

〈研究論文(學術)〉

액류감량기 가성소다 농도 제어 시스템의 개발

박정우 · 변희운 · 노근필* · 구자길 · 황백순** · 김덕리

부산대학교 섬유공학과
*계명대학교 화학공학과
**섬유기능대학 섬유가공학과
(2000년 1월 11일 접수)

Development of NaOH Concentration Control System for a Liquor-Flow Polyester Hydrolysis Machine

Jung Woo Park, Hee Un Byun, Keun Pil Roh*, Ja Gil Koo,
Beak Sun Whang**, and Duk Ly Kim

Department of Textile Engineering, Pusan National University, Pusan, Korea

**Department of Chemical Engineering, Keimyung University, Taegu, Korea*

***Department of Textile Finishing, Textile Polytech College, Taegu, Korea*

(Received January 11, 2000)

Abstract—In this study, the control system of sodium hydroxide was demonstrated to systemize hydrolysis process in polyester dyeing. We mainly focused on the application method of acid-alkali titration for the polyester hydrolysis machine of liquor-flow type.

Industrial pH meter with electrode type was used for identifying equivalence point. Three units which were analogue-to-digital card, microprocessor and digital output card were used to control NaOH concentration in the control part of the system. The yielded data are translated to the microprocessor through analogue-digital interfacing card. After calculating, NaOH concentration in NaOH storage tank was controlled through the digital output card and solenoid valves.

1. 서 론

폴리에스테르 직물은 wash & wear성, 구김회복성 및 양호한 역학적, 화학적 특성으로 인해 가장 널리 사용되는 섬유이다. 하지만 특유의 딱딱한 촉감, 낮은 흡습성으로 인한 정전기의 발생, pilling성 및 낮은 염색성 등 의류용 소재로 사용할 때는 많은 문제점이 있다. 이러한 단점을 보완하기 위해 알칼리에 의한 감량 처리 공정이 개발되었다.

폴리에스테르 감량공정에 관한 최근의 연구로는 각종 조제에 따른 감량속도에 관한 연구³⁻⁸⁾, 감량조건에 따른 폴리에스테르 직물의 물성 및 역학특성의 변화에 관한 연구⁹⁻¹³⁾, 각종 혼방직물의 알칼리 가수분해에 관한 연구¹⁴⁻¹⁶⁾ 및 감량폐수의 활용에 관한 연구¹⁷⁻¹⁸⁾ 등이 있다.

현장에서의 감량공정은 가성소다(NaOH)를 사용하여, tank식, 연속식 및 액류식 등의 다양한 방법으로 적용하지만, 최근 섬유제품에 대한 다품종 소량생산 및 최종제품에서 우수한 반발탄성 및,

silk-like한 촉감을 나타내기 위하여 액류감량기의 사용 비중이 높아지고 있다. 또한, 점점 까다로워지는 소비자의 품질에 대한 욕구를 만족시키고, 최종 제품에서의 고부가가치 창출을 위해 폴리에스테르 섬유를 주체로 한 신합섬과 복합사 및 다양한 소재와의 혼방사의 개발 및 이러한 소재를 적용한 제품의 생산 비중이 증가하고 있다. 이러한 소재는 구성 소재 각각의 알칼리에 대한 반응특성이 다르기 때문에 다양한 감량방법의 개발 및 응용이 필요하다. 또한 폴리에스테르 고수축사, cation 가염사, 각종 스트레치 소재 및 rayon계 섬유 등은 감량시 사용되는 강 알칼리에 의한 취화가 발생하기 쉽다. 따라서 액류감량기의 가능감량률을 감량률 5%이하의 영역까지 미세 관리하고 감량률 편차에 대한 보다 정확한 제어의 필요성이 부각되고 있다.

또한 대부분의 액류감량기는 감량후 가성소다액을 회수하여 사용하지만, 감량공정을 다품종소량생산의 추세에 맞게 개선할 경우 잦은 감량조건, 특히 가성소다 농도 변경에 따른 회수탱크의 액을 교체해야 하고, 이는 폴리에스테르 염, 가공에서 감량공정이 폐수에 가장 부하가 많이 걸리게 하는 원인이 되며, 가성소다의 배수에 의한 이종의 손실이 발생하게 된다.

이러한 환경을 만족시킬 수 있는 감량시스템에 관한 기존의 장치로는 FACTS 시스템(Fig. 1)이 사용되고 있다. 이 시스템은 감량이 진행 될수록 가성소다의 농도가 감소하는 것을 이용하여, 감량이 진행되는 동안 가성소다의 농도를 연속적으로 측정하여 자동으로 감량공정을 제어하는 시스템이다. 하지만 이 방법을 적용할 때에는 몇 가지 문제점이 발생한다.

새로운 소재를 감량할 때 적용속도가 지연되며, 이전 작업 조건에 따라 감량속도의 영향을 받으며, 또한 가성소다액의 완전회수가 불가능하다.

본 연구에서는 현장 감량가공에 적합한 가성소다 농도 측정장치를 단일 unit으로 설계 제작하여 농도계의 정밀도를 test하고, 각종 감량작업에서 농도계 단일 unit으로의 활용 가능성 및 액류감량기에 의한 폴리에스테르 감량작업에 대한 적용 시스템을 개발하였다.

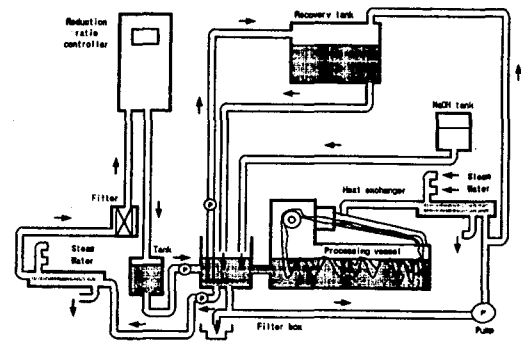


Fig. 1. Schematic diagram of the FACTS system²⁾.

2. 시스템 설계 및 실험

2.1 감량공정 분석

액류감량기에서의 폴리에스테르 감량공정을 분석하면 Fig. 2와 같다. 액류감량기에 의한 감량공정은 감량준비, 감량, sample직물 확인 및 정리의

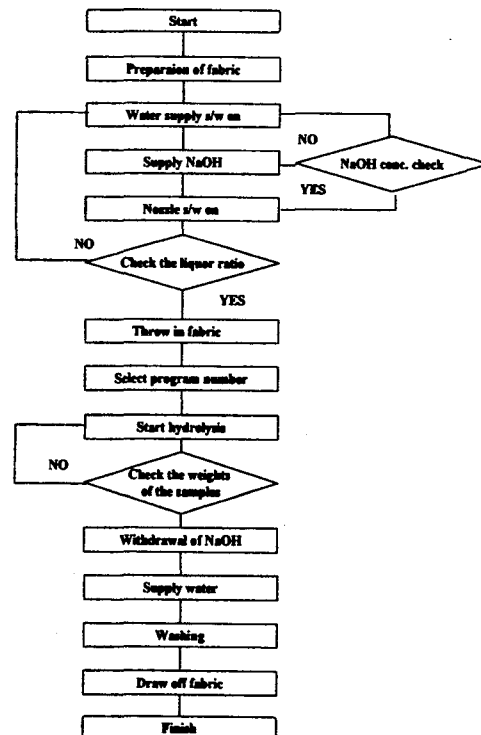


Fig. 2. Flowchart of weight reduction process.

감량공정은 준비된 원단 및 감량률 확인용 sample직물을 투입후 승온하여 감량을 시작하는 공정이다. 감량이 진행되는 동안에 주기적으로 sample직물의 중량을 확인하여, 감량률을 그래프로 나타내고 예상 종료시간을 결정하여 작업을 종료한다. 정확한 감량률로 감량을 마치기 위해서는 가성소다 농도 제어, 승온곡선의 제어, 액량 및 sample직물 중량 측정의 정확성이 필요하다.

일반적인 액류감량기는 디지털 온도 제어장치에 의해 온도 제어가 가능하며, 수동 또는 자동 액량 조절장치가 부착되어 있으며, sample직물의 중량은 digital balance로 측정을 한다. 하지만 가성소다의 농도제어에는 많은 문제점이 있다. 이전 batch 작업후 가성소다의 농도는 감소하며, 감소량은 여러가지 요인-감량횟수, 피감량직물의 양, 감량률 등-에 의한 편차가 발생한다. 실제 공정에서는 이러한 요인에 대한 작업자의 경험에 의해 다음 작업의 가성소다 추가 투입량을 결정한다. 하지만 이에 따른 감량률 및 감량시간의 편차는 제품의 태에 관한 재현성의 저하를 유발한다.

2.2 시스템 설계

가성소다 자동 농도 제어기는 농도를 측정하는 농도 측정장치(Fig. 3)와 측정된 농도에 따라 감량기에 부착된 가성소다 탱크의 농도를 제어하고 감량 전후의 작업조건에 따른 가성소다 농도와 관련한 데이터를 저장하는 기능을 수행하는 micro processor로 나누었고, 이들 장치의 액류감량기 부착 모델은 Fig. 4와 같다.

2.2.1 가성소다 농도 측정장치

농도 측정장치는 산과 알칼리의 적정반응이 일

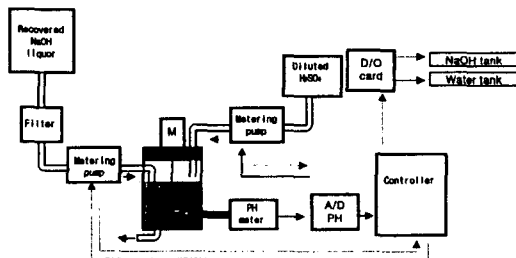


Fig. 3. Schematic diagram of the NaOH concentration measuring unit.

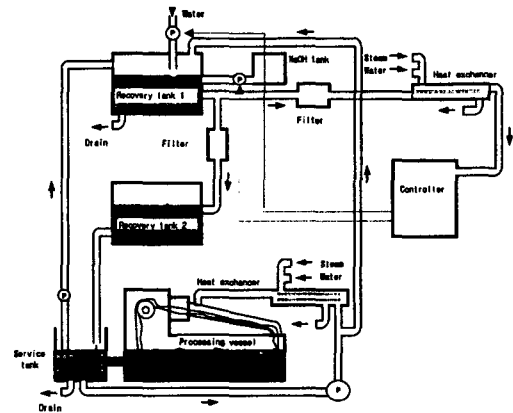


Fig. 4. Schematic diagram of the NaOH concentration control system.

어나는 bath와 metering pump를 사용해서 감량액을 일정한 양 공급하는 부분, 적정용 산을 공급하는 부분, 종말점 확인을 위한 pH 측정 부분 및 측정된 data를 환산하고 system에 제어 신호를 보내는 micro processor로 구성되어 있다.

별도 제작한 프로그램에 의해, 감량조건 및 결과의 확인 및 저장, 측정결과 data를 이용한 감량 회수액 tank의 농도제어 및 pH측정 오차의 교정이 가능하도록 하였다. 각 장치의 세부 사양은 Table 1, 2와 같이 구성되어 있다.

Table 1. Specifications of the metering pump

	Diluted NaOH supply pump	Acid supply pump
Max. extruding speed(ml/min)	300	30
Stroke speed (strokes/min)	0~114	0~300
Stroke length (mm)	6	1
Max. extruding pressure(gf/cm ²)	5	1.47
Temperature range (°C)	0~50	0~40

2.2.2 가성소다 농도 제어 시스템

농도 제어 시스템은 농도 측정장치, 제어장치 및 감량액 회수장치로 구성하였다. 감량작업 후

Table 2. Specifications of the pH measuring device

Output range	: -2.00~18.99pH(0~1999mV)
Measuring range	: 0~14.00pH(0~1999mV)
Accuracy	: ± 0.01 pH, ± 1.0 mV, ± 0.5 °C
Resolution range	: 0.01pH, 1.0mV, 0.1°C
Data transfer range	: 4~20mA(DC)

회수탱크 1로 회수된 감량액의 농도 측정 data는 제어장치인 micro processor에 전달, 자동연산 처리되어 가성소다의 농도가 확인된다. 이렇게 확인된 농도와 다음 작업을 위해 준비되어야 할 농도에 따라 가성소다 또는 물의 공급량이 결정되고, 결정된 신호는 회수탱크 1과 연결된 가성소다 원액 또는 물 공급 펌프를 작동시켜 적정농도의 감량액을 준비한다. 준비된 감량액은 회수탱크 1에 설치된 필터에 의해 걸러진 후 회수탱크 2를 거쳐 감량기에 공급된다.

2.3 적정실험

실험실에서 제작한 가성소다 농도 측정장치를 사용, 피 적정물인 감량액의 농도 및 적정을 위해 투입되는 황산의 농도에 따른 농도측정의 정확도 및 소요시간을 측정하였다.

2.3.1 측정장치

측정장치는 실험실용으로 별도 제작한 장치를 사용하였으며, micro processor와 pH meter 상호간의 통신과 반응조와 연결된 산 및 알칼리 공급용 metering pump의 제어를 위해 analogue-to-digital 및 digital output card를 사용하였다.

2.3.2 측정액

실험에 사용된 산 및 알칼리는 시약용 특급 NaOH와 황산을 사용하였으며, 종말점의 확인을 위해 페놀프탈레인 지시약을 사용하였다. 가성소다와 황산은 각각 0.5N ~ 3N의 농도를 준비하였다.

2.3.3 적정실험

준비된 용액을 농도별로 교차 사용하여 적정실험을 하고, 각각의 결과에 따른 적정곡선을 구했으며, 가성소다액의 사용액량에 따른 적정에 소요

되는 시간을 측정하였다. 또 적정에 대한 오차를 확인하기 위하여 황산액 공급 metering pump의 스트로크당 공급량을 반복 실험하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1 측정의 정확성

먼저 농도 측정장치의 측정값의 정확성을 확인하기 위하여, 농도를 알고 있는 1노르말 가성소다 용액 200ml에 1N ~ 3N 황산용액을 투입하면서 pH meter에서 주어지는 측정값을 확인하여 Fig. 5에 나타내었다. 1N 황산 용액으로 적정 후 농도를 환산한 결과 기준농도인 1N에 대해 오차한계 1% 이내의 측정결과가 구해졌으나, 3N 황산용액으로 적정 시에는 오차한계 5% 이상의 비교적 큰 오차를 나타내었다. 이는 3N 황산용액으로 측정 시에는 측정 액량의 부족으로 인해 실험에 사용된 장치의 교반봉이 충분한 교반을 할 수 없고, 반응이 급속히 일어나 종말점 검출 신호 처리의 오차에 의한 것으로 판단된다.

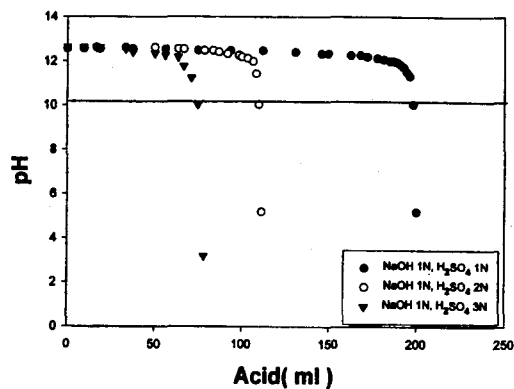


Fig. 5. Effect of acid/alkali ratio on the titration curves.

3.2 측정시간

농도 측정장치의 농도 측정에 소요되는 시간을 확인하기 위하여, 1N 가성소다액 100ml~500ml에 대해, 황산용액의 농도를 바꾸면서 실험한 결과를 Fig. 6에 나타내었다. 가성소다-황산 액비 1:1을 기준으로 할 때, 200ml 가성소다액 1N을 측정하는데 소요되는 시간은 metering 펌프의 분당 토출량

을 30ml/min으로 했을 때 6분 40초이다. 가성소다-황산 액비를 2:1로 할 경우에는 측정의 정확도는 증가하지만 200ml 가성소다 1N 측정시에 12분 40초가 소요되므로 측정시간이 2배로 증가한다.

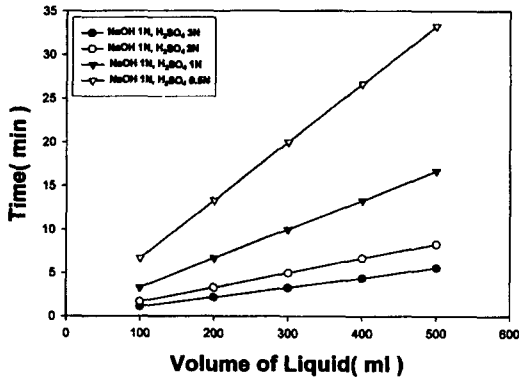


Fig. 6. Relationship between time and volume of alkali liquid.

3.3 측정장치의 오차

황산액 공급용 metering pump의 1 stroke당 토출량은 0.1ml로 최종 스트로크의 미 감지에 의한 측정의 오차는 $5 \times 10^{-4}N$ 미만으로 무시할 수 있다.

3.4 종말점 검출 pH의 설정

종말점 검출을 위한 프로그램 입력 pH값의 설정은 준비된 가성소다 용액에 페놀프탈레인 지시약을 떨어뜨린 후, 설정값을 변경하며 측정한 결과 pH meter에서의 전달값이 pH 10.4일 때 정확한 종말점의 검출이 이루어졌다.

4. 결 론

본 연구에서는 폴리에스테르 액류감량기에서의 가성소다 농도 제어를 위해 농도 측정장치 및 액류감량기 적용 시스템을 개발하였으며, 현장 적용의 전 단계로서 측정장치의 정확도, 오차 및 측정에 소요되는 시간을 확인한 결과, 측정의 정확도는 측정시 공급되는 감량액의 액량 및 acid/alkali 농도비에 의존하였다.

측정의 정확도는 감량액의 액량의 증가와 함께 증가하며, acid/alkali 농도비와 함께 증가하였다.

이러한 결과는 acid/alkali 농도비가 증가하면 적정반응이 급속히 진행되며, 측정에 사용되는 액량의 감소로 인해 교반봉에 의한 교반이 충분히 이루어지지 않았기 때문이다. 실험영역에서는 감량액의 액량이 200ml 이상, acid/alkali의 비가 1 이하일 경우 오차 1% 이내의 측정결과가 나타났다.

측정에 소요되는 시간은 감량액의 액량의 증가 및 acid/alkali 비의 증가에 따라 증가하였다.

측정장치에 사용된 적정액 공급용 metering pump의 stroke 오차에 따른 측정결과의 오차가 가성소다 농도변화에 미치는 영향은 $5 \times 10^{-4}N$ 이하이므로 측정결과에서는 무시할 수 있다.

pH meter, micro processor, 그리고 metering pump간의 신호 전달체계에서 지연시간(delaying time)이 발생하여, 종말점 검출을 위한 프로그램의 pH 설정값이 다소 이동하였으나, 이는 제어 프로그램 설정값의 조정으로 보정 가능하였다.

참고문헌

1. 김강진, 김하석, 이대운, 이원, "분석화학", 자유아카데미, p.306(1998).
2. "합성기술자료집", 한국섬유개발원, p.15(1998)
3. 김애순, 김공주, 한국섬유공학회지, 27, 95 (1990).
4. 김갑진, 한국섬유공학회지, 17, 151(1980).
5. 송석규, 김상률, 한국섬유공학회지, 20, 206 (1983).
6. 조환, 이석영, 최상화, 장두상, 한국섬유공학회지, 19, 350(1982).
7. 조환, 장두상, 이석영, 김영법, 한국섬유공학회지, 23, 451(1986)
8. 국윤환, 최창남, 한국섬유공학회지, 21, 83 (1984).
9. Melissa Davies, J Amirbayad, J. Textile Inst., 85, 376(1994)
10. J. P. Sterens, Text. Res. J., 54, 766(1984)
11. M. S. Ellison, L. D. Fisher, K. W. Alger, J.A.P.S., 27, 247(1982)
12. Camiller, M. Solbrig, S. K. Obendorf, Text. Res. J., 61, 177(1991)
13. Zhang Song, Isamu Hashimoto, 염색공업,

- 37, 598(1989)
14. 주영민, 김명균, 홍영기, 안경열, 배기서, 이정민, *한국염색가공학회지*, **8**, 308(1996)
15. 유해형, 우종범, 김우섭, 최수명, 박주철, 박영환, *한국섬유공학회지*, **30**, 171(1993)
16. 유해형, 우종범, 김우섭, 최수명, 박주철, 박영환, *한국섬유공학회지*, **30**, 224(1993)
17. 김정목, 허만우, 한명호, *한국염색가공학회지*, **5**, 421(1996)
18. 조환, 김종보, 정희천, 전병대, *한국염색가공학회지*, **7**, 123(1995)