

PEG지방산 에스테르형 비이온 분산제의 합성 및 분산 성능 평가

이진아·박종호·고준석·김성동

건국대학교 공과대학 섬유공학과

1. 서 론

분산염료를 사용한 PET(Poly(ethylene terephthalate))의 염색에 있어서 염욕중 염료의 분산 상태는 염색성에 매우 중요한 영향을 미친다. 일반적으로 분산염료는 염욕중에서 극히 소량만이 용해되며¹⁾, 작은 크기의 소수성 염료 입자들이 쉽게 응집(aggregation)을 하게 되므로²⁾ 만족할 만한 염색성 결과를 얻기 어렵다. 그러므로 이러한 분산염료 상호간의 응집(aggregation)을 억제하여 염욕내 분산 안정성을 확보함으로써 우수한 염색성을 얻기 위해 분산제를 사용하는 것이 일반적이다³⁾. 분산제는 염액 내부에서 미셀을 형성함으로써 소수성이 큰 염료가 들어 갈 수 있는 저장고의 역할을 하며⁴⁾ 소량의 용 염료 입자들을 염욕중에 내어 놓음으로써 염료 입자의 분산 상태를 안정화 한다.

특히, 비이온성 분산제는 음이온성계에 비해 가용화력이 우수하고, 올리고머(Oligomer)의 분산 및 가용화 성능이 우수하므로⁵⁾ 현재 PET의 염색공정에서 가장 널리 사용되는 대표적인 분산제로 알려져 있다. 그러나 이러한 비이온성 계면활성제의 범용성에도 불구하고 그 성능에 대한 체계적인 연구에 대한 보고는 많지 않은 실정이다.

이에 본 연구에서는 여러 가지 PEG지방산 에스테르형 비이온성 계면활성제를 합성하고, 이들의 분산 성능을 다양한 분석 및 시험 방법을 통해 비교 고찰하고자 한다.

2. 실험

2.1 시료 및 시약

비이온성 계면활성제를 합성하기위해 올레인산(Oleic acid, OA)과 수평균분자량이 각각 200, 400, 600인 PEG (Poly(ethylene glycol))을 사용하였다.

2.2 분산제 합성

올레인산과 PEG(분자량 200, 400, 600)를 몰비 1:1로 하여 3구 플라스크에 넣고 교반하면서 160~170℃까지 승온하였으며 120℃부터 반응중 축합에 의해 생성되는 수분은 진공펌프를 사용하여 제거하였다. 반

응 시작 4시간 후부터 1시간 단위로 산가를 측정하여 산가 5 이하일 때 반응을 종료하였으며 오븐에서 진공 건조하여 수분을 충분히 제거하였다.

올레인산과 PEG(분자량 200, 400, 600)의 몰비를 2:1로 한 분산제의 합성의 경우에도 상기의 방법에 준하여 행하되, 반응 촉진을 위하여 질소 기류하에 *p*-toluen sulfonic acid(0.1wt%)를 촉매로 사용하였다. 합성된 6종의 분산제의 구조는 Table 1과 같다.

Table 1. Chemical structures of synthesized dispersing agents

Name	PEG MW	OA:PEG	Chemical structures
ME200	200		
ME400	400	1:1	$\text{H}_3\text{C}-(\text{CH}_2)_7-\underset{\text{H}}{\text{C}}=\underset{\text{H}}{\text{C}}-(\text{CH}_2)_7-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\text{O}-(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_n-\text{H}$
ME600	600		
DE200	200		
DE400	400	2:1	$\text{H}_3\text{C}-(\text{CH}_2)_7-\underset{\text{H}}{\text{C}}=\underset{\text{H}}{\text{C}}-(\text{CH}_2)_7-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\text{O}-(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_n-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-(\text{CH}_2)_7-\underset{\text{H}}{\text{C}}=\underset{\text{H}}{\text{C}}-(\text{CH}_2)_7-\text{CH}_3$
DE600	600		

2.3 구조 분석

합성된 분산제 6종을 FT-IR과 NMR을 사용하여 구조분석을 하였다.

2.4 분산제 성능 평가

합성된 분산제의 성능평가를 위해 기포력 시험(KS K ISO 696), 고온 분산 안정성 시험(KS K 0150), 입도 분석(Particle Size Analysis) 등을 사용하였으며, 결과 해석을 위해 HLB값을 계산하여 연관성을 고찰하였다.

2.5 염색성 평가

분산제 성능 평가에서 우수한 분산 성능을 나타낸 4종의 분산제를 사용하여 Dye-O-Meter를 사용하여 0.1g/l, 액비 20:1, 1%owf의 조건으로 130℃에서 40분간 Polyester를 염색하고 염색성을 평가하였다.

측색기(Color-Eye 3100)를 사용하여 피염물의 반사율을 측정하고, K/S와 f_k 를 구하였다.

2.6 견뢰도 평가

염색된 피염물에 대하여 세탁 견뢰도(ISO 105-C06 A2S), 땀 견뢰도(ISO 105-E04) 및 마찰 견뢰도(ISO 105-X12)를 평가하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1 분산제 성능

합성한 분산제의 고온 분산 안정성과 입도 분석 결과는 Table 2, Figure 1에 각각 나타낸 바와 같다. Table 2, Figure 1 을 보면 낮은 HLB값을 갖는 분산제일수록 여과지에 잔여분이 많이 남고, 고온에서의 분산 안정성이 낮음을 알 수 있다.

Table 2. 합성한 분산제의 HLB값과 고온 분산 안정성

Dispersing agent	HLB	Dispersion stability at high temperature	
		Filtering Time(#2기준)	Residue (Grade)
ME	200	7.913	11.2
	400	11.575	14.7
	600	13.543	10.4
DE	200	5.196	22.7
	400	8.303	11.3
	600	10.392	8.41

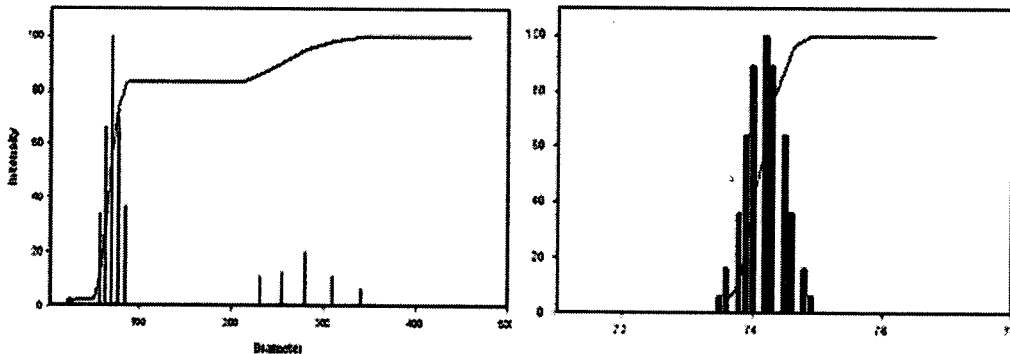


Fig. 1. 고온 분산 안정성 시험 후 염료의 입자크기 측정(ME200, DE600).

3.2 염색성

분산제 성능평가 결과가 좋지 않은 2종의 분산제(ME200, DE200)를 제외한, 4종의 분산제로 PET를 염색한 결과, 4종의 분산제 중 분산제 성능 평가에서도 우수한 성능을 나타낸 ME400, DE600이 가장 우수한 흡진율과 K/S 결과를 보였다(Figures 2 & 3). 또한 HLB값과 연관지어볼 때, HLB값이 큰 비이온 계면활성제는 분산제 자체의 성능(가용화, 분산력)은 우수하나 염색시 ME600이 ME400, DE600보다 낮은 흡진율 결과를 나타냄으로써 친수성이 크다고 하여 반드시 분산제로서 우수한 염착성을 갖는 것은 아님을 알 수 있었다. 한편, 합성한 분산제의 농도를 달리하여 염색한 결과, 0.5g/l의 저농도에서도 높은 흡진율과 K/S값을 나타내었으며 분산제 농도가 증가함에 따라 오히려 염색성은 저하됨으로써 적정 적용 농도 범위가 존재함을 알 수 있었다.

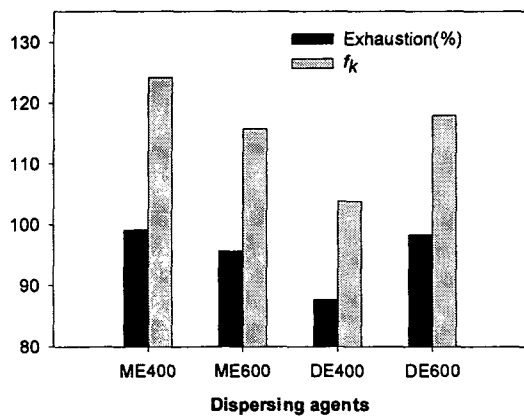


Fig. 2. Exhaustion vs f_k

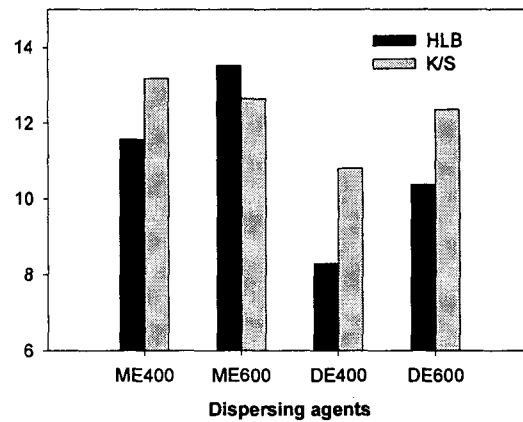


Fig. 3. HLB vs K/S

이상과 같이 합성된 PEG지방산 에스테르형 비이온 분산제의 성능을 종합적으로 평가해 본 결과 분산제는 구조적으로 친수기와 소수기가 적절한 균형을 이루었을 때 가장 우수한 분산 성능 및 염색성 결과를 나타내었다. 또한, 이러한 분산제의 분산 성능과 염색성간의 관계를 설명하기 위해서는 다양한 방법의 상호 보완적인 분산 성능 평가 방법을 병행하여 종합적으로 판단하는 것이 가장 바람직함을 알 수 있었다.

참고문헌

1. A. A. Vaidya, "Chemical Processing of Synthetic Fibers and Blends". P. 184 John Wiley & Sons, New York, 1984.
2. Sigismund Heimann, "Tetile Auxiliaries:Dispersing Agents", Rev. Prog. Coloration.
3. J. Shore, "Colorants and Auxilaries", p. 427, SDC, Shirley, Manchester, England, 1990. Vol.11, 1981.
4. A Datyner, "Interactions between auxiliaries and dyes in the dyebath", p40, Rev. Prog. Coloration Vol.23, 1993.
5. J Odvarka and HSchejbalova, "The effect of dispersing agents on the dyeing of polyester with a disperse dye", JSDC Vol.110. 1994.