로 염색하였다. 염색조건은 60℃에서 시작하여 130℃까지 2℃/min의 속도로 승온시킨 후 130℃에서 45분간 유지하여 염색하였다.

분산염료 염색 후 환원세정은 NaOH 1g/l, Na₂S₂O₄ 1g/l의 농도로 80℃에서 30분간 실시하였다. 염색기는 적외선 염색기(대립스타릿(주))를 사용하였으며, 염색 후 염색성을 비교하기 위해 Computer Color Matching을 사용하여 K/S값을 측정 비교하였다.

3. 결과

3.1 Particle Size의 비교

이렇게 화학적 milling을 한 것과 물리적 milling을 한 것을 비교하기 위해 particle size를 측정하였다. 크기에 대한 비교는 Table 1에 나타내었다.

Table 1. Particle Size

| 구분 | 물리적 Milling에 의한 염료 | 화학적 Milling에 의한 염료 | | | | | |
|--------|--------------------|--------------------|----------------|----------------|----------------|------------------|-------------------|
| | | 1.5%유화제 Solution | 3%유화제 Solution | 5%유화제 Solution | 3%분산제 Solution | 1.5%분산제 Solution | 0.75%분산제 Solution |
| 크기(nm) | 620.4 | 1348.4 | 1207.6 | 1084.9 | 946.0 | 920.1 | 1002.2 |

3.2 염색성 비교

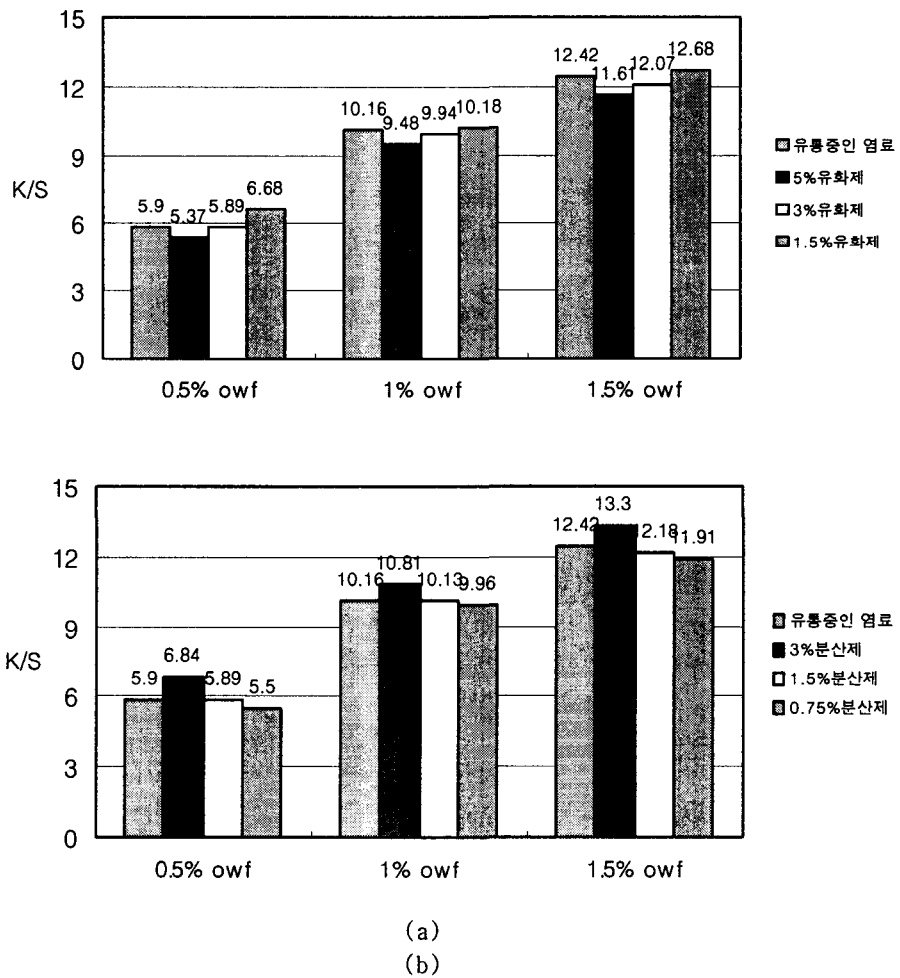
화학적 Milling과 물리적 Milling에 의해 만든 염액을 이용하여 폴리에스테르 직물에 염색 후, 피염물의 염착량 측정은 Computer Color Matching을 통해 K/S(겉보기 염착량)값을 구했다.(Figure 1)

다음의 Kubelka-Munk 식(1)으로 K/S값을 산출하였다.

$$K/S = \frac{(1-R)^2}{2R} \quad (1)$$

K : The coefficient of absorption of the dye at λ_{max}
 S : The coefficient of scattering at λ_{max}
 R : The reflected light wavelength λ_{max}

Figure 1. K/S of PET fabric dyed with blue 79
 (a)Emulsifiers (b)Dispersing Agent



4.결론

분산염료의 Particle Size, 유연제와 분산제의 농도에 따라 피염물의 염색성에 영향을 끼친다.

유화제의 농도가 진할수록 염료의 입자 크기가 더 작아졌으며, 염색성은 떨어지는 것으로 확인이 되었고, 분산제는 농도가 진할수록 염료 입자 크기가 더 커졌으며, 염색성은 더 좋아지는 것으로 확인되었다.