

〈研究論文(學術)〉

BTCA에 의한 실크/면 교직물의 DP 가공 (3)  
- FT-IR 분광법에 의한 BTCA 처리 실크/면 교직물의 에스테르 가교 평가 -

<sup>1</sup>조석현 · 김 용\* · 박종준 · 이문철\*\*

한국전직연구원, \*한국섬유개발연구원, \*\*부산대학교 섬유공학과  
(2003. 4. 1. 접수/2003. 7. 14. 채택)

Durable Press Finishing of Silk/Cotton Fabrics with BTCA (3)  
- The Study of Ester Crosslinkages of Silk/Cotton Fabrics Treated  
with BTCA by FT-IR Spectroscopy -

<sup>1</sup>Seok Hyun Cho, Ryong Kim\*, Jong Jun Park, and Mun Cheul Lee\*\*

Korea Silk Research Institute, Jinju 660-904, Korea

\*Korea Textile Development Institute, Daegu, Korea

\*\*Department of Textile Engineering, Pusan National University, Pusan 609-735, Korea

(Received April 1, 2003/Accepted July 14, 2003)

**Abstract**—Fourier transform infrared spectroscopy(FT-IR) was used to characterize the intermolecular ester crosslinkages in cotton cellulose. The FT-IR data show that the band of the ester carbonyl group can be separated from overlapping carboxyl/carbonyl band by converting carboxyl group to carboxylate. When esterification occurs between a polycarboxylic acid and cotton cellulose, the carbonyl groups retained in the cotton exist in three forms; ester, carboxyl, and carboxylate anion. The FT-IR data were also correlated to the durable press rating result obtained. The appearance of BTCA-finished durable press silk/cotton fabrics were improved.

**Keywords** : BTCA, FT-IR, silk/cotton, ester crosslinkages, shrinkage

## 1. 서 론

수지가공은 1920년대에 영국에서 시작되어 비스코스레이온 직물의 방추·방축 가공에 대해 세계 최초의 특허를 얻었다. 초기에는 요소 또는 멜라민과 포름알데히드의 수용성 축합물을 섬유내부에 충전하여 섬유간 가교반응에 의해 섬유구성 측쇄와 피브릴간 슬립을 방지시켜 섬유의 치수와 형태 안정성을 부여하였다.

W&W 가공은 일반적으로 직물에 대해 가공하

지만 봉제한 후에도 형태안정을 얻기 위해서는 봉제 후 가공하는 새로운 기술인 듀어러블 프레스(DP, durable press) 가공이 필요하다. 듀어러블 프레스 가공은 섬유산업에서 면직물의 주름을 방지하기 위해 일반적으로 사용되어지고 있고, 면직물의 매끄러운 외관과 주름저항을 개선하기 위해 실시되어 왔다<sup>1,2)</sup>.

최근까지 면직물에 많이 사용되던 DMDHEU가 성능이 우수하고 경제성은 있으나, 포름알데히드가 유리됨에 따라 발암물질을 발생시켜 최근에는 DP가공에 BTCA를 이용한 가공<sup>2~9,11)</sup>에 대한 연구가 많이 진행되고 있다. 이것은 폴리카르복실산을 이용한 에스테르형 가교반응으로 섬유내부에 가공

<sup>1</sup>Corresponding author. Tel. : +82-55-761-0213 ; Fax. : +82-55-761-0215 ; e-mail : SKEHSY@lycos.co.kr

제를 침투시켜 열처리함으로써 방추성과 방축성을 부여하는 가공이다.

Yang 등<sup>3)</sup>은 산업기 적정과 FT-IR을 면직물에 적용된 BTCA의 양과 큐어링 공정 후 직물과 에스테르를 형성한 양을 결정하기 위한 정량적 분석기술로 응용하였고, 면과 반응한 BTCA의 에스테르 가교 특징을 보고하였다. 면과 BTCA 사이의 에스테르화 반응으로 섬유내 카르보닐은 3가지 형태, 즉, 분자간 에스테르 결합(intermolecular ester linkage), 카르복실(carboxyl), 카르복실기 염(carboxylate)으로 존재한다<sup>4,5)</sup>. 왜냐하면 폴리카르복실산은 3개 이상의 카르복실기를 가지고 있으므로, 한 개의 산 분자 내에 카르보닐의 3가지 형태를 모두 가지고 있을 수 있기 때문이다.

면 섬유의 BTCA에 의한 에스테르화는 두 단계로 진행된다<sup>6,10)</sup>. 먼저 첫번째 단계로 BTCA와 같은 폴리카르복실산 분자 중 2개의 카르복실기의 산무수물에 의해 환상의 산무수물 중간체가 형성되며, 두번째 단계로 에스테르를 형성하기 위한 산무수물 중간체와 셀룰로오스 사이의 반응이 일어난다. 인산염이 촉매로 사용된 경우 제시된 반응기구는 첫 번째 단계로 폴리카르복실산이 열처리에 의해 산무수물을 형성하고, 두번째 단계로 산무수물과 인산염 촉매가 반응하여 알킬아인산염을 형성함으로써 에스테르화 반응이 촉진된다. 특히, Yang<sup>6,7)</sup>은 FT-IR을 사용하여 셀룰로오스 에스테르화에 대한 환상무수물 중간체의 형성을 조사했다.

실크와 BTCA와의 반응은 주로 피브로인 측쇄의 히드록시 잔기와 아민 잔기에서 일어나며 poly-L-serine의 히드록시기가 BTCA 무수물과 반응하여 에스테르결합을 poly-L-arginine의 아민기가 BTCA 무수물과 반응하여 아마이드결합 생성을 보고하고 있다<sup>10)</sup>.

전보<sup>8)</sup>에서 실크를 실용성 있는 의복 소재로 사용하기 위해 단점 보완과 원가를 절감할 수 있는 타 섬유와의 교직을 통해 경사에 생사 21중/3합, 위사에 면사 80°S/2합 사로 제작하고, 정련 후 머서화한 시료를 사용하여 BTCA 및 각종 시약의 처리시간, 농도, 온도 및 pH에 따른 수지부착율, 방추도, 수축율, 굽힘특성 등을 검토하였다.

전보<sup>9)</sup>에서 위사에 면 머서화사 80°S/2 합사를 사용하여 실크/면 교직물의 머서화에 따른 실크의 손상을 방지하면서, 위사 밀도를 다르게 제작하여 가공 후 일록 염색이 가능한 조건을 설정하고, 물리적 특성을 검토하여 실용처리 조건을 조사하였다.

또한 BTCA로 가공한 실크/면 교직물을 HPLC에 의해 실크와 면의 두 섬유에 결합된 BTCA의 양을 정량화 하여 물리적인 특성인 방추도, 수축률, 인장강도 및 굽힘특성을 측정하였고, 처리 농도, 처리시간 및 큐어링 온도의 영향을 조사하였으며, 각각의 섬유와 BTCA가 결합되어 있는 정도를 측정하여 물성 변화와의 연관성을 검토한 바 있다.

본 연구에서는 BTCA로 가공한 실크/면 교직물을 FT-IR에 의해 에스테르결합을 확인하고, 실크의 아미노산조성 분석을 통하여 결합에 관여하는 아미노산을 조사 함으로써, 듀어러블프레스성 시험에 의해 물성변화와의 연관성을 검토하였다.

## 2. 실험

### 2.1 시료

경사 방향에 실크 정련사(21D/4합, 92올/2.54cm)를 사용하고 위사 방향에 면 머서화사(80°S/2합, 75올/2.54cm)를 사용하여 제작한 실크/면 교직물(평직, 혼용률 실크 38.7%/면 61.3%, 중량 91.2g/m<sup>2</sup>)을 시료로 사용하였다.

### 2.2 시약

BTCA(C<sub>8</sub>H<sub>10</sub>O<sub>8</sub>, butanetetracarboxylic acid, 다이셀화사, 日本), 반응촉매 NaH<sub>2</sub>PO<sub>2</sub>·H<sub>2</sub>O(sodium hypophosphite), NaOH는 모두 특급시약을 사용하였다.

### 2.3 BTCA 처리

BTCA 농도 1, 3, 5 및 7%(o.w.f.), 촉매 농도 1.0mol(vs BTCA 1mol), 즉 몰비 1.0의 처리욕에서 패딩하여 약 100% wet pick up으로 150℃~180℃에서 1, 3, 5 및 7분간 큐어링(Tenter, Matis, Switzerland)하고, 50℃의 온수와 상온의 물로 충분히 수세하여 미반응 물질을 제거한 후 100℃, 3분간 건조하였다.

### 2.4 산·알칼리 처리

적외선스펙트럼 피크에서 카르복실 카르보닐피크와 겹치는 에스테르 카르보닐 피크를 분리하기 위해 BTCA농도 5%, 180℃, 3분간 처리된 시료를 0.1M NaOH와 0.1M HCl로 상온에서 5분간 처리하고, 충분히 수세한 후 탈수하여, 50℃에서 3분간 건조하였다.

### 2.5 FT-IR분석

BTCA 처리된 시료의 경·위사를 각각 분리하

여 실상 상태에서 Diamond ATR이 부착된 FT-IR(FTS-45, BIO-RAD Digilab Division, USA)을 이용하여 분해능  $8\text{cm}^{-1}$ , 스캔횟수 16의 조건으로 측정하였다.

## 2.6 아미노산 분석

무게를 측정한 시료를 산 가수분해용 튜브에 넣고, 적당량의 6M HCl(nitrogen 2mg에 대하여 6M HCl 1ml)을 튜브에 첨가한 다음 완전 밀봉 후 약  $110^{\circ}\text{C}$ 의 오븐에서 24시간 가수분해 시켰다. 가수분해된 시료액을 여과 후 증류수를 부어  $50^{\circ}\text{C}$ 에서 감압 농축하여 염산을 완전히 휘발시키고, 완충액(pH 2.2의 sodium citrate loading buffer)에 녹여  $0.22\mu\text{m}$  필터로 거른 후 아미노산 전용분석기(Biochrom 20, Pharmacia Biotech, U.K)를 이용하여 분석하였다.

## 2.7 DP성 분석

듀어러블 프레스성은 KS K 0217법에 의해 교반형 세탁기로  $41\pm 3^{\circ}\text{C}$ 에서 정상 사이클로 12분 세탁하고, 망 건조 후 총 5회 반복 세탁하였다.

# 3. 결과 및 고찰

## 3.1 FT-IR 피크에 미치는 처리조건에의 영향

전보<sup>8)</sup>에서 실크/면 교직물을 BTCA로 수지 가공하여 수지부착율, 방추도, 굵힘특성 및 가공처리조건의 영향을 검토한 바 있다. 또한 전보<sup>9)</sup>에서는 HPLC를 이용하여 실크/면 교직물에 결합된 BTCA의 양을 정량화하여 실크에서 면보다 약 2배 많은 BTCA가 검출되었으며, 고온, 고농도에서 장시간의 처리에서 그 검출량이 증가하였음을 확인 하였다. 하지만 시료직물 상태에서 측정된 이러한 물리적인 특성은 실제로 직물상대인 시료를 구성하는 경사의 실크와 위사의 면과 반응하여 결합한 가공제의 효과뿐만 아니라 직물을 구성하는 직물조직과 밀도등의 직물구조적인 영향도 클 것으로 생각된다. 따라서, BTCA의 처리조건에 따른 가공 결합의 확인과 물리적인 특성향상과의 상호연관성을 검토하기 위해 Diamond ATR이 부착된 FT-IR은 비파괴샘플링 기술로써 KBr 평판을 만들기 위해 가루형태로 갈지 않고 시료직물의 경위사를 분리하여 실 상태에서 분석하였다. Welch<sup>11)</sup>는 셀룰로오스를 에스테르화하는 동안 산 무수물 중간체 형성을 제안하였고, Yang<sup>12)</sup>은 산처리된 면직물의 경우 직물의 표면근처와 그 내부사이 분포가 균일하

며, 적외선분광 데이터에서 면 셀룰로오스와 에스테르 가공이 가능한 것은 단지 cis-isomer라고 지적하고, BTCA 처리된 직물의 두개의 카르보닐 밴드는  $1578\text{cm}^{-1}$ 과  $1721\text{cm}^{-1}$ 에서 나타난다고 보고하였다.

Yang<sup>4,5)</sup>에 의하면 폴리카르복실산과 면 셀룰로오스 사이에 에스테르화가 일어날 때 면섬유 내에 카르보닐은 3가지 형태 즉, 에스테르, 카르복실산, 카르복시화 음이온으로 존재하고, FT-IR 데이터로부터 서로 다른 두 개의 카르보닐 피크에서 에스테르카르보닐을 분리할 수 있기 때문에 가공된 면직물의 에스테르 가공은 FT-IR분광법에 기초해서 반 양적으로 비교할 수 있다. 또한,  $1725\text{cm}^{-1}$  피크는 가공된 면직물의 전체 에스테르기 양을 나타내는데, 면 셀룰로오스와 단일 결합된 산분자 사이의 에스테르기와 면 셀룰로오스분자와 가공하고 있는 에스테르기를 포함하고 있다. 따라서  $1725\text{cm}^{-1}$  단독피크는 에스테르가공의 정도를 나타내지는 못한다. 처리된 직물이 묽은 NaOH 용액으로 처리되면 직물내에 카르복실은 카르복실레이트로 전환된다.<sup>1,5,12,13)</sup> 결국 직물의 IR 스펙트럼내 에스테르 카르보닐의 피크는  $1725\text{cm}^{-1}$ 에서 에스테르 카르보닐피크와 중첩된 카르복실 카르보닐 피크에서 분리된다.

Yang<sup>7)</sup>은 형성된 에스테르의 양을 결정하기 위한 반정량적인 방법으로써 카르보닐 피크강도비(에스테르/카르복실레이트)를 사용했다. Choi<sup>13)</sup>는 BTCA 처리된 직물들의 에스테르화 정도를 조사하기 위해 NaOH 처리한 샘플의  $1730\text{cm}^{-1}$  카르보닐 피크 높이와 HCl 처리한 시료의  $1730\text{cm}^{-1}$  카르보닐 피크 높이 사이의 비를 계산하였다.

### 3.2.1 처리농도의 영향

Fig. 1은 실크/면 교직물에 BTCA 농도를 1, 3, 5, 7%로 처리하고  $180^{\circ}\text{C}$ , 3분간 큐어링하여, 처리된 직물을 경위사로 분리하고 적외선 분광 분석한 것으로, 미처리 시료에서는 나타나지 않던 카르보닐 피크가 1%의 낮은 농도에서도 면은  $1724\text{cm}^{-1}$ 에서, 실크는  $1726\text{cm}^{-1}$ 에서 나타나 가공결합이 생성되었음을 보였으며, 농도 증가에 따라 그 피크강도가 증가하였다. 특히 면의 경우 피크강도가 뚜렷하게 증가했으나 실크의 경우에는 피크강도의 증가가 크지 않았다.

### 3.2.2 처리시간의 영향

Fig. 2는 실크/면 교직물을 5%의 BTCA로 처리

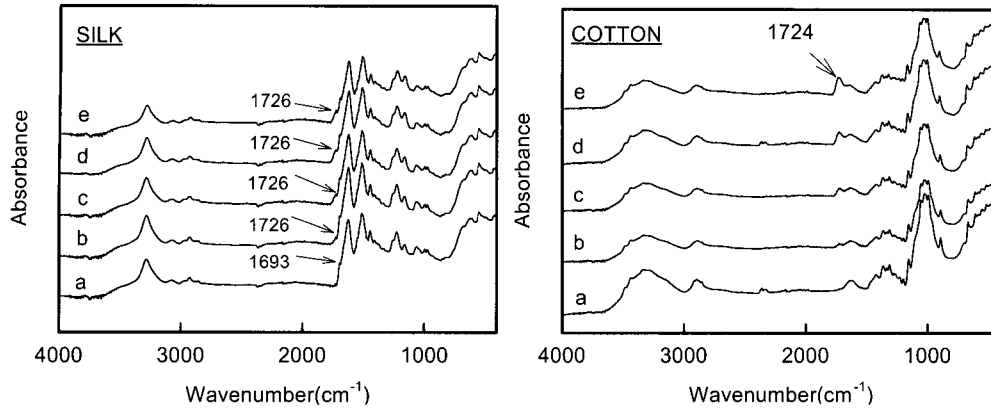


Fig. 1. Infrared spectra of silk/cotton fabrics treated with BTCA as function of concentration. a : blank, b : 1%, c : 3%, d : 5%, e : 7% (curing temp./time : 180°C/3min)

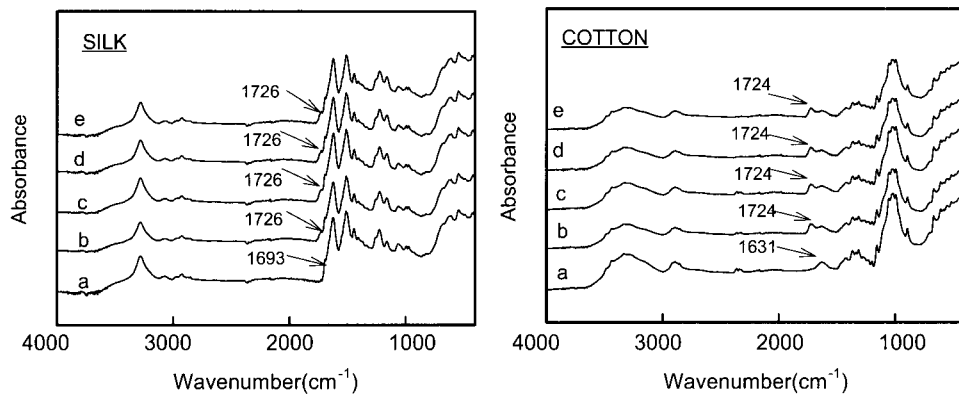


Fig. 2. Infrared spectra of silk/cotton fabrics treated with BTCA as function of curing times. a : blank, b : 1min, c : 3min, d : 5min, e : 7min. (BTCA conc./curing temp. : 5%/180°C)

하고 180°C에서 1, 3, 5, 7분간 큐어링한 다음 처리된 직물을 경위사로 분리하여 적외선 분광분석한 것으로 미처리 시료의 경우 나타나지 않았던 카르보닐피크가 면은 1724cm<sup>-1</sup> 피크에서, 실크는 1726cm<sup>-1</sup> 피크에서 나타나 가교 결합이 일어났지만, 면과 실크 모두 큐어링 시간이 증가 하더라도 피크강도의 변화가 거의 없었다.

### 3.2.3 처리온도의 영향

Fig. 3은 실크/면 교직물에 5% BTCA로 처리하고, 150, 160, 170, 180°C로 3분간 큐어링한 다음 처리된 직물을 경위사로 분리하여 적외선 분광분석을 한 것으로 미처리 시료에서는 나타나지 않던 카르보닐 피크가 면은 1724cm<sup>-1</sup>에서, 실크는 1726cm<sup>-1</sup>에서 나타나 가교 결합이 일어났음을 확인할 수 있었다. 실크의 경우 150°C로 처리하더라

도 미처리에 비해 1726cm<sup>-1</sup>에서 확실한 피크가 나타나고 온도 증가에 따라 약간씩 증가하는 경향을 보였으나 170°C 이후에는 큰 변화가 보이지 않았고, 면의 경우 온도 증가에 따라 거의 변화하지 않았다.

### 3.2.4 산·알카리 처리의 영향

Fig. 4는 실크/면 교직물에 BTCA를 5%농도로 처리하여 180°C에서 3분간 큐어링한 직물을 상온에서 각각 5분간 0.1M NaOH 수용액과 0.1M HCl로 처리한 후 실크와 면으로 분리하여 적외선으로 분광분석한 것으로 면의 경우 1578cm<sup>-1</sup> 피크강도는 증가하고, 1721cm<sup>-1</sup> 강도는 감소하였다.

처리직물을 상온에서 5분간 0.1M NaOH 수용액으로 처리하면 산을 카르복실화 음이온으로 전환시켜 1578cm<sup>-1</sup> 피크 강도는 증가하고, 1721cm<sup>-1</sup> 강

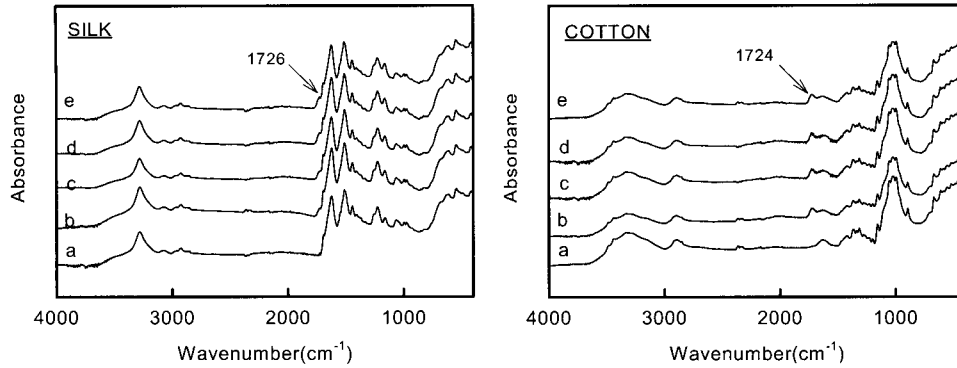


Fig. 3. Infrared spectra of silk/cotton fabrics treated with BTCA as function of curing temperatures. a : blank, b : 150°C, c : 160°C, d : 170°C, e : 180°C (BTCA conc./curing time : 5%/3min)

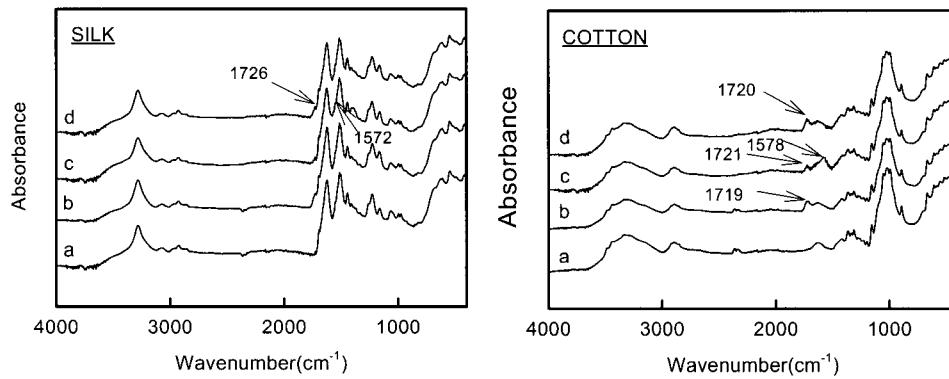
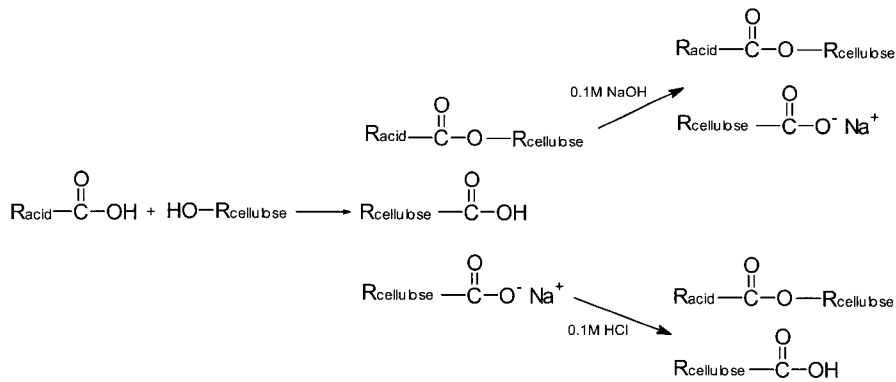


Fig. 4. Infrared spectra of silk/cotton fabrics treated with BTCA. a : blank, b : untreated, c : treated in a 0.1M NaOH solution, d : treated in a 0.1M HCl solution. (BTCA conc./temp./time : 5% 180°C 3min)



Scheme 1. Summarization of reactions for silk/ cotton fabrics were treated with 0.1M NaOH, 0.1M HCl aqueous solution<sup>11)</sup>.

도는 감소하며, 0.1M HCl 수용액으로 상온에서 5 분 동안 처리하면 1578cm<sup>-1</sup>의 피크는 사라진다. 즉 1578cm<sup>-1</sup> 피크는 카르복실화 음이온의 카르보닐에

의한 것이고, 1721cm<sup>-1</sup> 피크에서 카르복실산과 에스테르의 카르보닐이 중첩되었다는 결론을 얻을 수 있다.

HCl 용액처리는 카르복실화 음이온을 산으로 전환시킨다. 이결과 1578cm<sup>-1</sup> 피크는 완전히 사라지고, 반면 1721cm<sup>-1</sup>의 피크는 증가하게 된다. 그 반응을 요약하면 아래 이 Scheme 1과 같다.

실크의 경우 0.1 M NaOH 수용액으로 처리했을 경우 1572cm<sup>-1</sup>에 shoulder가 생겨 카르복실화 음이온으로 전환된 것을 알 수 있고, 0.1M HCl수용액으로 처리했을 때는 카르복실화 음이온을 산으로 전환시킨다. 이것은 전보<sup>9)</sup>의 HPLC를 이용하여 실크/면 교직물에 결합된 BTCA의 양을 검량선을 이용하여 정량화한 데이터를 보면, 에스테르 가교결합된 시료를 NaOH를 이용하여 비누화반응을 하여 카르복실화 음이온의 형태로 검출한 것을 잘 설명하고 있다.

BTCA처리욕내의 pH는 촉매의 화학적 형태뿐만 아니라 BTCA의 화학적 형태를 결정하고, 가교제로써 결합된 BTCA분자의 효과와 시료내 형성된 에스테르가교의 양에 중요한 영향을 주므로 에스테르 가교는 pH에 의존하는 것을 알수 있었다.

### 3.2 실크의 아미노산 조성

Table 1은 미처리 및 BTCA 처리된 실크/면 교직물에서 실크를 분리하여 아미노산 조성을 나타낸 것으로 BTCA처리 이후 아미노산 조성이 감소

**Table 1.** Amino acid composition of silk among the silk/cotton fabrics treated with BTCA

Amino acid	Composition (mole %)	
	Untreated	Treated
Aspartic acid	1.03	1.02
Threonine	0.54	0.58
Serine	10.92	6.67
Glutamic acid	0.73	0.73
Proline	0.24	0.33
Glycine	46.69	51.36
Alanine	34.16	33.75
Cystine	0.10	0.12
Valine	1.21	1.21
Methionine	0.06	0.10
Isoleucine	0.35	0.38
Leucine	0.27	0.30
Tyrosine	2.77	2.63
Phenylalanine	0.37	0.35
Histidine	0.11	0.12
Lysine	0.19	0.10
Arginine	0.25	0.24

BTCA conc./ temp./ time : 5%/ 180°C/ 3min.

하였다는 것은 BTCA와 반응하였다는 것을 나타내며, 미처리시료의 아미노산 조성비와 비교하여 감소된 비율을 보면, 히드록시기를 가진 serine과 아미노기를 가진 lysine에서 큰 변화를 보이고 있다. 따라서, 미처리 FT-IR에서 나타나지 않던 1726cm<sup>-1</sup> 피크가 BTCA의 무수물이 실크 피브로인 측쇄의 히드록시 잔기 및 아미노 잔기와 반응하여 에스테르결합을 형성했음을 확인 할 수 있었다.

### 3.3 듀어러블 프레스성

Table 2는 BTCA 처리한 실크/면 교직물의 듀어러블 프레스성을 나타낸 것으로 DP성은 반복세탁 후 길모양을 평가하는 시험방법으로 BTCA의 농도, 큐어링 시간, 큐어링 온도가 증가함에 따라 처리시료에서는 2.5급으로 미처리시료의 1.4급보다 약 1급 이상 높게 나타났다. 따라서 방추성이 향상되었고, FT-IR의 결과와도 일치하는 경향을 보였다.

**Table 2.** The Rating of durable press for silk/cotton fabrics treated with BTCA at various treating conditions

Treating condition	Durable Press(rating)	
Blank	1.4	
	1	2.1
	3	2.4
	5	2.6
	7	2.8
	1	2.2
	3	2.6
	5	2.6
	7	2.6
	150	2.1
	160	2.3
	170	2.4
	180	2.6

<sup>1)</sup> Curing time/temp. : 3min/180°C

<sup>2)</sup> BTCA conc./curing temp. : 5%/180°C

<sup>3)</sup> BTCA conc./curing time : 5%/3min

## 4. 결 론

실크/면 교직물에 방추성과 방축성을 부여하기 위해 BTCA로 처리하여 실크와 면을 각각 분리한 후 FT-IR과 아미노산조성 분석을 하고, 실크/면 교직물의 듀어러블프레스성을 측정된 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 실크의 경우  $1726\text{cm}^{-1}$  부근의 카르보닐기 피크로 가교결합을 확인할 수 있었고, 피크강도는 BTCA 처리농도의 증가와 큐어링 온도가 높아짐에 따라 피크 강도가 커졌으며, 큐어링 시간은 큰 변화를 주지 않았다.
2. 면의 경우  $1724\text{cm}^{-1}$  부근의 카르보닐기 피크로 가교결합을 확인할 수 있었고, 피크강도는 BTCA 처리농도가 증가할수록 피크 강도가 커졌으며, 큐어링 온도와 큐어링 시간은 큰 변화를 주지 않았다.
3. BTCA 처리한 시료를 NaOH로 처리한 결과 카르보닐기 피크가 실크에서는  $1721\text{cm}^{-1}$ 과  $1578\text{cm}^{-1}$ 로 분리되었고, 면에서는  $1726\text{cm}^{-1}$ 과  $1578\text{cm}^{-1}$ 로 분리되어 에스테르의 카르보닐 피크와 카르복실화 음이온의 카르보닐 피크가 중첩되어 나타났으나, HCl로 처리한 결과 별다른 변화가 나타나지 않았다.
4. 히드록시기를 가진 serine과 아미노기를 가진 lysine의 경우 실크 아미노산 조성이 감소하여 결합에 관여하는 아미노산이 serine과 lysine임을 알 수 있었다.
5. BTCA 처리한 실크/면 교직물의 듀어러블 프레스성은 BTCA의 농도, 큐어링 시간 및 큐어링온도의 증가에 따라 미처리보다 높게 나타났고 IR 분석결과와 일치하였다.
6. BTCA를 1%의 낮은 농도에서도 가교결합을 확인할 수 있었으나, 처리조건을 달리하였을 때 항상 직선적인 향상을 보이지는 않은 것은 직물조직과 밀도등 직물구조적인 영향인 것으로 생각된다.

### 참고문헌

1. W. Wei and C. Q. Yang, Predicting the Performance of Durable Press Finished Cotton Fabric with Infrared Spectroscopy, *Textile Res. J.*, **69**, 145~151(1999).
2. H. Petersen, The Chemistry of Crease-Resistant Crosslinking Agent, *Rev. Prog. Color.* **17**, 7~22(1987).
3. C. Q. Yang and G. D. Bakshi, Quantitative Analysis of the Nonformaldehyde Durable Press Finish on Cotton Fabric: Acid-Base Titration and Infrared Spectroscopy, *Textile Res. J.*, **66**, 377~384(1996).
4. C. Q. Yang and B. A. Kottes Andrews, Infrared Spectroscopic Studies of the Nonformaldehyde Durable Press Finishing of Cotton Fabrics by Use of Polycarboxylic Acids, *J. Appl. Polym. Sci.*, **43**, 1609~1616(1991).
5. C. Q. Yang, Characterizing Ester Crosslinkages in Cotton Cellulose with FT-IR Photoacoustic Spectroscopy, *Textile Res. J.*, **61**, 298~305(1991).
6. C. Q. Yang, Effect of pH on Nonformaldehyde Durable Press Finishing of Cotton Fabric: FT-IR Spectroscopy Study, Part II: Formation of the Anhydride Intermediate, *Textile Res. J.*, **63**, 706~711(1993).
7. C. Q. Yang, Infrared Spectroscopy Studies of the Cyclic Anhydride as the Intermediate for the Ester Crosslinking of Cotton Cellulose by Polycarboxylic Acid, I: Identification of the Cyclic Anhydride Intermediate, *J. Polym. Sci. Polym. Chem. Ed.*, **31**, 1187(1993).
8. S. H. Cho and M. C. Lee, Durable Press Finishing of Silk/Cotton Fabrics with BTCA(1), -Effect of Treating Conditions on Physical Properties-, *J. Kor. Soc. Dyers & Finishers*, **14**, 43~50(2002).
9. S. H. Cho and M. C. Lee, Durable Press Finishing of Silk/Cotton Fabrics with BTCA(2), -The Evaluation of Physical Properties of Silk/Cotton Fabrics Treated with BTCA by HPLC Analysis-, *J. Kor. Soc. Dyers & Finishers*, **14**, 155~161(2002).
10. M. Tsukata and H. Shiozaki, Chemical and Property Modification of Silk with Dibasic Acid Anhydrides, *J. Appl. Polym. Sci.*, **37**, 2637~2644(1989).
11. C. M. Welch, Tetracarboxylic Acids as Formaldehyde-Free Durable Press Finishing Agent, Part I: Catalyst, Additive, and Durability Studies, *Textile Res. J.*, **58**, 480~486(1988).
12. C. Q. Yang, FT-IR Spectroscopy Study of the Ester Crosslinking Mechanism of Cotton Cellulose, *Textile Res. J.*, **61**, 433~440(1991).
13. H. M. Choi, C. M. Welch and N. M. Moris, Nonphosphorus Catalysts for Formaldehyde-Free DP Finishing of Cotton with 1,2,3,4-Butanetetracarboxylic Acid, Part II: Sodium Salts of Fumaric, Maleic, and Itaconic Acids, *Textile Res. J.*, **64**, 501~507(1994).