

프탈이미드계 신규분산염료 합성 및 PET 섬유 염색 특성

Synthesis and Dyeing Properties of novel azo dyes derived from phthalimide

이현영, 최재홍¹, 정원식²

경북대학교 기능물질공학과, ¹경북대학교 섬유시스템공학과, ²주) 이스트웰

Abstract

본 연구는 고 세탁견뢰도를 가지는 신규 Phthalimide계 염료를 합성하고, 일반 PET 섬유 및 해도형 PET에 염색하여 염색거동과 견뢰도 특성에 대해 알아보았다. 대부분의 염료는 4급 이상의 세탁견뢰도를 가지며, 몇 가지 염료는 90%이상의 염착률을 가진다.

1. 서 론

현재 섬유산업은 합성섬유의 사용이 점차 증가 하고 있으며, 그 중에서도 PET 섬유의 사용은 이미 가장 많은 비중을 차지하면서도 꾸준히 증가하고 있다. 본 연구는 Alkali 처리시 수용성 염료로 구조가 쉽게 전환되는 원리에 의해 고 세탁견뢰도의 특성을 가지는 Phthalimide계 분산염료의 합성 및 염색특성에 관한 것이다.

2. 실험방법

2.1 중간체 및 염료의 합성

진한 황산과 발연 질산의 혼산에 phthalimide를 반응시켜 4-nitrophthalimide를 합성하였다. 이것을 alkylation한 후, reduction하여 *Iso*-propyl-4-amino-phthalimide와 *N*-butyl-4-amino-phthalimide, *Sec*-butyl-4-aminophthalimide를 얻는다. 이것들을 *N,N*-diethylaniline 및 3-(*N,N*-Diethylamino)acetanilide와 coupling하여 염료 1과 7, 13 및 염료 4와 10, 16을 합성하였다. 또한 *Iso*-propyl-4-aminophthalimide와 *N*-butyl-4-amino-phthalimide 및 *sec*-butyl-4-aminophthalimide를 bromination하여, *N,N*-diethylaniline 및 3-(*N,N*-diethylamino)-acetanilide와 coupling하여 염료 2와 8, 14 및 염료 8과 11, 17을 합성하였다. 그 후, 염료 2, 5, 8, 11, 14, 17을 cyanation 하여 염료 3, 6, 9, 12, 15, 18을 합성하였다. 합성한 염료 및 중간체는 MASS, ¹H-NMR 및 E.A.를 사용하여 화학 구조를 확인하였다.

2.2 염색 및 환원세정

합성한 염료 12종으로 일반 PET 섬유와 해도형 PET 섬유를 염색하였다. 욕비 1:10, pH 4.5, 분산제 (HB-300) 1g/l의 조건에서 염료는 일반 PET 섬유는 1%, 2%, 3%, 4% o.w.f로, 해도형 PET 섬유는 4%와 6% o.w.f로, 시작온도 50℃에서 승온(1℃/min)하여 130℃에서 40분간 염색 후, 70℃까지 냉각하였다. 수세 후 NaOH와 Na₂S₂O₄ 모두 1g/l의 조건으로 80℃에서 20분간 환원 세정하고, 180℃에서 1분간 heat setting 하였다.

2.3 염색성 평가

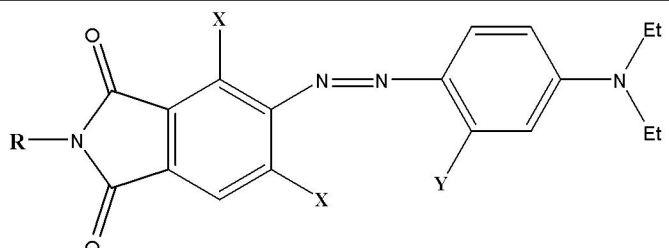
모든 시료는 염색 전후의 염색을 채취하여 UV-Vis absorbance값을 측정하여 염료 흡착량을 계산하였고, CCM을 사용하여 최대흡수파장에서의 K/S값을 측정하였다.

2.4 세탁 및 마찰 견뢰도 평가

마찰 견뢰도는 AATCC 8-1989법으로, 세탁 견뢰도는 M&S C4A법에 따라 multifiber의 오염도를 gray scale로 평가하였다.

3. 결과 및 고찰

Table 1. Structure & absorption spectra of synthesized dye



Dye	R	X	Y	λ_{max}	ϵ_{max}
1	(CH ₃) ₂ CH-	H	H	488nm	27,518
2	(CH ₃) ₂ CH-	Br	H	432nm	29,581
3	(CH ₃) ₂ CH-	CN	H	570nm	24,480
4	(CH ₃) ₂ CH-	H	NHCOCH ₃	510nm	49,097
5	(CH ₃) ₂ CH-	Br	NHCOCH ₃	470nm	27,671
6	(CH ₃) ₂ CH-	CN	NHCOCH ₃	606nm	36,320
7	CH ₃ CH ₂ CH ₂ CH ₂ -	H	H	490nm	36,621
8	CH ₃ CH ₂ CH ₂ CH ₂ -	Br	H	430nm	76,414
9	CH ₃ CH ₂ CH ₂ CH ₂ -	CN	H	570nm	52,960
10	CH ₃ CH ₂ CH ₂ CH ₂ -	H	NHCOCH ₃	510nm	45,509
11	CH ₃ CH ₂ CH ₂ CH ₂ -	Br	NHCOCH ₃	470nm	31,804
12	CH ₃ CH ₂ CH ₂ CH ₂ -	CN	NHCOCH ₃	600nm	65,617
13	CH ₃ (CH ₂ CH ₃)CH-	H	H	490nm	25,510
14	CH ₃ (CH ₂ CH ₃)CH-	Br	H	437nm	26,970
15	CH ₃ (CH ₂ CH ₃)CH-	CN	H	568nm	29,240
16	CH ₃ (CH ₂ CH ₃)CH-	H	NHCOCH ₃	508nm	26,390
17	CH ₃ (CH ₂ CH ₃)CH-	Br	NHCOCH ₃	470nm	25,010
18	CH ₃ (CH ₂ CH ₃)CH-	CN	NHCOCH ₃	571nm	24,910

3.1 염료의 Absorption spectra

Dye 1, 4, 7, 10, 13, 16은 488-510nm의 최대 흡수 파장을 가지며, red 계열의 색을 띠며, Dye 2, 5, 8, 11, 14, 17은 430-470nm로 orange 계열의 색을 띠고, Dye 3, 6, 9, 12, 15, 18은 570-606nm로 blue 계열의 색을 띤다.

3.2 Exhaustion yield

Dye 4, 10 및 12는 90% 이상의 염착률을 보인 반면, Dye 3, 9, 16 및 18은 30% 미만의 낮은 염착특성을 가진다.

3.3 견뢰도

합성한 염료는 우수한 세탁 및 마찰견뢰도를 보이며, 특히 Dye 2, 3, 5, 및 6, Dye 10-12와 15 및 18은 4-5급 이상의 우수한 세탁견뢰도를 가진다.

Table 2. Exhaustion & color fastness of synthesis dyes on PET fiber

Dye	Regular PET			Microfiber PET		
	exhaustion of dye (%)	Wash fastness	Rubbing fastness (nylon staining)	exhaustion of dye (%)	Wash fastness	Rubbing fastness (nylon staining)
			dry/wet			dry/wet
1	52.3	4	5/4-5	51.8	3	4-5/4
2	62.9	5	5/5	74.5	5	4/4
3	27.3	5	5/5	28.9	4-5	4-5/4
4	93.6	4	3-4/3-4	93.3	3-4	4/3-4
5	67.3	4-5	4/4	88.8	3-4	3-4/3-4
6	69.2	4-5	5/4-5	86.2	4-5	4-5/4
7	82.5	3-4	4/4	58.0	3	3-4/3-4
8	84.6	3-4	4-5/4-5	63.2	4	4-5/4
9	30.8	4	5/4-5	51.1	3	4/3-4
10	92.9	5	4.5/4	83.4	3	4-5/4
11	77.4	5	4.5/4	69.7	5	4-5/4
12	88.5	4-5	5/4-5	94.4	4-5	4/3-4
13	60.2	3-4	3/3	84.7	3	3-4/3
14	40.9	4-5	4/3	57.6	3-4	4/3-4
15	47.4	4-5	4/4-5	59.4	4	4-5/3-4
16	19.8	4	4-5/4	2.1	3	4-5/3-4
17	51.0	3-4	3-4/4	78.1	3	3-4/3
18	27.8	4-5	4-5/4	39.1	4	4-5/4-5

4. 결 론

Phthalimide계 분산염료 18종은 치환기에 따라 Orange-Blue의 색상을 가진다. PET fiber의 염색성은 30-90% 수준으로, 염료의 화학구조가 PET fiber에 대한 Affinity에 큰 영향을 미친다. 세탁 및 마찰견뢰도는 대부분 염료가 4급 이상으로 우수하였다.

Tel.: +82-53-950-5644; e-mail: mnm007@naver.com