

# 면직물용 내구성유연제의 합성과 그의 특성화

이 기 창 · 박 흥 수

명지대학교 공과대학 화학공학과

## Synthesis of Durable Softner for Cotton Fabrics and Its Characterization

Lee, Ki-Chang · Park, Hong-Soo

*Dept. of Chemical Engineering,  
Myong Ji University*

(Received May 10, 1990)

### ABSTRACT

1,3-Di(2-octadecanoyl)-2,7-dioxy-1,3,6,8-tetra aza cyclodecane [DDTC] was synthesized by reacting octadecanoic acid, 2,2'-di-aminodiethyl amine with urea. O/W type softner (STA) was prepared by blending DDTC and pentaerithritol monostearate with polyoxyethylene (20) oleyl ether, polyoxyethylene (10) castor oil, and PEG #1000-lauric acid ester.

Treating STA to all cotton fabrics, the physical properties, such as tear strength, crease recovery, flexing abrasion resistance, and so on were measured. Resulting the measurements, STA was found to be durable softner with softness.

### I. 서 론

수지가공 처리는 직물의 방축성과 방추성을 개선하면서 한편으로는 섬유를 취화시켜 직물의 인열강도와 내마모성을 저하시키는 결점을 동반한다. 수지가공 직물의 이와같은 강력저하의 원인은 직물을 구성하고 있는 섬유의 비결정영역에 분자간 가교결합이 형성되어서 외력이 가해졌을 때 그 힘이 새로 생긴 가교에 집중화하여 응력집중화 현상을 일으키기 때문인 것으로

이런 현상은 Sakamoto 등<sup>1)</sup>에 의해 규명된 바 있다.

수지가공시의 이러한 결점을 최소한으로 줄이고 품질을 고급화하기 위하여 각종 유연제를 병용한다.

유연제는 직물을 구성하고 있는 섬유표면에 윤활성을 부여하고 국부적으로 집중되는 외력을 분산시킴으로서 강도저하를 방지하는데 유효하게 작용한다. 유연제의 분류는 화학구조, 이온성 및 용도별로 구분되어지는데 주로 이온성 별로 분류가 많이 되며 그 종류 또한 다양하다.

이온성 별로 여러가지 유연제를 면직물에 처리시의 장단점을 살펴보면 다음과 같다.

음이온성 유연제<sup>2-3)</sup>는 면직물에 처리시 白도가 증가되고 양호한 유연성과 형광염료와의 병용이 가능하나 음이온제이므로 pH가 낮아 수지병용성이 곤란하다. 양이온성 유연제<sup>4-6)</sup>는 섬유에 대한 친화력이 커서 저농도로 사용해도 부착량이 많고 우수한 유연성을 발휘하는데 그 구조중에 제 1급 또는 제 2급 아민을 함유한 것은 내열성이 나빠서 황변현상<sup>7)</sup>을 일으키고 형광염료와의 병용이 어렵다. 비이온성 유연제<sup>8-9)</sup>는 수지병용성이 양호하고, 황변현상과 형광염료와의 병용성은 음이온제 보다는 못하나 양이온제 보다는 양호한 결과를 보이는데 치명적인 단점은 거의 없다.

따라서 비이온성의 면직물용 내구성유연제 합성에 중점을 두었는데, 면직물에 대한 유연처리는 여러가지 애로점이 많아 아직까지 면직물용 유연제<sup>10-11)</sup>의 종류는 그다지 많지 않은 실정이다.

본 연구에서는 직물에 내세탁성을 부여하고 독특한 bulky 성 촉감을 부여하는 폴리아민계의 유연제 원체를 합성하고, 여기에 pentaerithritol monostearate 원체와 lanolin 및 각종 유화제를 블렌딩시켜 물에 안정한 내구성유연제를 제조하면서, 면직물에 유연처리 후 각종 물성측정을 통하여 그 공업적 응용을 살펴보았다.

## II. 재료 및 방법

### 1. 시 약

2,2'-Diaminodiethylamine 은 Aldrich Chemical 사제의 1급시약에 Drierite<sup>12)</sup>를 가해서 탈수 후 질소기류하에서 감압증류하였다. Octadecanoic acid 와 요소는 Sigma Chemical 사제, 무수라놀린[HLB 14-16]<sup>13)</sup>은 Kanto Chemical 사제 및 유연제 원체 pentaerithritol monostearate [PMS, HLB 7.4]는 Ipposha Oil 사제를 각각 그대로 사용하였으며, 유화제로서 polyoxyethylene(20) oleyl ether [Nikkol BO-20, HLB 17.0] 과 polyoxyethylene(10) castol oil [Nikkol CO-10, HLB 6.5] 은 Nikko Chemical 사제를, PEG\*1000-lauric acid ester [PL-1000, HLB 16.8] 는 Ipposha Oil 사제를 각각 사용하였다.

### 2. 지방산 폴리아미드 유기산염의 합성

교반기, 환류냉각기, 적하노두 및 온도계를 붙인 200 ml 4 구 플라스크에 octadecanoic acid 59.6 g (0.21 mole)을 넣고 60~65°C로 서서히 가온하면서 2,2'-diaminodiethylamine 20.6 g (0.20 mole)을 64~65°C에서 30분간에 걸쳐 적가시켰다. 80°C부터 질소가스를 흡입시키고 180°C에서 4시간 반응시켰는데 반응의 종결은 생성물의 산가를 측정하여 결정하였다. 다음 온도를 160°C로 조정하고서, 생성된 담황색 긴사슬의 지방산 아미드에 요소 12.0 g (0.20 mole)을 30분간 서서히 첨가하였다. 이때 암모니아 가스가 발생하기 시작하였으며 160°C에서 4시간 반응을 계속하여 암모니아 가스의 발생이 중지되는 때를 반응의 종말점으로 하였다.

제조된 반응생성물을 메탄올 1l 속에 가하여 28°C에서 1시간 균일 교반 한 후 여과하여 미반응물질인 요소와 2,2'-diaminodiethylamine 등을 제거하였다. 석출된 내용물에 벤젠 800 ml 를 가하여 30~32°C에서 1시간 교반, 여과하여 octadecanoic acid 를 제거한 후 50°C, 20~25 mmHg에서 건조분쇄하여 지방산 폴리아미드 유기산염인 1,3-di(2-octadecanoyl)-2,7-dioxy-1,3,6,8-tetra aza cyclodecane [DDTC]를 얻었다.

yield : 78 %, drop point : 68.5°C, HLB : 9.7, AV : 1.4, IR (KBr pellet) : 3,335 cm<sup>-1</sup> [N-H (trans) str.], 1660 cm<sup>-1</sup> (C=O of -NHCONH-str.);<sup>14)</sup> 720 cm<sup>-1</sup> (octadecyl residue band)

### 3. 유연제의 제조

2와 같은 장치를 한 200 ml 4 구 플라스크에 DDTC 10.0 g, PMS 4.0 g 및 lanolin 4.5 g을 가하고 80°C로 온도를 올려 내용물을 완전용융 시킨 후 3종류 유화제 Nikkol BO-20 2.0 g, Nikkol CO-10 3.0 g, PL-1000 4.8 g을 각각 첨가하였다. 다음 70°C의 온수 71 ml를 3시간 동안 균일교반 하에서 서서히 가하여 o/w 형 유화시켰고 10% 가성소다 수용액 0.7 g을 가하여 pH 및 점도조절을 하여 담황색 paste상 유연제(STA)를 제조하였다.

yield : 93 %, pH meter (1% soln) : 7.2, viscosity (at 25°C) : 1.5 poise (Viscometer, B-type)

4. 인열강도의 측정

시료는 100% 면직물(60수)을 택하고, 단독처리 시는 유연제 STA 1~5%(wt)로 하여 30℃의 처리 욕에서 1 dip, 1 nip padder 로 2회 padding 하여 90초간 침적시킨 후 wet pick-up 은 75%로 하였다. 이들 처리시료는 80℃에서 5분간 예비건조하고 175℃에서 2분간 열경화 시켰다.

수지병용 처리시는 섬유가공용 수지로서 Sumitex resin 850 (Sumitomo Chemical Co., ethylene-urea 계) 10%와 촉매인 Sumitex accelerator MX (Sumitomo Chemical Co., metallic salt 계) 1.5%를 각각 택하였고 열경화는 140℃에서 4분간 하였으며, 이하 모든 조작은 앞의 단독처리시와 동일하게 하였다. 인열강도는 Elemendorf textile tearing tester (Daiei Kagaku Seiki Co.)로서 측정하였다.

한편 세탁시험은 S. J. K laundry tester (Showa Juki Co.)를 사용하여 Marseilles soap 0.5%, 탄산나트륨 0.2% 및 물 100g 으로 제조된 세정액에서 70℃로 30초간 실시하였다.

5. 방추도의 측정

방추도는 Crease recovery tester (Daiei Kagaku Seiki Co.)로서 측정하였고, 배합 및 처리조건은 4의 수지병용 처리시와 동일하게 하였다.

6. 굴곡마모 강도의 측정

시료는 100% 면직물(40수)을 택하고, 수지병용 처리시의 조성은 STA 농도를 1~5%로 하고 수지로서 Sumitex resin 901 (Sumitomo Chemical Co., ethylene-urea 계) 1.5%, Sumitex resin M-3 (Sumitomo Chemical Co., 멜라민계) 0.5%와 촉매인 Sumitex accelerator ACX (Sumitomo Chemical Co., amine salt 계) 1.5%를 각각 택하였다. 처리조건은 4와 같은 방법으로 하여 wet pick-up 이 90%가 되도록 하였다. 예비조건은 100℃에서 5분간, 열처리는 150℃에서 3분간하여 경화시켰으며 Universal 법 (JIS-1079)<sup>15)</sup>으로 측정하였다.

III. 결과 및 고찰

1. 유연제의 유화안정성

앞의 II-3에서 DDTC와 PMS는 유연제 원제로 사용되었는데 DDTC는 Ahcovel형의 폴리아민계로서 이 계통은 직물에 까칠까칠한 독특한 촉감과 bulky성 및 내세탁성을 부여하는 것으로 알려져 있다.<sup>16)</sup> Lanolin은 침투성이 강한 feeling 부여제<sup>17)</sup>로서 선택되었으며 가성소다를 가한 이유는 pH 및 점도 조절 뿐만아니라 황변현상을 방지하기 위함이다. 즉 lanolin 중에는 일부 유리산이 포함되어 있어 직물에 처리했을 때 황변현상이 생기므로 가성소다로서 유리산을 중화시키는 것이다.

Griffin식<sup>18)</sup>에 따른 유연제의 혼합 HLB 값은 11.6으로서 o/w형 유화작용의 이상적인 범위에 속하였고, 유연제 5%수용액으로서 80℃에서 안정여부를 판별하는 수용액 유화안정성 시험결과 oil 부유현상이 나타나지 않은 점으로 미루어 유화제의 사용량이 적정 선임을 알 수 있었다.

2. 인열강도 및 방추도 거동

Fig. 1은 유연제 STA를 면직물에 단독처리할 때의 처리농도에 따른 인열강도의 변화량을 plot 한 것

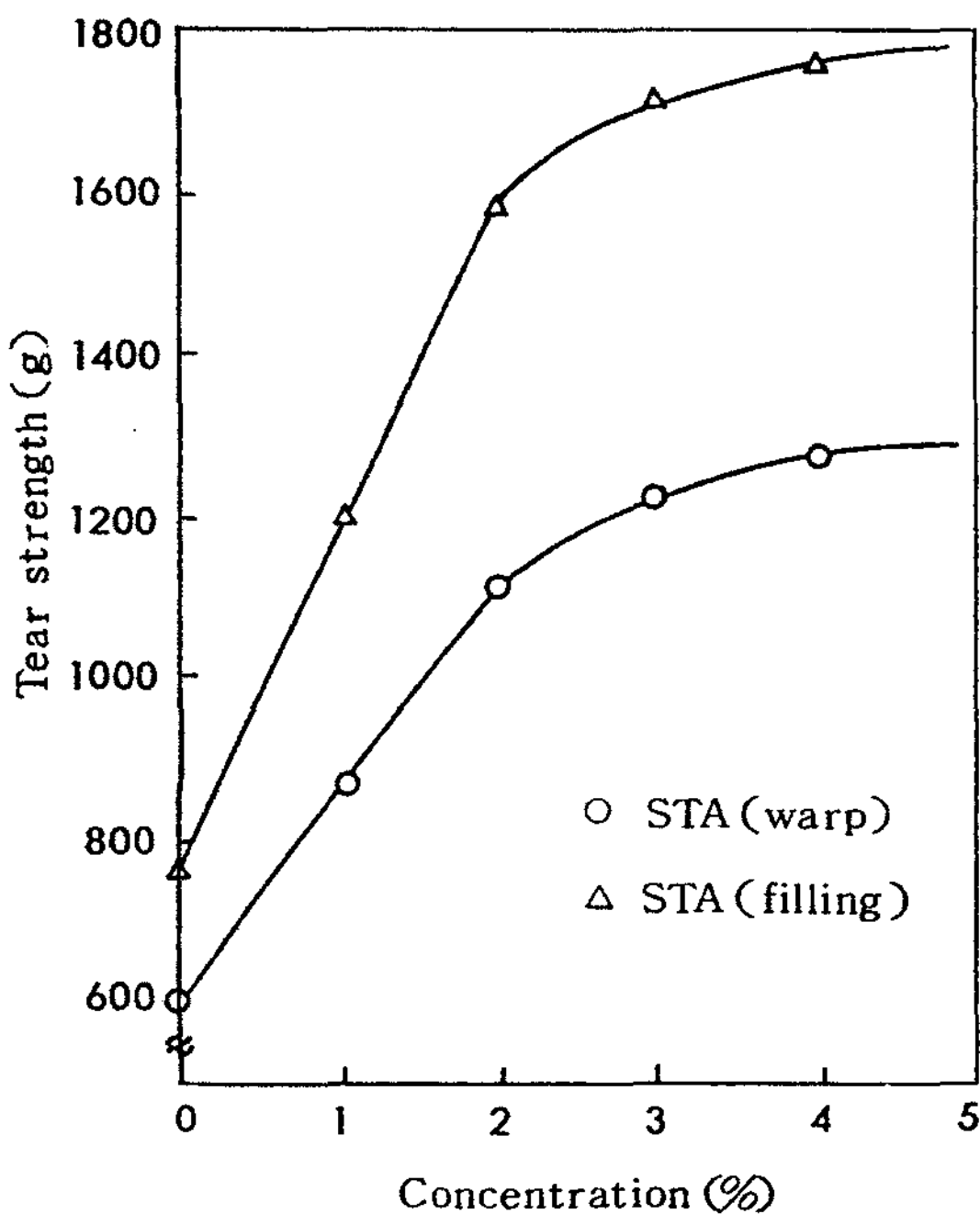


Fig. 1. Relation between treating concentration and tear strength of STA in initial treatment

이다. 미처리시 면직물의 경사와 위사의 인열강도 값이 각각 600g과 780g인데 비해 처리농도의 증가에 따라 인열강도의 값이 현저한 저하를 나타냈으며 적정 사용농도는 2~3%였다.

Fig. 2는 STA를 수지병용 처리했을 때의 농도에 따른 인열강도를 plot한 결과인데, 유연제 사용농도 1% 이하에서는 세탁전의 경사와 위사의 인열강도 값이 세탁후의 값보다 높았으나 농도 2% 이상에서는 반대로 세탁후의 인열강도 값이 더 높은 양호한 추세를 보였다. 따라서 내구성 유연제임을 알 수 있었고 대체적으로 유연제와 가공수지와와의 상용성도 무난하였다.

Fig. 3은 수지병용 처리시의 STA농도에 따른 방추도 결과를 plot한 결과인데, 가공수지만 처리된 미처리시의 경우 면직물의 경사와 위사의 방추도 값이 각각 60%와 70%를 나타내었으나 농도증가에 따라 방추도 값이 상승되는 점으로 보아 상당한 유연효과를 지님을 알 수 있고 STA의 적정 사용농도는 2~3%였다.

### 3. 굴곡마모 강도의 거동

유연제 STA와 수지병용 처리시의 처리농도에 따른 굴곡마모 강도의 변화를 plot하여 Fig. 4에 표시하였다. 대체로 STA농도증가에 따라 굴곡마모 강도가 저하되지 않고 조금씩 향상되는 결과를 나타내었다.

## V. 결 론

합성된 지방산 폴리아미드 유기산염과 pentaerithritol monolaurate를 유연제 원체로 하고, 여기에 feeling 부여제 lanolin과 유화제 3종류를 택하여 o/w형 내구성 유연제를 제조한 후, 면직물에 유연제 처리하고서 유연성을 측정해 본 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 제조된 유연제 STA의 혼합 HLB 값은 11.6이었고, 양호한 수용액 유화안정성을 나타내었다.
2. STA와 섬유가공성 수지와와의 상용성은 양호한 편이며 면직물에 대한 STA의 적정 사용농도는 2~

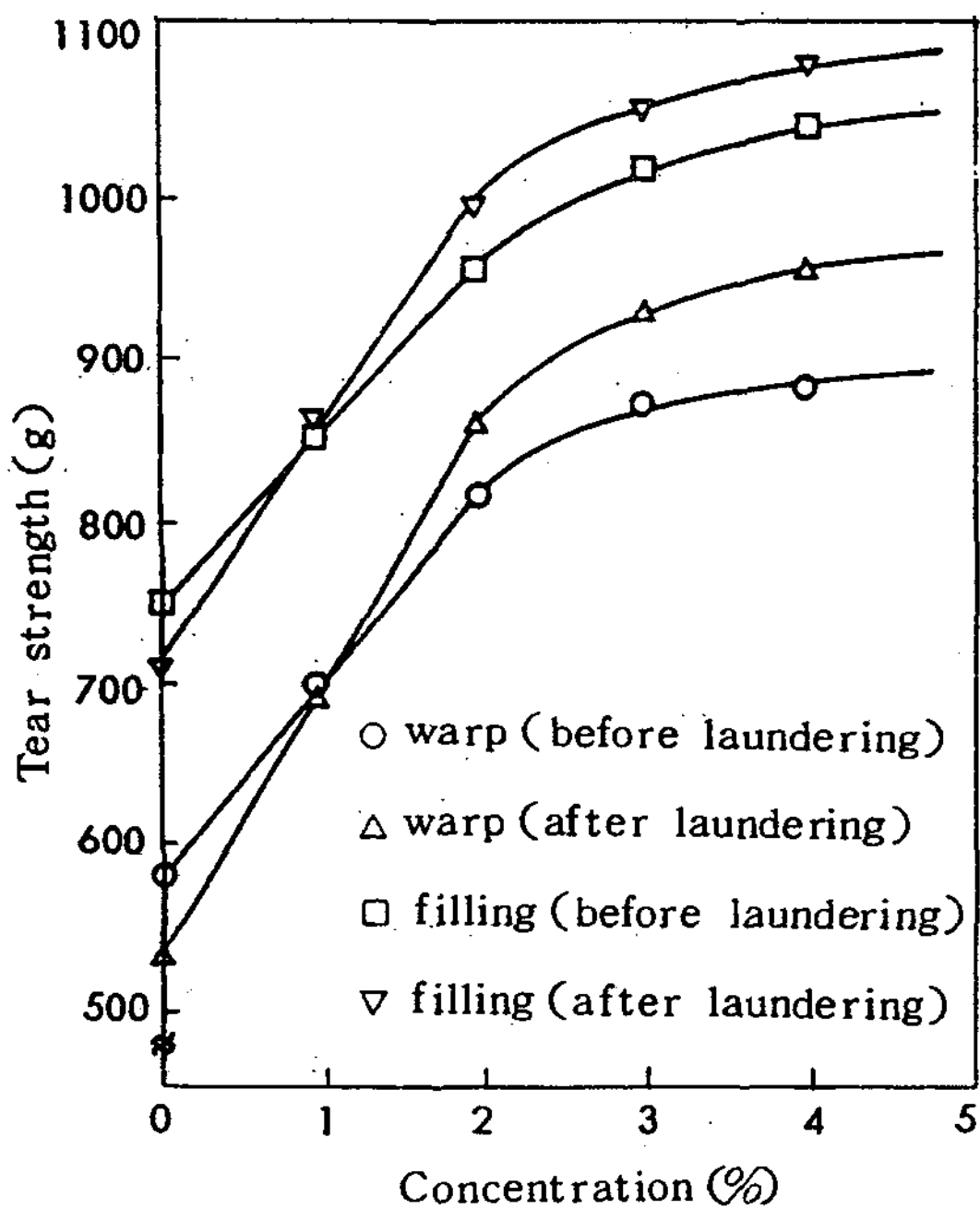


Fig. 2. Relation between treating concentration and tear strength of STA in conjunct treatment

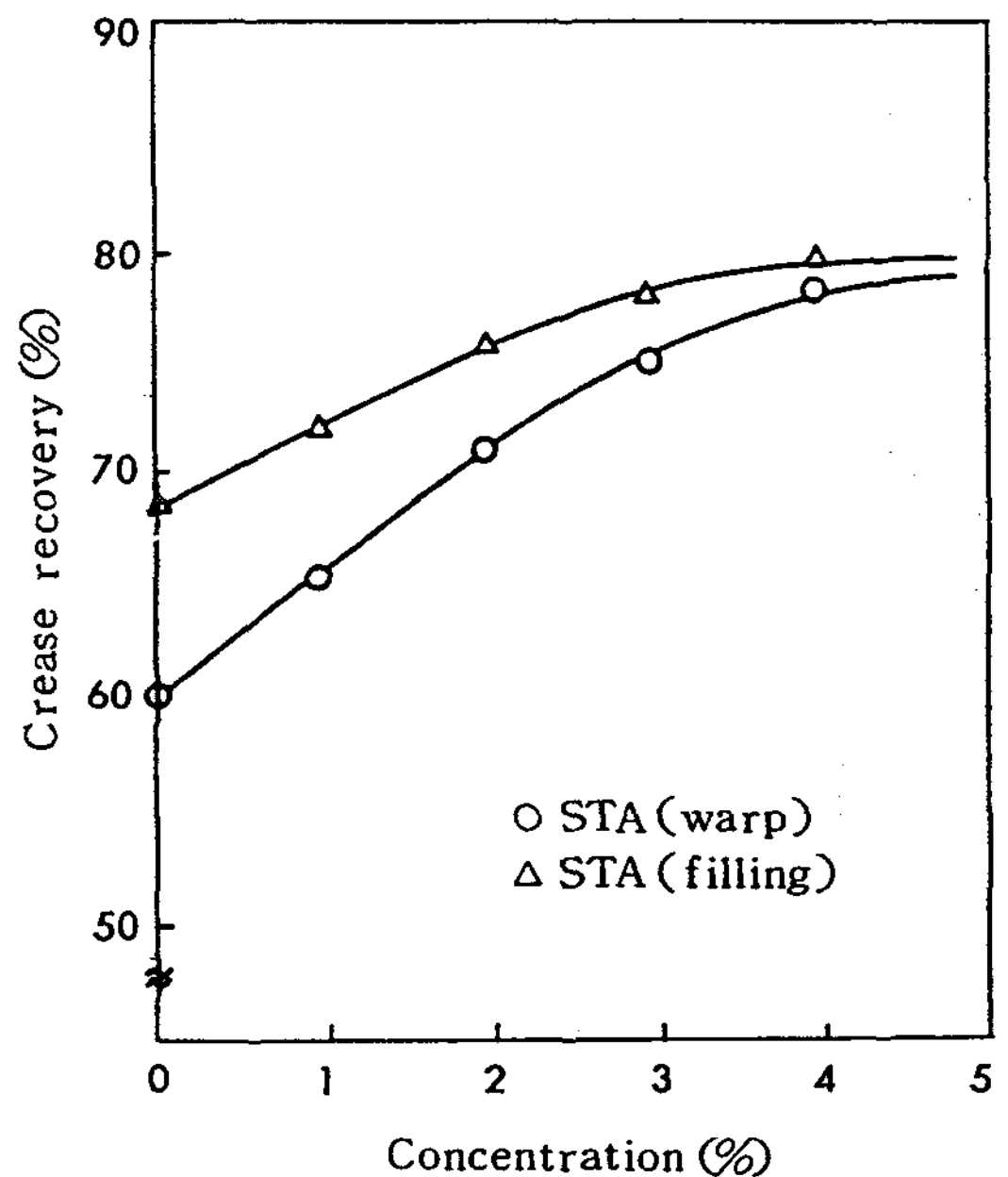


Fig. 3. Relation between treating concentration and crease recovery of STA in conjunct treatment

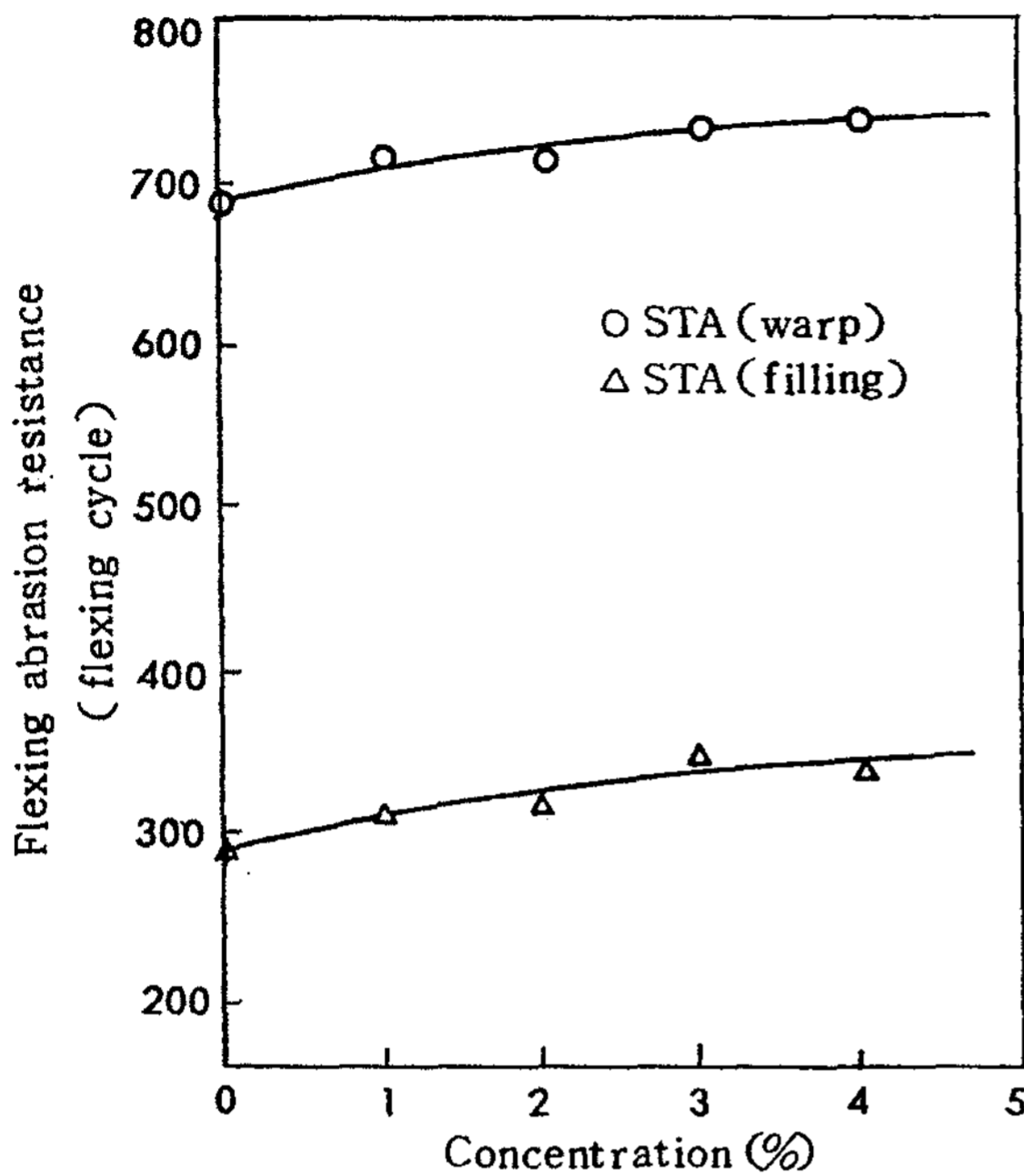


Fig. 4. Relation between treating concentration and flexing abrasion resistance of STA in conjunct treatment

3%였다.

3. STA 농도 1% 이상에서는 세탁전 보다 세탁후 인열강도 값이 오히려 증가하였는데 이는 STA가 내구성유연제임을 입증해 주는 것이다.

4. 인열강도, 방추도 및 굴곡마모 강도 측정결과 STA는 우수한 유연성을 지닌 유연제임을 알 수 있었다.

문헌

1. 坂本, 曹, 山田, 小島, 磯波 : 纖維學會誌, 30,

T-17(1974)  
 2. W. Mooney, *Text. Asia*, 11(12), 62(1980)  
 3. S. Saika, *Seni*, 32(8), 313(1980)  
 4. B. Milwidsky, *Happi Household Pers. Prod. Ind.*, 24(9), 40(1987)  
 5. F.J. Carrison, *Bol. Intextar Inst. Invest. Text. Coop. Ind.*, 93, 71(1988)  
 6. J. Inokoshi, K. Furuta, I. Ito and M. Tsumadori, *Jap. Kokai* 88, 282,372(1988)  
 7. H. Enders and G. Pusch. *Amer. Dyest. Reprtr.*, 49, 25(1960)  
 8. A.S. Salvi, *Colourage*, 27(19), 27(1980)  
 9. I.R. Kenyon and B.C. Smith, *Ger. Brit.*, 2,203, 458A(1988)  
 10. A. Hughes and R. Koch, *Soap Cosmet. Chem. Spec.*, 41(12), 109(1965)  
 11. Kao Soap KK, U.S. Patent, 4,227,350(1981)  
 12. E. Ikada, *Bull. Inst. Chem. Res. Kyoto Univ.*, 45, 352(1967)  
 13. 吉田時行, 進藤信一, 大垣忠義, 山中樹好 : “界面活性劑 Hand book”, 1st ed., p.238, 工學圖書, 東京(1987)  
 14. L.J. Bellamy, “The Infra-red Spectra of Complex Molecules”, 4th ed., 223, John Wiley & Sons Inc., New York(1966)  
 15. 染色加工工學研究會 : “染色加工關係 JIS規格集”, 3rd ed., p.398, 纖維研究社, 東京(1972)  
 16. F. Tokiwa, “Surfactant”, 1st ed., 169, Kao Corporation, Tokyo(1983)  
 17. E.S. Lower, *Specialities*, 4, 2(1968)  
 18. W.C. Griffin, *J. Soc. Cosmetic Chemists*, 1(5), 311(1949)