

초임계 유체 염색용 염료에 따른 Nylon 섬유의 염색 특성 (1) : C.I. Disperse Red 167, C.I. Disperse Violet 93 Azo계 염료

Dyeability of Nylon Fabrics with Dyestuff for Supercritical Fluid Dyeing (1) : C.I. Disperse Red 167, C.I. Disperse Violet 93

*Corresponding author

Hyunseuk Choi
(span17@dyetec.or.kr)

최현석*, 박신¹, 김태영¹
DYETEC연구원, ¹㈜대주기계

Hyunseuk Choi*, Shin Park¹ and Taeyoung Kim¹
Korea Dyeing and Finishing Technology Institute, Daegu, Korea
¹Daejoo Machinery, Daegu, Korea

Received_July 08, 2020
Revised_August 24, 2020
Accepted_November 23, 2020

Abstract In this study, the dyeing characteristics of nylon fabric which is dyed with supercritical fluid were investigated. There were two dyes used in the dyeing experiment: C.I. Disperse Red 167 and C.I. Disperse Violet 93. Dyeing temperature, pressure, and leveling time were fixed at 110°C, 250bar, 60minutes, and the experiment was conducted with dyeing concentration of 0.1, 0.3, 0.5, and 0.85% o.w.f. The analysis of the experimental results was found out through the measurement of washing fastness and color coordinate. In addition, the calibration curve of each dye was drawn up and the amount of remaining dye was checked by measuring the absorbance of the residual dye. As a result of color difference measurement, as the concentration increased, the L* value decreased and the K/S value increased. However, the increase in K/S value compared to the amount of input decreased as the concentration increased. The comparative experiment on the amount of residual dye(C.I. Disperse Red 167) in the pot showed that 99.14% of the amount was dyed at the concentration of 0.1% o.w.f, while it rapidly decreased to 77% at 0.85% o.w.f. C.I. Disperse Violet 93 dye also decreased from 0.5% o.w.f to 93.91%. In the washing fastness experiment of both dyes, the level of washing fastness began to decrease from samples dyed at 0.5% o.w.f. It may be because the simply absorbed dye was produced instead of completely being fixed in the amorphous region of the nylon fiber.

Textile Coloration and Finishing
TCF 32-4/2020-12/217-225
© 2020 The Korean Society of
Dyers and Finishers

Keywords supercritical fluid, dyeing concentration, dyeability, azo dye, leveling

1. 서 론

초임계유체란 임계 온도 및 압력 이상에서 존재하는 상태로 점성과 표면장력이 매우 낮아 확산성과 침투력이 우수하여 다양한 분야에 효과적으로 이용할 수 있다^{1,2)}. 초임계유체는 액체

에 가까운 밀도를 가지므로 액체용매와 유사한 크기의 용해력을 가지며, 고온, 고압이 될수록 용해력이 현저히 증가하는 특징이 있다. 초임계유체의 중요 특성인 밀도, 점도, 유전율 등의 물성은 온도와 압력을 매개변수로 하여 연속적으로 제어가 가능하므로 다양한 산업 분야에 응용되고 있다. 현재 참기름 추출분야, 초임계 염색, 목재방부제 함침, 약물 입자 제조, Dry

Cleaner 등에 이용되고 있으며, 이 중에서 이산화탄소를 이용한 초임계 유체 염색 기술이 대두되었고 다양한 연구들이 진행되고 있다¹⁻¹²⁾. 초임계 이산화탄소는 상온/상압 상태에서 기체 상태로 존재하는 특징을 가지고 있으며, 인체에 무해하고 화학적으로 안정하고 온도와 압력의 임계점이 낮아 섬유의 염색에 적용이 가능하다.

초임계 유체 염색 기술은 임계온도, 임계압력 이상의 영역에서 존재하는 초임계 유체를 용매로 사용하는 염색 기술로서, 기존 염색방법과는 전혀 다른 새로운 개념의 염색기술이다. 물을 사용하지 않기 때문에 염색 후, 섬유의 건조 공정이 필요하지 않으며, 용매로 사용하는 초임계 유체의 비열이 낮아 에너지 소비량을 절감할 수 있으므로 물뿐만 아니라, 염색에 소비되는 에너지를 크게 절약할 수 있는 염색기술로 알려져 있다. 또한 염색과정 중에 염료 이외의 분산제나 계면활성제와 같은 염색 첨가제를 필요로 하지 않으며, 용매로 사용하는 이산화탄소도 95%이상 회수 가능하기 때문에 기존 염색공정의 최대 문제점인 폐수를 발생시키지 않고 염색할 수 있는 청정 염색법이다. 초임계 유체는 높은 확산성과 용해도를 가지면서, 낮은 점성과 표면장력을 갖기 때문에 투과력이 매우 좋다. 특히, 이산화탄소는 무극성 분자로 분산염료를 녹이는데 용이하기 때문에 초임계 염색공정에 적용하기 좋은 유체로 알려져 있다^{13,14)}. 초임계 유체 염색 또한 수계 염색과 같이 팽윤된 섬유에 염료가 초임계 이산화탄소에 실려 섬유조직 내부로 침투하여 비결정영역과 결합하고, 용매인 초임계 이산화탄소가 빠져 나온 뒤 온도가 낮아지면 팽윤현상이 소멸되고 염료가 섬유조직 내부에 갇히면서 염색이 이루어진다. 이 때 사용한 이산화탄소는 저장조로 회수되어 재사용 할 수 있는 것이 특징이다¹⁵⁾. 이는 물을 전혀 사용하지 않고 이산화탄소는 회수하여 재사용하게 되므로 매우 친환경적인 염색 공법이라 이야기 할 수 있다.

초임계 유체 염색 기술은 1993년 독일의 Schollmeyer 교수팀에 의해 제안된 이후 1996년 독일 Udhe社에서 Ciba社와의 공동연구를 통해 Pilot Scale의 초임계 염색기가 개발된 것이 시초이다^{13,14)}. 이후 고압기술에 강점이 있던 미국, 일본에서 초임계 염색에 대한 연구가 이루어졌지만, 상용 염색기는 구성에 필요한 고압기기의 높은 가격으로 인해 경제성의 이유로 기술

개발 속도가 늦어지게 되었다.

그러나 고압기기 제작기술의 발전과 환경문제에 대한 높은 관심으로 2012년에 네덜란드 'DyeCoo社'에서 연구용이 아닌 상업용 초임계 유체 염색기가 처음으로 개발되었다. 그 뒤 나이기, 아디다스와 같은 글로벌 브랜드에서 초임계 염색 기술을 적용한 제품이 출시되면서 다시 주목받게 되었다¹⁵⁻²²⁾.

근래에 들어 국내에서도 초임계 염색 기술을 적용하기 위한 학술적인 연구가 기업, 학교와 연구기관을 통해 진행되었고, 1990년 대 말에서 2000년 대 초에 들어서면서 실험용 Pilot Scale의 초임계 염색설비가 개발된 이후 상용화를 위한 후속연구 진행이 정체되었다²³⁾. 현재까지 초임계 염색에서는 PET 섬유용 염료만 상용화되어 있어 PET 섬유만 염색이 가능하고 Nylon 섬유용 염료는 기초연구단계에 있어 균염성이나 견뢰도에 문제가 있었다.

본 연구에서는 이러한 초임계 Nylon 염색의 한계점을 극복하기 위하여 아크로마코리아(주)에서 개발한 Nylon용 염료를 사용하여 실험을 진행하였고, Lab. Scale 초임계 염색기를 사용하여 Nylon 섬유를 염색하였으며, 염료 농도에 따른 염색특성을 분석하였다. Lab. Scale 염색기는 (주)대주기계에서 개발한 설비를 사용하였다.

2. 실험

2.1 시료 및 설비

이산화탄소(이물질 및 용매 이외의 기체로 인한 불안정성을 최소화하기 위해 순도 99.9%)를 초임계 유체 염색 용매로 사용하였으며, 정련이 된 Nylon Double Knit 시료 7g을 사용하였고, 염료는 아조계의 C.I. Disperse Red 167(초임계 염색용)과 C.I. Disperse Violet 93(초임계 염색용)을 아크로마코리아(주)로부터 제공받아 사용하였고, 특성은 Table 1과 같다.

Figure 1에 사용한 염료의 구조식을 나타내었다. 본 연구에 사용된 염료는 아크로마코리아(주)에서 기존 수계염색에서 사용하는 염료와 달리 계면활성제, 분산제를 제외하고 순수한 염료만 합성하여 제공받았다. 사용 설비는 (주)대주기계에서 개발된

Table 1. Characteristics of fabrics and dyestuff and equipment

Fabric sample	Nylon 6 140D Double knit (30", 22G, 84F, Wale 30/inch×Course 45/inch, B/O)
Dyestuff	C.I. Disperse Red 167 0.1%, 0.3%, 0.5%, 0.85% o.w.f (Archroma Korea) C.I. Disperse Violet 93 0.1%, 0.3%, 0.5%, 0.85% o.w.f (Archroma Korea)
Equipment	Supercritical Fluid Lab. Dyeing Machine (Pot volume 200mL, Deajoo Machinery)

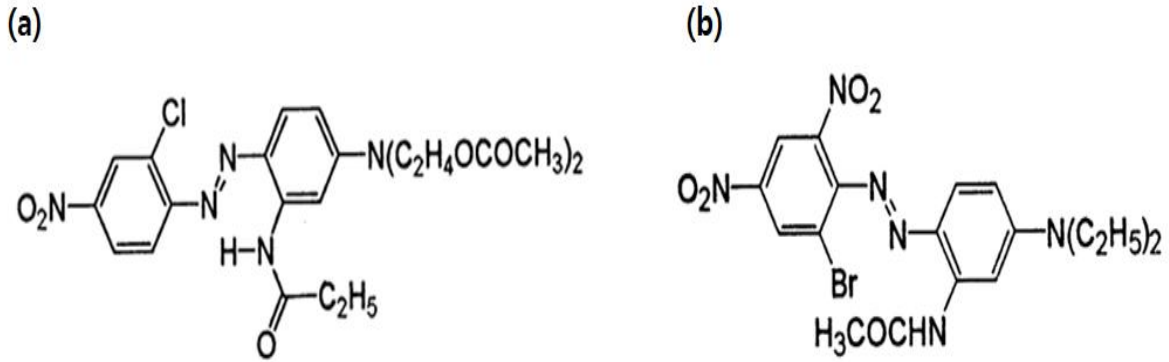


Figure 1. Chemical structure of dyestuff; (a) C.I. Disperse Red 167 and (b) C.I. Disperse Violet 93.

4-pot, oil-bath type의 초임계 Lab. Dyeing Machine을 사용하였다.

2.2 초임계 염색 실험

2.2.1 사용 염료의 용해도

Nylon 염색용 염료를 개발한 아크로마코리아(주)부터 전달받은 염료의 용해도는 C.I. Disperse Red 167의 경우 78ppm이었고, C.I. Disperse Violet 93의 경우는 24ppm인 것을 확인하였다.

2.2.2 이산화탄소 주입량

염색 실험의 이산화탄소 Gas 주입은 NTIS Isothermal Data에서 온도(120°C), 압력(250bar)에 따른 밀도(0.5g/ml)를 확인하여 주입하였으며, Pot 부피에서 Beam과 구슬 부피, 원단 시료 무게, 면 원단 무게를 빼고 거기에 이산화탄소의 밀도(NTIS Isothermal Data)를 곱하여 계산하였다. 이때, Beam과 쇠구슬의 부피는 메스실린더로 측정하였다.

2.2.3 염색 Pot의 냉각

염색 진행 시, 이산화탄소 Gas 주입 전 유체의 흐름에 따라 이산화탄소 Gas가 원활히 주입될 수 있도록 Pot를 -15°C에서

10min간 냉각시킨 후 Gas를 주입하였다.

2.2.4 염색 조건

염색실험의 온도와 압력조건을 결정하기 위해 관련 문헌을 참고하였다¹⁶⁻¹⁸⁾. 문헌에 따르면, 초임계 이산화탄소 상태에서 염료의 용해도는 온도와 압력의 증가에 따라 높아지며, 고온 고압으로 갈수록 용해도가 급격히 증가하는 경향성을 나타내었다. 하지만 Nylon 섬유의 열적 특성이 약하므로 PET보다 낮은 온도에서 염색을 진행하는 것을 알 수 있었다. 이를 고려하여 Nylon 섬유는 110°C, 230bar, 60~100min을 표준 염색조건으로 하고 있었다¹⁸⁾.

따라서 본 연구에서도 이들의 연구결과를 참고하여 110°C, 230bar, 60min을 기준 염색조건으로 삼았다. 또한 염색 실험 시에 시료를 Beam에 감아서 진행하고 염료의 원활한 용해를 위해 쇠구슬 5개를 사용하였고, 시료의 손상을 방지하기 위하여 시료 위해 면 원단을 감아서 실험을 진행하였는데 면 원단의 무게는 5.2g을 사용하였다. 본 연구의 실험조건을 종합해보면 Table 2와 같다.

2.2.5 색측정

실험결과와 분석은 세탁견뢰도 및 색차 측정을 통해 이루어졌으며, 세탁견뢰도 실험은 Laund-o-meter(Taelim A&C,

Table 2. Conditions of dyeing for nylon fabrics with supercritical fluid

Pot volume (mL)	Beam/Ball volume (mL)	Nylon sample weight (g)	Warp cotton weight (g)	CO ₂ Density (g/mL)	CO ₂ Amount of injection (g)	Temperature (°C)	Pressure (bar)
200	20	7	5.2	0.50	83.9	110	230

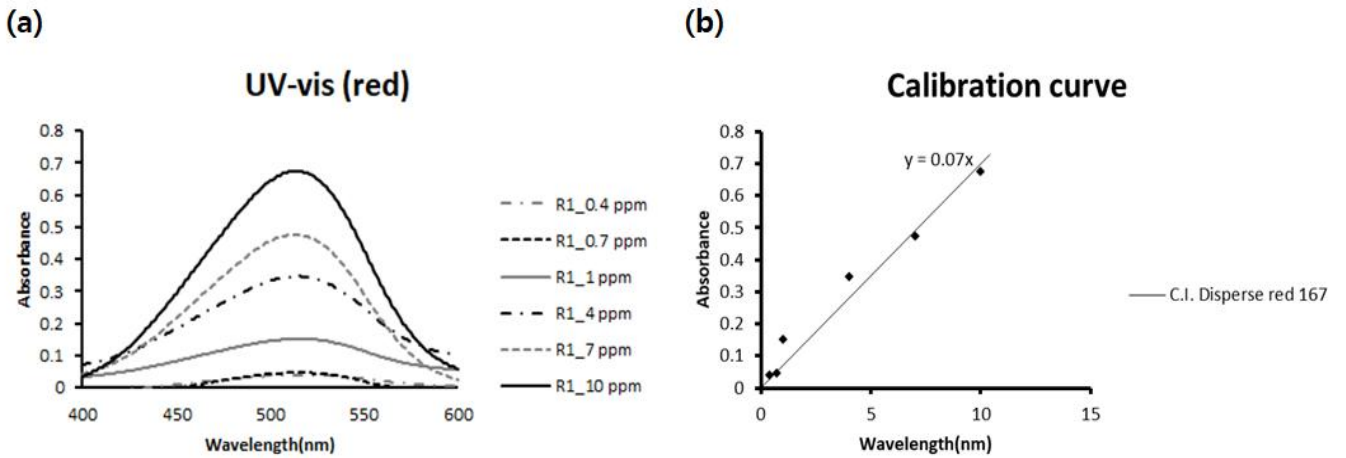


Figure 2. UV-vis absorption spectra and calibration curve at different concentrations of dyestuff(C.I. Disperse Red 167); (a) absorbance and (b) calibration curve.

Korea), 측색기는 X-Rite Ci7600(X-Rite, USA)를 사용하였다. 색차의 경우는 염료 농도별 색차(D65광원)를 확인하고 농도 변화에 따라 색상 변화가 어떻게 나타나는지 명도지수 L^* 값과 K/S 값을 이용하여 분석하였으며, K/S 값의 경우는 λ_{max} (500 ~ 600nm)에서 표면반사율을 측정하여 다음의 Kubelka Munk 식(1)에 의해 산출하였다.

$$K/S = \frac{(1 - R)^2}{2R} \quad (1)$$

where,

- R : Reflectance
- K : Absorption coefficient
- S : Scattering coefficient

측색의 샘플 크기는 19cm×15cm로 사용하였으며, 기준은 샘플의 중앙값으로 하였고 이를 염료 농도별로 비교하였다. 샘플은 수세를 진행하지 않고 측색하였다. 또한 염료의 농도에 따른 잔류 염료 량 확인을 위해 염료별로 검량선을 작성한 후, 잔류의 흡광도를 통하여 남아있는 염료 량을 확인 하였다. 검량선은 염료별 농도를 6 point(0.4, 0.7, 1, 4, 7, 10 ppm)로 하였으며, UV-vis를 이용하여 흡광도를 측정 후, 검량선을 작성하였다.

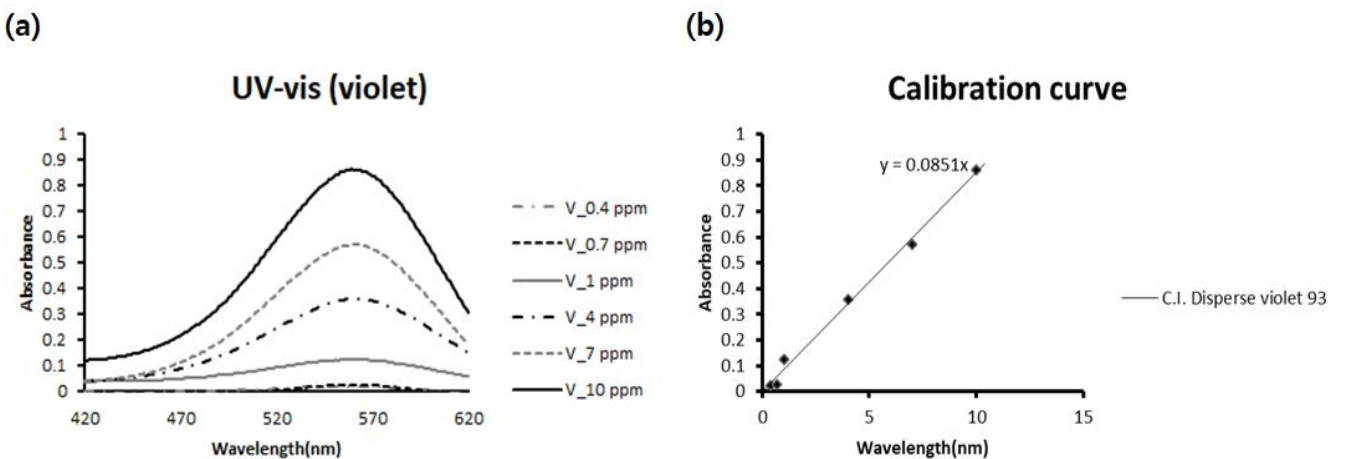


Figure 3. UV-vis absorption spectra and calibration curve at different concentrations of dyestuff(C.I. Disperse Violet 93); (a) absorbance and (b) calibration curve.

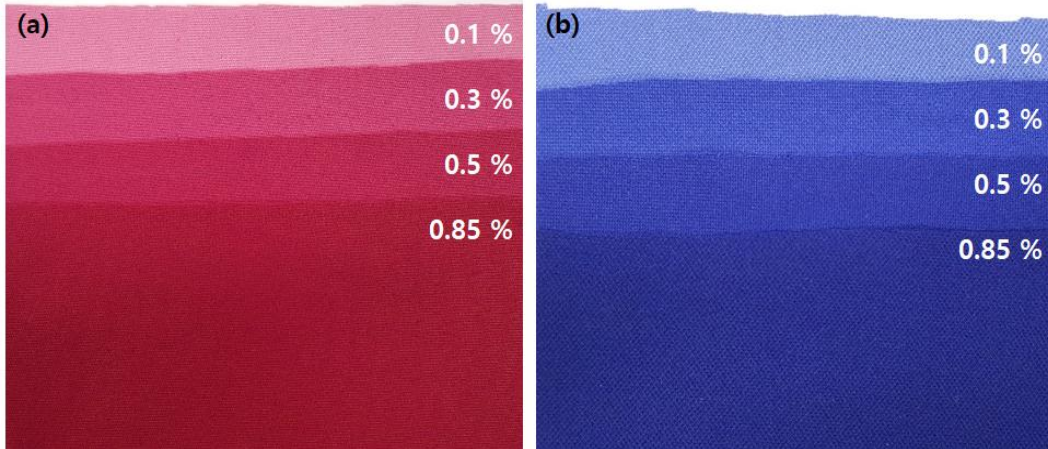


Figure 4. Sample of nylon fabric by different concentration; (a) C.I. Disperse Red 167 and (b) C.I. Disperse Violet 93.

2.2.6 세탁견뢰도 측정

세탁견뢰도는 Launder-O-meter(Taelim A&C, Korea)를 사용하여 KS K ISO 105-C06(40±2°C, 30min, 0.5% ISO Soap)에 의거하여 측정하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1 염료별 검량선 작성

본 연구에서 염색 실험을 진행하기 전에 염색 후 남아있는 염료 량을 확인 비교하기 위하여 먼저 검량선을 작성하였다. 검량선 작성을 위하여 염료별 농도를 0.4, 0.7, 1, 4, 7, 10 ppm의 6 point로 하여 흡광도를 측정 하였으며, 흡광도는 UV-vis(Genesys 180, ThermoFisher Scientific, USA)

로 측정하였다. 측정된 흡광도에서 최대 흡광도를 기준으로 추세선을 통하여 검량선을 작성하였다.

C.I. Disperse Red 167의 농도별 흡광도 및 검량선은 Figure 2에 나타내었으며, C.I. Disperse Violet 93의 농도별 흡광도 및 검량선은 Figure 3에 나타내었다. 그림과 같이 검량선 작성을 위한 UV-vis 결과를 보면 예측과 같게 두 염료 모두 시료의 염료 농도가 증가함에 따라 흡광도도 같이 증가하는 것을 확인할 수 있었다.

3.2 염료 농도에 따른 염색특성

농도별 염색 실험은 염료 농도를 0.1, 0.3, 0.5, 0.85% o.w.f 로 각각 다르게 하고 온도와 압력은 각 110°C, 230bar로 동일하게 하여 진행하였다. 염색을 진행한 시료를 색차와 잔류 염료량, 세탁견뢰도를 분석하여 농도에 따라 염색 특성이 어떻게 변화하는지를 Figure 4에 확인하였다.

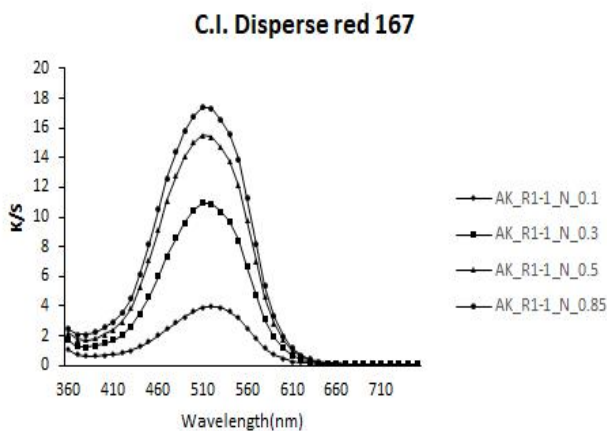


Figure 5. K/S values by concentration of dyestuff(C.I. Disperse Red 167).

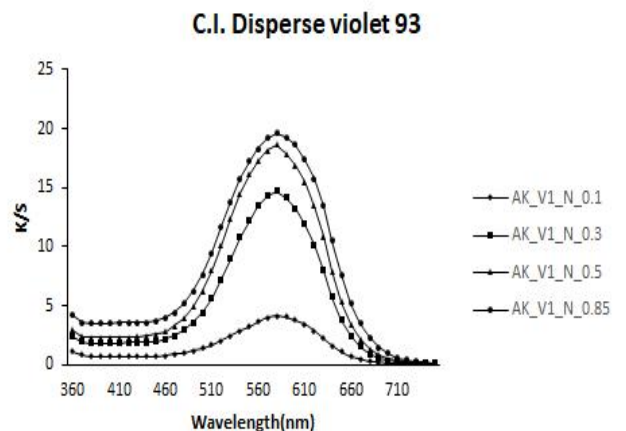


Figure 6. K/S values by concentration of dyestuff(C.I. Disperse Violet 93).

Table 3. Color characteristics of nylon fabrics by concentration of dyestuff

Dyestuff	Dye concentration (% o.w.f)	L*	a*	b*	C*	h
C.I. Disperse Red 167	0.1	53.14	43.17	1.98	43.22	2.63
	0.3	41.9	47.75	7.57	48.35	9.01
	0.5	37.87	47.66	9.77	48.65	11.58
	0.85	35.76	46.99	10.77	48.2	12.91
C.I. Disperse Violet 93	0.1	45.45	7.51	-28.33	29.31	284.86
	0.3	28.95	12.6	-32.33	34.7	291.3
	0.5	24.8	13.58	-31.07	33.91	293.6
	0.85	23.2	9.54	-25.74	27.45	290.33

3.2.1 색차 측정을 통한 색상 농도 비교(염료 농도별)

염료 농도별 염색을 진행한 시료의 색차를 측정한 결과는 두 가지 염료 모두 0.1% o.w.f 시료에 비하여 농도가 증가할수록 L*값이 감소하는 것을 확인 할 수 있었고, K/S값은 증가하는 것을 확인할 수 있었다. 이는 농도가 증가할수록 농색으로 염색이 되는 것이며, 염료의 염착 량이 증가한다고 판단된다.

하지만 고농도로 갈수록 투입 염료 량 대비 K/S값 증가 폭이 감소하는 것을 확인 할 수 있었으며, 이는 두 가지 염료 모두 농도 0.85%는 염색 후 세척을 하지 않는 초임계 염색 공법으로 볼 때, 최대 흡진율을 넘어선 것으로 예측된다. 그 결과는 Figure 5, Figure 6, Table 3에 나타내었다.

3.2.2 Pot내 잔류 염료량 비교(농도별)

상기의 결과를 확인하기 위하여 농도별 염색이 끝난 후 포트

내 남아있는 염료를 아세톤 20mL에 동일하게 3min간 세척 후 아세톤을 휘발시킨 뒤, 아세톤 100mL에 용해 시켜 최대 흡광도를 측정하였다. 측정한 흡광도를 검량선에 외삽하여 확인해 본 결과 0.1% o.w.f에서 투입한 염료대비 C.I. Disperse Red 167은 99.14%, C.I. Disperse Violet 93은 97.00%가 염착됨을 확인 할 수 있으며 농도가 진해짐에 따라 초기 염료 대비 흡진율이 감소하는 것을 확인 할 수 있으며, C.I. Disperse Red 167은 0.85% o.w.f에서 77%, C.I. Disperse Violet 93은 0.5% o.w.f에서 93.91%까지 급격히 감소함을 확인할 수 있었다. 초임계 염색의 경우 염색 후 수세를 진행하지 않으므로 잔여물이 많이 발생하지 않는 염색 조건의 염료 농도를 최대 흡진율로 선정해야 한다. 그러므로 염색물의 색강도와 흡진율을 고려했을 때 두 염료 모두 최적의 염료농도는 0.3% o.w.f로 선정하였다. 그 결과는 Figure 7, Figure 8, Table 4에 나타내었다.

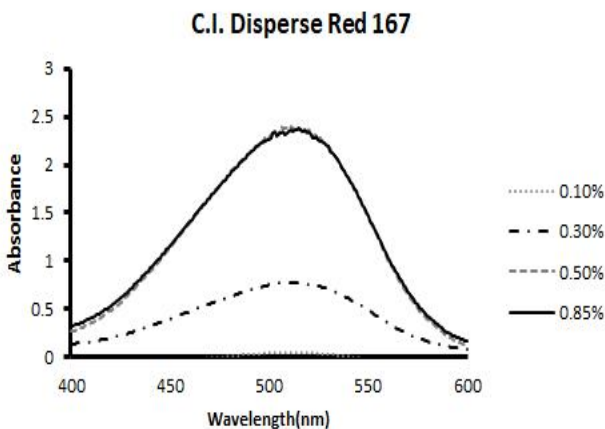


Figure 7. Absorbance of the remaining dyestuff in pot after dyeing(Disperse Red 167).

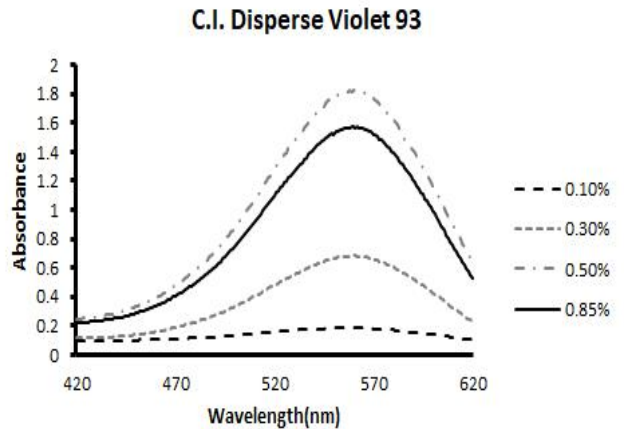


Figure 8. Absorbance of the remaining dyestuff in pot after dyeing(Disperse Violet 93).

Table 4. Exhaustion by concentration of dyestuff

Dyestuff	Condition (% o.w.f)	Acetone (g)	Absorption (A)	Concentration (ppm)	Weight of the remaining dye (g)	Exhaustion (%)
C.I. Disperse Red 167	0.1	100	0.0451	0.64	0.00006	99.14
	0.3	100	0.7711	10.96	0.00101	95.19
	0.5	100	2.3726	33.71	0.00337	90.37
	0.85	500	2.3765	33.77	0.01688	77.29
C.I. Disperse Violet 93	0.1	100	0.1866	2.18	0.00021	97.00
	0.3	100	0.6824	7.99	0.00080	96.19
	0.5	100	1.8219	21.32	0.00213	93.91
	0.85	200	1.5763	18.45	0.00369	93.80

3.2.3 세탁견뢰도 비교(농도별)

농도별 염색이 끝난 후 시료를 활용하여 사용 염료 농도별 세탁견뢰도 실험을 진행하였다. 세탁견뢰도 실험에서도 두 가지 염료 모두 0.5% o.w.f 농도로 염색 실험을 진행한 시료부터

세탁견뢰도가 낮아지기 시작했다. 이는 0.5% o.w.f의 염료 농도부터 염료가 Nylon 섬유의 비결정 영역에 완전히 고착하지 못하고 단순 흡착된 염료가 발생했기 때문으로 예측된다. 세탁 견뢰도 실험 결과에서도 역시 두 가지 염료 모두 초임계 염색

Table 5. Washing fastness of nylon fabrics by concentration of dyestuff(C.I. Disperse Red 167)

Conc.	Color change	Acetate	Cotton	Nylon	Polyester	Acrylic	Wool
0.1	4-5	4	4-5	4	4	4-5	4-5
0.3	4-5	3-4	4	3-4	3-4	4	4-5
0.5	4-5	3	4	2-3	3	4	4-5
0.85	4-5	3	4	2-3	3	4	4-5

Table 6. Washing fastness of nylon fabrics by concentration of dyestuff(C.I. Disperse Violet 93)

Conc.	Color change	Acetate	Cotton	Nylon	Polyester	Acrylic	Wool
0.1	4-5	4	4-5	4	4	4-5	4-5
0.3	4	3	4-5	3	3	4-5	4-5
0.5	4-5	3	4	2	3	4	4
0.85	4-5	3	4	2	3	4	4

에서는 0.3% o.w.f가 최대 흡진율이라는 것을 알 수 있었다. 그 결과는 Table 5, Table 6에 나타내었다.

4. 결 론

본 연구에서는 초임계 이산화탄소를 이용한 염색에서 초임계 염색 공정 인자인 염료 종류 및 염료 농도를 변화하여 각 변화된 조건이 염색성에 미치는 영향을 확인해 보았다.

축색, 잔류 염료 량, 염료 효율 확인 결과를 미루어 볼 때, C.I. Disperse Red 167에서는 0.1% o.w.f에서 99.14%까지 염착이 됨을 확인하였고 농도가 높아질수록 흡진율이 감소하는 경향을 보이다가 0.85% o.w.f에서 77.29%로 급격한 감소를 확인 할 수 있었다. 또한 농도가 증가할수록 L*값이 감소하는 것을 확인 할 수 있었고, K/S 값은 증가하는 것을 확인 할 수 있었으나, L*값 및 K/S 값의 차가 고농도로 갈수록 감소하는 것을 확인하였다.

C.I. Disperse Violet 93 염료에서는 0.1% o.w.f에서 97.00%까지 염착이 됨을 확인하였고 농도가 높아질수록 흡진율이 감소하는 경향을 확인 할 수 있었다. 또한 농도가 증가할수록 L*값이 감소하는 것을 확인 할 수 있었고 K/S 값은 증가하는 것을 확인할 수 있었으나, L* 값 및 K/S 값의 차가 고농도로 갈수록 줄어들음을 확인하였다.

따라서 상기 두 종류의 염료로 Nylon 원단 초임계 염색을 진행할 경우, 온도 110°C, 압력 230bar, 염료농도 0.3% o.w.f, 염색 leveling 시간 60min이 이상적인 조건이라 판단된다.

감사의 글

본 논문은 산업통상자원부 물 없는 컬러산업 육성사업으로 수행된 연구결과입니다(200kg급 초임계 유체 염색설비 및 염색 공정 기술 개발, 과제번호 : 10078329).

References

- H. Choi, S. Park, T. Kim, and T. Song, Dyeability of Nylon Fabrics with Dyestuff for Supercritical Fluid Dyeing(1) : C.I. Disperse Red 167, C.I. Disperse Violet 93, *Textile Coloration and Finishing*, **31**(1), 14(2019).
- S. Park, H. Choi, T. Kim, and T. Song, The Influence of the Contact Amount of Supercritical CO₂ on Dyeing Uniformity, *Textile Coloration and Finishing*, **31**(1), 25(2019).
- Q. Lang and C. M. Wai, Supercritical Fluid Extraction in Herbal and Natural Product Studies-a Practical Review, *Talanta*, **53**(4), 771(2001).
- M. Perrut, Supercritical Fluid Applications: Industrial Developments and Economic Issues, *American Chemical Society*, **39**(12), 4531(2000).
- H. Lochard, J. Letourneau, M. Sauceau, and E. Rodier, Particle Generation for Pharmaceutical Applications Using Supercritical Fluid Technology, *Power Technology*, **141**(3), 219(2004).
- R. A. Quirk, R. M. France, K. M. Shakesheff, and S. M. Howdle, Supercritical Fluid Technologies and Tissue Engineering Scaffolds, *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, **8**(3), 313(2004).
- N. R. Bulley, M. Fattori, A. Meisen, and L. Moyls, Supercritical Fluid Extraction of Vegetable Oil Seeds, *Journal of the American Oil Chemists of Society*, **61**(8), 1362(1984).
- M. R. D. Giorgi, E. Cadoni, D. Maricca, and A. Piras, Dyeing Polyester Fibres with Disperse Dyes in Supercritical CO₂, *Dyes and Pigments*, **45**(1), 75(2000).
- A. S. Ozcan, A. A. Clifford, K. D. Bartle, and D. M. Lewis, Dyeing of Cotton Fibres with Disperse Dyes in Supercritical Carbon Dioxide, *Dyes and Pigments*, **36**(2), 103(1998).
- B. Gebert, W. Saus, D. Knittel, H. J. Buschmann, and E. Schollmeyer, Dyeing Natural Fibers with Disperse Dyes in Supercritical Carbon Dioxide, *Textile Research Journal*, **64**(7), 371(1994).
- S. Maeda and K. Kunitou, One-bath Dyeing of Polyester/Cotton Blends with Reactive Disperse Dyes in Supercritical Carbon Dioxide, *Textile Research Journal*, **74**(11), 989(2004).
- H. Wen and J. J. Dai, Dyeing of Polylactide Fibers in Supercritical Carbon Dioxide, *Journal of Applied Polymer Science*, **105**(4), 1903(2007).
- W. Saus, D. Knittel, and E. Schollmeyer, Dyeing of Textiles in Supercritical Carbon Dioxide, *Textile Research Journal*, **63**(3), 135(1993).
- J. H. Kim, Theme : Supercritical Fluid, *Journal of Korean Society of Mechanical Engineers*, **55**(7), 30(2015).
- E. Bach, E. Cleve, and E. Schollmeyer, Past, Present and Future of Supercritical Fluid Dyeing Technology, *Review of Progress in Coloration and Related Topics*, **32**(1), 88(2002).
- A. Hou, B. Chen, J. Dai, and K. Zhang, Using Supercritical Carbon Dioxide as Solvent to Replace Water in Polyethylene Terephthalate(PET) Fabric Dyeing Procedures, *Journal of Cleaner Production*, **18**(10), 1009(2010).
- M. Bancharo, S. Sicardi, A. Ferri, and L. Manna, Supercritical Dyeing of Textiles -From the Laboratory Apparatus to the Pilot Plant, *Textile Research Journal*, **78**(3), 217(2008).
- M. V. D. Kraan, Process and Equipment Development for Textile Dyeing in Supercritical Carbon Dioxide, Ph.D. Thesis, Delft University of Technology, 2005.
- J. Long, Y. Ma, and J. Zhao, Investigations on the Level Dyeing of Fabrics in Supercritical Carbon Dioxide, *The*

- Journal of Supercritical Fluids*, **57**(1), 80(2011).
20. B. Gebert, W. Saus, D. Knittel, H. J. Buschmann, and E. Schollmeyer, Dyeing Natural Fibers with Disperse Dyes in Supercritical Carbon Dioxide, *Textile Research Journal*, **64**(7), 371(1994).
 21. H. D. Sung and J. J. Shim, Solubility of C.I. Disperse Red 60 and C.I. Disperse Blue 60 in Supercritical Carbon Dioxide, *Journal of Chemical and Engineering Data*, **44**(5), 985(1999).
 22. C. C. Tsai, H. M. Lin, and M. J. Lee, Solubility of Disperse Yellow 54 in Supercritical Carbon Dioxide with or without Cosolvent, *Fluid Phase Equilibria*, **260**(2), 287(2007).
 23. Ministry of Trade, Industry and Energy, Development of Dye and Optimal Process Technology for Supercritical Fluid Dyeing, Ministry of Trade, Industry and Energy, Sejong, 2019.

Authors

최현석 DYETEC연구원 선임연구원

박 신 (주)대주기계 주임

김태영 (주)대주기계 팀장