한국염색가공학회지
연구논문(학술)

pISSN 1229-0033, eISSN 2234-036X
https://doi.org/10.5764/TCF.2020.32.1.9

해도형 PET 극세사 트리코트 편성물의 감량 가공 및 블랙 색상의 염색성 평가

Weight Reduction and Dyeing Characteristics of Sea-Island Type Ultramicrofiber PET Tricot Fabric with Black Color

*Corresponding author
Seung Geol Lee
(seunggeol.lee@pusan.ac.kr)

강정민, 김민구, 이지은, 고재왕[1], 김일진[1], 이재년[1], 이동진[1], 고성익[2], 정대호[2], 이승걸*
부산대학교 유기소재시스템공학과, [1]한국신발피혁연구원, [2](주)정산인터내셔널

Jeong Min Kang, Min Gu Kim, Ji Eun Lee, Jae Wang Ko[1], Il Jin Kim[1], Jae Yeon Lee[1], Dong Jin Lee[1], Seong Ik Ko[2], Dae Ho Jung[2], Seung Geol Lee*
Department of Organic Material Science and Engineering, Pusan National University, Busan, Korea
[1]Korea Institute of Footwear and Leather Technology, Busan, Korea
[2]R&D Institutes, Jeongsan International Co., Ltd., Busan, Korea

Received_March 05, 2020
Revised_March 24, 2020
Accepted_March 24, 2020

Abstract In this study, we conducted alkali hydrolysis on sea-island type PET ultramicrofiber tricot fabric and dyeing according to the various conditions with black disperse dye. Herein, we evaluated the weight loss rate and tensile strength according to the NaOH contents. The optimal alkali hydrolysis treatment conditions were set to 25 %omf NaOH with a treatment time of 60 min at 110 ℃, and average weight loss rate of the PET ultramicrofiber tricot fabric is about 23 %. The dyeing conditions were investigated with different dyeing temperatures(95-135 ℃), dyeing time(20-60 min), dye contents(2-10 %omf), dispersant contents(1-9 g/ℓ), pH buffer solution contents(1-9 g/ℓ), UV-absorbent contents(5-25 %omf) and reduction cleaning process conditions for black color. We obtained the optimum conditions of the dyeing with the dye contents of 8 %omf, the dispersant contents of 1 g/ℓ, the pH buffer solution contents of 1 g/ℓ, the UV-absorbent contents of 10 %omf, the dyeing temperature of 135 ℃ and the dyeing time of 40 min. The light colorfastness of dyed ultramicrofiber PET tricot fabric was good to excellent in the range of 4 to 5.

Keywords *ultramicrofiber, pet, tricot, alkali hydrolysis, dyeing, disperse dye*

Textile Coloration and Finishing
TCF 32-1/2020-3/9-18
ⓒ 2020 The Korean Society of Dyers and Finishers

1. 서 론

스포츠·레저 산업뿐만 아니라 자동차 내장재 산업에서의 사용 확대로 인해 보다 취급이 용이하며 무게가 가벼운 화학섬유의 수요가 증가하고 있다. 이를 위해 대표적인 화학섬유 중 비교적 낮은 코스트로 원사 개질과 사가공을 통해 기계적 특성 및 화학적 안정성을 부여하기 용이한 폴리에스터 원사에 대한 소비가 증대되고 있다.

하지만 획일적인 촉감을 가지는 PET 직물의 단점을 개선하기 위해 나일론, 레이온, 아크릴 등과 같은 부드러운 촉감과 유연성 및 광택을 부여하기 위한 극세화 연구가 계속 되고 있다. 또한, 극세화 섬유는 패션성과 쾌적성이 우수한 섬유 내장재로써 드레이프성, 촉감, 외관이 독특하고 우수하여 투습 방수 직물, 고 흡습성 편물, 방진복, 필터 등 의류용을 넘어 산업용 시장으로의 적용이 점차 확대되고 있다[1-3].

일반적으로 필라멘트 형태의 극세사를 제조하는 방식은 두 가지로 단일 성분의 필라멘트가 방사구를 통해 방사되는 직접 방사(direct spinning)와 두 가지 이상의 성분이 방사 후 공정상 분할 또는 용출되어 부가적인 공정이 수반되어야 하는 복합 방사(conjugate spinning)로 나뉜다.

복합방사는 직접방사보다 세섬도의 극세사를 생산할 수 있는 장점을 가지며, 중합물의 조성 및 단면 형태에 따라 분할형과 용출형으로 나뉜다. 그 중 가장 세섬도의 극세사를 생산할 수 있는 용출형의 경우 해도형(sea-island type microfiber)으로 불리며 바다에 여러 섬이 떠있는 듯한 형태의 원사 단면을 가진다.

일반적으로 도성분은 일반 PET(폴리에스터)이며, 해성분은 알칼리 가수분해에 용이하도록 공중합 시킨 co-PET(변성 폴리에스터)를 사용한다. 이때, 알칼리 감량이 적절하게 이루어지지 않으면 원하는 초극세사 특성을 만족시키지 못하게 된다. 알칼리 감량이 불충분하면 해성분이 완전히 용출되지 않아 극세사가 발현되지 못하며, 감량이 과다하면 해성분 뿐만 아니라 도성분도 파괴되어 섬유의 손상을 가져와 이로 인해 강도 저하 등의 문제가 발생하므로 해도형 극세사 섬유의 감량 실험을 통해 최적의 감량 조건을 찾는 것 또한 제품의 품질을 결정하는 중요한 요인이다.

알칼리 감량을 통해 극세화된 폴리에스터 섬유는 단위 중량당 표면적이 증가하여 염색에 필요한 염료의 양이 증가하게 되며, 다량의 염료 사용으로 인해 겉보기 색 농도가 낮아지게 되어 세탁, 마찰, 일광견뢰도의 저하를 초래하게 된다. 낮은 견뢰도 문제를 해결하기 위해 폴리에스터 섬유를 염색한 후 환원세정 공정을 통해 섬유 표면에 남아있는 미고착 염료를 제거해 주어야 한다[4-6]. 또한, PET 섬유는 높은 굴절률을 가져 표면반사율이 높으므로 최종 색상이 블랙인 제품은 짙은 색상의 블랙(deep black) 혹은 순수한 블랙(pure black)인가에 따라 제품의 품질을 결정하게 되므로 심색성의 고품화 PET 제품에 대한 많은 연구가 이루어지고 있다[7,8].

따라서 본 연구에서는 (주)정산인터내셔널로부터 제공받은 해도형 PET 극세사 트리코트 편성물의 최적의 감량 가공 조건 확립 및 감량된 극세사 편성물의 염색 온도, 염색 시간, 염료의 농도, 분산제 및 pH 조절제, 일광 증진제의 함량에 따른 최적의 염색 조건을 확립하였다. 염색된 편성물의 CIE L*a*b*좌표와 K/S 분석 및 마찰 및 일광견뢰도 분석을 통해 염색성을 비교 평가를 통해 심색성이 우수한 블랙 색상으로 염색하는 조건을 확립하고자 한다.

2. 실 험

2.1 시료 및 시약

본 연구에 사용된 직물은 (주)정산인터내셔널로부터 제공된 해도형 PET 극세사 트리코트를 사용하였으며, 직물의 조성은 일반 PET(50 denier/36 filaments)와 해도형 PET 극세사(75 denier/24 filaments, 도성분:해성분=7:3, 단일 원사 내 도성분 수 36개, 0.06 denier)를 2-bar 트리코트 경편기를 이용하여 편성되었으며, silicone 수지로 함침되어 있다. 이러한 편성물은 강도, 접착력, 내마모성이 강화되어 우수한 물리적 특성을 가진다.

염색에 사용된 염료는 현재 상업적으로 사용되고 있는 블랙 색상의 분산 염료로 고일광 특성을 나타내는 안트라퀴논계 Dianix Black AM-SLR를 사용하였다. 감량 가공에 사용된 시약은 50 % NaOH(Junsei, Japan)를 사용하였고, 염색에 사용된 분산제는 polyoxyethylene alkyl ether sulfate(ECOVINN DA-DLP, ICEI Woobang Co., Korea), pH조절제는 citric acid(ECOBINN AB, ICEI Woobang Co., Korea), 일광 증진제는 benzotriazole계 일광 증진제(BENESOL-UVA EPM, ICEI Woobang Co., Korea), 아세트산(CH_3COOH, Junsei, Japan)을 사용하여 염색을 진행하였다.

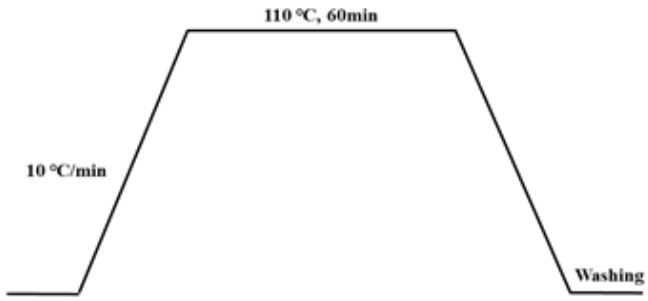

Figure 1. Alkali hydrolysis profile of sea-island type PET tricot fabrics.

2.2 알칼리 감량 가공

본 연구에서는 극세화를 목적으로 해성분을 용출시키기 위해 (주)정산인터내셔널로부터 제공받은 해도형 PET 트리코트 편성물을 욕비 1:10, NaOH 농도(10-30 %omf), 110 ℃에서 60분간 Infrared Fay Dyeing Machines(Dl-6000, DaeLim Starlet, Korea) 장치에서 45 rpm, 승온 시간 10 ℃/min의 조건 하에 알칼리 가수분해 실험을 진행하였다. 감량 가공 된 편성물은 2 g/ℓ 아세트산 수용액에 침지하여 중화시킨 후, 흐르는 물에 3-5회 수세하여 130 ℃에서 10분간 건조하였다. 이러한 감량 공정 과정을 Figure 1에 도시하였다. 감량된 편성물의 표면 및 배면을 편광현미경(LV100pol, Nikon, Japan)을 이용하여 관찰하였다. 또한, 알칼리 감량 가공 전•후의 무게를 측정하여 식(1)을 통해 NaOH의 농도에 따른 감량률 및 최적 감량 조건으로 감량된 평균 감량률을 계산하였다.

$$Weight\,loss\,(\%) = \frac{(W_0 - W_R)}{(W_0)} \times 100 \qquad (1)$$

where,

W_0 : Weight before alkali hydrosis

W_R : Weight after alkali hydrosis

2.3 SEM 분석 및 인장강도 분석

감량된 편성물의 분할 모습을 알아보기 위해 전계 방출형 주사 전자 현미경(S-4300, Hitachi, USA)을 사용하여 알칼리 감량 가공 전•후의 편성물의 단면을 비교하였다. 또한, NaOH 농

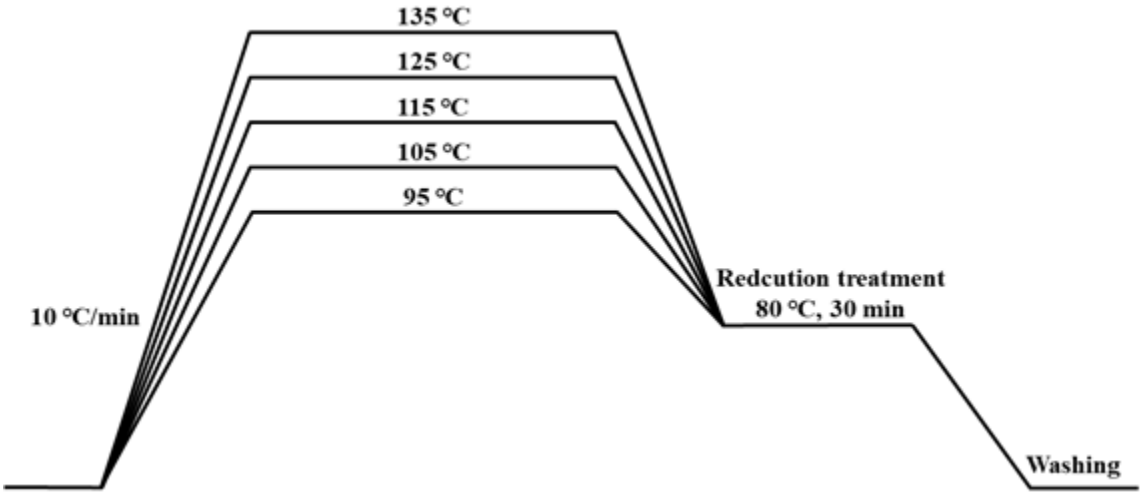

Figure 2. Dyeing profile of PET tricot fabrics.

도에 따른 해도형 PET 극세사 트리코트의 인장 강도의 변화를 관찰하기 위하여 KS K 0521 규격에 따라 만능재료 실험기(Instron 5980S, Instron, USA)를 이용하여 50 mm × 300 mm 면적의 시료를 100 mm/min의 속도로 인장강도를 측정하였다. 하나의 시료 당 5회 반복 측정하여, 최댓값과 최솟값을 제외한 나머지 값들의 평균을 인장강도로 나타내었다.

2.4 염색

Figure 2는 감량된 해도형 PET 극세사 트리코트 편성물의 염색 및 환원 세정 공정 조건을 나타낸다. 해도형 PET 극세사 트리코트 편성물 5 g, 염료 농도 2-10 %omf, 분산제 함량 1-9 g/ℓ, pH 조절제 1-9 g/ℓ, 일광 증진제 함량 5-25 %omf를 첨가하여 욕비 1:10으로 염액을 제조하고 IR 염색기(DL-6000, DaeLim Starlet, Korea)에서 95-135 ℃에서 20-60분간 염색을 진행하였다. 그 후 견뢰도 저하를 초래하는 편성물의 표면에 남아있는 미고착 염료를 제거하는 환원 세정 공정(reduction cleaning)을 진행하였다. 이러한 환원 세정 공정에서 필요한 환원제의 함량은 2 g/ℓ, 탄산나트륨 함량 4 g/ℓ, 80 ℃, 30분의 조건으로 환원 세정 공정을 거친 후 환원 세정이 완료된 편성물은 흐르는 물에 3-5회 충분히 세척 후, 오븐(CO-72, Dongwon, Korea)에서 5분간 130 ℃의 조건에서 건조되었다.

2.5 CIE $L^*a^*b^*$, K/S 및 Munsell 표색계

다양한 염색 조건으로 염색된 해도형 PET 극세사 트리코트 편성물의 염색성을 평가하기 위하여 염색된 편성물을 분광측색장비(Colormate, SCINCO Co., Ltd., Korea)를 이용하여 광원 D65, 관측 시야 10° 조건에서 각 파장대의 반사율을 측정하였다. 분광 특성 분석을 위해 CIE $L^*a^*b^*$와 최대 흡수 파장의 표면 반사율로부터 겉보기 색농도인 K/S 값은 Kubelka-Munk 식(2)에 의해 계산되었다. 블랙 색상으로 염색된 직물의 염색성을 평가할 때, 흑색은 무채색이므로 명도(lightness, L^*)와 겉보기 농도를 나타내는 K/S로 평가한다[7,9].

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

where,

R : Reflectance

K : Absorption coefficient

S : Scattering coefficient

2.6 해도형 PET 극세사 트리코트 편성물의 견뢰도 평가

본 연구에서는 확립된 최적의 염색 조건에서 염색된 해도형 극세사 트리코트 편성물에 대한 견뢰도를 평가하였다. 마찰견뢰도는 KS K ISO 105-X12:2016 국가표준인증에 준하여 측정하였으며, 일광견뢰도 시험은 별도의 열처리(heat setting)을 하지 않고 일광 증진제의 함량(5-25 %omf)에 따라 평가를 진행하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1 NaOH 농도별 감량 가공

해도형 PET 극세사 트리코트에서 도성분은 일반 PET 고분자인 반면, 해성분은 sulfonated isophthalate를 2-5 wt% 함유하고 있는 공중합체 도입으로 인한 입체 장애와 비선형성 분자 구조로 인해 낮은 결정화도를 가진다.

따라서 해도형 PET 극세사 트리코트의 해성분은 일반 PET와 비교하여 쉽게 가수분해 되기 때문에 알칼리 처리에 의해

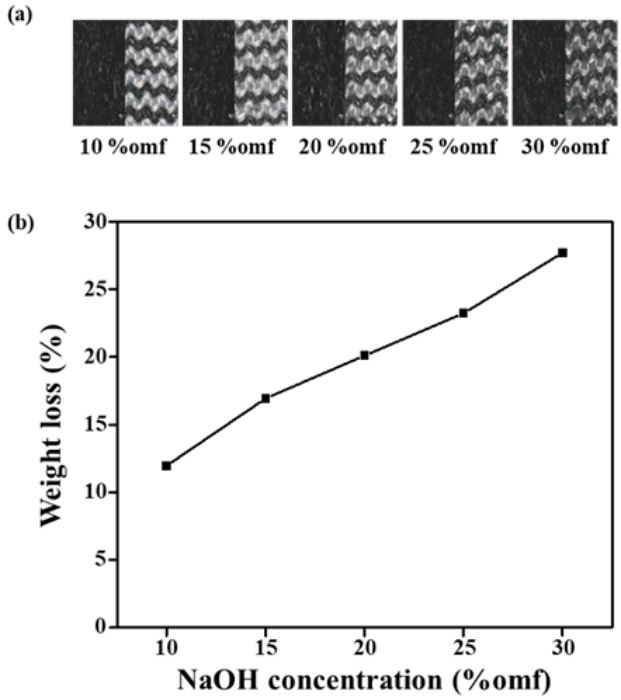

Figure 3. (a) Sea-island type PET tricot fabrics with various NaOH concentrations at 110 ℃, (b) Weight loss with various NaOH concentrations(10-30 %omf).

용출되는 특성을 가진다. PET알칼리 가수분해는 OH^-이온이 PET 고분자 주사슬에 존재하는 카르보닐 탄소를 공격하여 에스테르 결합을 절단하는 OH^-이온의 친핵적인 에스테르 분해반응으로 알려져 있다[10-13].

본 연구에서는 전보의 저자들이 확립한 감량 가공 조건인 욕비 1:10, 처리시간 60분, 처리온도 110 ℃ 조건하에 NaOH 처리 농도가 감량률에 미치는 영향을 평가하기 위해 NaOH 감량 가공을 진행하였다[14].

Figure 3 (a)는 NaOH의 농도에 따라 감량 가공 된 PET 트리코트 샘플의 표면과 배면을 나타낸다. NaOH의 농도가 증가함에 따라 감량 가공으로 인한 필링이 배면에 일어나는 것을 확인하였다.

Figure 3 (b)는 NaOH 농도가 증가함에 따른 감량 거동을 나타낸다. NaOH 10 %omf의 농도로 감량 시 11.96 %, NaOH 15 %omf의 농도로 감량 시 16.94 %, NaOH 20 %omf의 농도로 감량 시 20.10 %, 25 %omf의 농도로 감량시 23.28 %, NaOH 30 %omf로 감량시 27.69 %의 감량률을 보인다. 이를 통해 알칼리 감량 가공 시 감량률은 NaOH의 농도에 비례하여 증가하는 경향을 확인하였다. 이는 NaOH에서 해리된 OH-이온의 농도가 증가하여 해도형 PET 트리코트 편성물의 에스테르 결합을 절단시킴으로써 감량률이 증가하게 된다.

부드러운 촉감 및 유연성 향상을 위한 극세화 공정은 제품의 품질을 결정하는 중요한 요인이지만 인장강도와 같은 기계적 물성 또한 중요하다.

Table 1. Tensile strength retention of sea-island type PET tricot fabrics with various NaOH concentrations at 110 ℃

Sample	Tensile strength (N/50 mm)		Tensile strength Retention(%)	
	Weft	Warp	Weft	Warp
No treatment	804	341	100	100
NaOH 10 %omf	740	314	92.04	92.08
NaOH 15 %omf	706	303	87.8	88.86
NaOH 20 %omf	702	299	87.3	87.68
NaOH 25 %omf	694	277	86.3	81.23
NaOH 30 %omf	686	270	85.3	79.18

Table 1과 Figure 4는 알칼리 감량 가공 시 NaOH의 농도에 따른 해도형 PET 트리코트 편성물의 인장강도 및 인장강도 유지율을 나타낸다. Table 1에 나타낸 바와 같이 알칼리 감량 가공을 하지 않은 위사 및 경사 방향의 인장강도는 각각 804 N/50mm, 341 N/50mm이었으며, 알칼리 감량 가공시 NaOH의 농도가 10-30 %omf로 증가함에 따라 인장강도가 점차적으로 감소하는 것을 확인할 수 있었다. 경사 방향의 경우 감량 전의 편성물의 인장강도 값과 30 %omf의 NaOH의 농도로 감량 가공 된 편성물의 경우 약 20 %의 기계적 강도의 저하를 확인할 수 있었으며, 이는 시료가 분해되며 섬유 표면의 요철이 증가하며 불완전한 섬도의 수가 증가하여 용해가 심한 부분이 절단되었기 때문이다.

따라서 높은 농도의 NaOH의 수용액을 이용하여 감량 가공

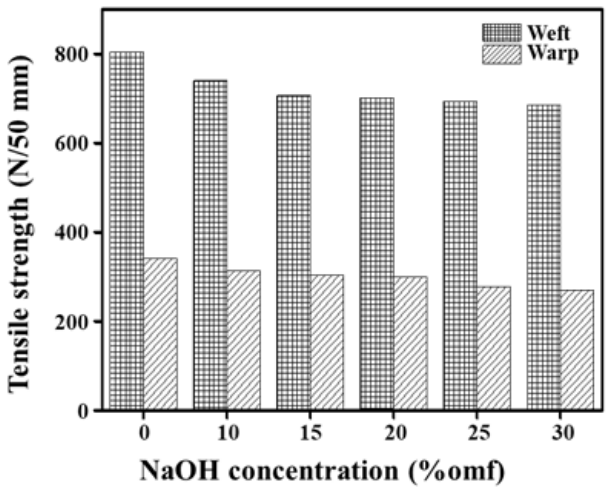

Figure 4. Tensile strength of sea-island type PET tricot fabrics with various NaOH concentrations at 110 ℃.

을 진행할 경우 기계적 강도의 저하가 큰 것을 확인할 수 있었다. 전보의 저자는 이론적인 DSC 분석을 통해 NaOH의 농도가 20 %omf일 때, 이론상 충분한 감량이 이루어져야 하지만 SEM 이미지 분석을 통해 25 %omf의 농도 이상에서 극세화가 충분히 발현되는 것을 확인하였다[14]. 그래서 해성분이 완전히 제거되는 최적의 감량률은 약 23 %임을 확인하였으며, 23 % 이상의 감량률에서는 도성분 내에 크랙이 나타나는 것을 확인할 수 있었다.

본 연구에서는 알칼리 감량 가공의 최적 조건을 25 %omf 농도의 NaOH 110 ℃, 60분으로 확립하여 감량률과 SEM 분석을 진행하였다.

3.2 감량률 및 SEM 분석

Table 2는 극세사 발현을 위한 조건인 110 ℃, 60분간 NaOH 25 %omf로 감량 가공 처리 전과 후의 무게 변화를 나타낸다. 이전 NaOH 농도에 따른 감량 실험 결과와 동일하게 알칼리 감량 가공 처리를 통해 약 23.78 %의 감량률을 가지는 것을 확인하였다.

Figure 5는 해도형 PET 극세사 트리코트 편성물의 감량 가공 전과 후의 편성물의 SEM 분석 이미지를 나타낸 것이다.

Figure 5 (a)는 감량 가공 전의 편성물을 나타내는 것이며, Figure 5 (b)는 감량 가공 후의 편성물의 SEM 이미지이다. 감량 전 약 100 ㎛의 직경을 가지는 원사들이 감량 후에 대부분의 해성분들이 용출되어 도성분에서 극세사가 발현된 것을 확인하였다. (주)정산인터내셔널로부터 제공받은 직물은 해도형 PET 극세사 트리코트 편성물에 실리콘 함침 후 별도의 나이프 처리 공정을 거치지 않은 편성물이므로 SEM 이미지상 실리콘이 일부 도포되어 있는 것을 확인할 수 있다.

Table 2. The before, after weight and weight loss of fabrics according to alkali hydrolysis

Sample name	Before (g)	After (g)	Weight loss (%)
1	33.34	25.47	23.61
2	33.48	25.44	24.01
3	32.87	25.36	22.85
4	32.45	24.55	24.35
5	32.64	24.78	24.08
Average	32.94±0.44	25.12±0.43	23.78±0.58

3.3 염색 온도에 따른 해도형 PET 극세사 트리코트 편성물의 염색성 평가

PET 섬유를 염색할 때 분산 염료를 사용하여 염색을 하는 경우는 비이온성 피염물에 비이온성 염료의 염색에 해당되는 경우이며 단분자인 염액으로부터 섬유 내로 염료 분자의 이동

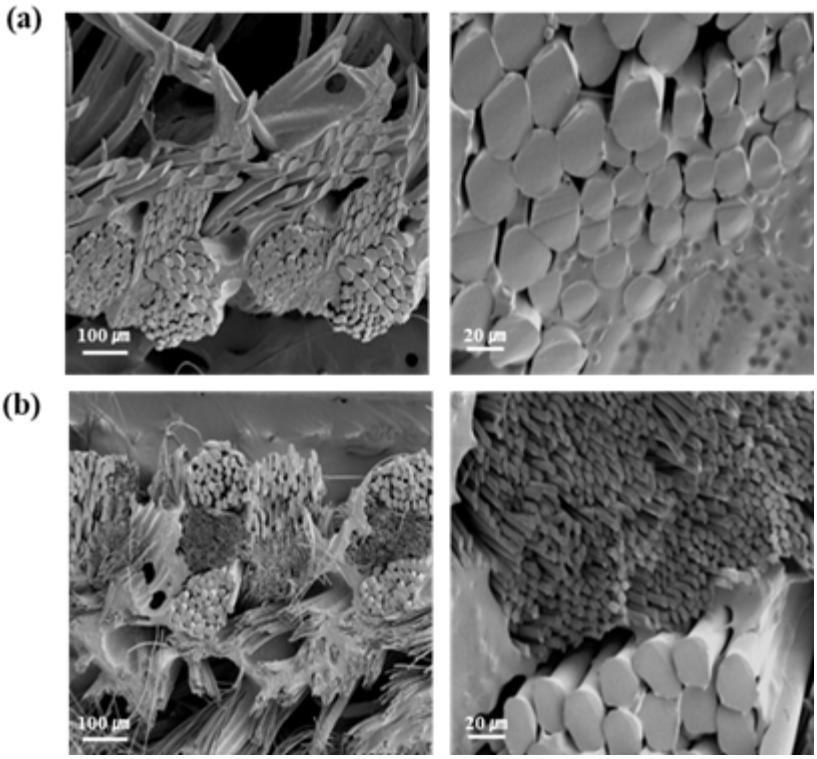

Figure 5. SEM images (a) untreated fabrics and (b) alkali hydrolysis treated fabrics.

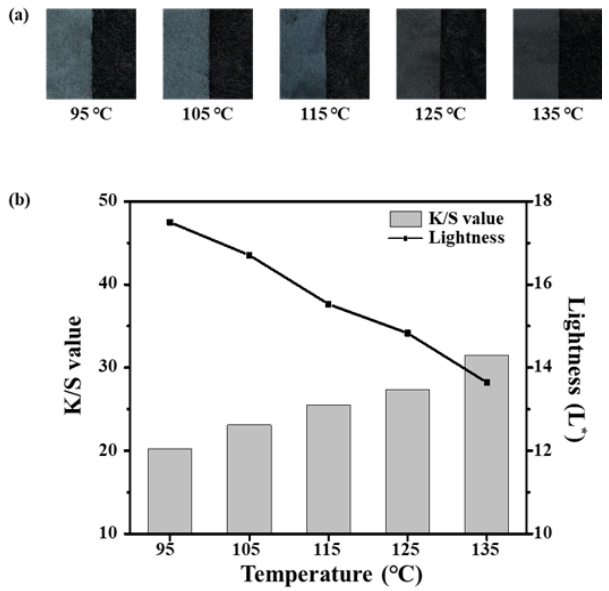

Figure 6. (a) Photograph according to dyeing temperature of the sample reduced under optimal condition(25 %omf NaOH, 110 ℃ for 60 min), (b) K/S values, lightness(L*) according to dyeing temperature(95-135℃).

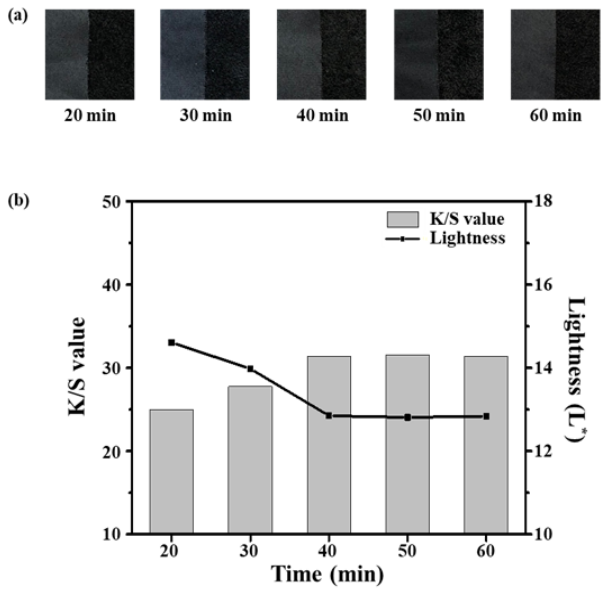

Figure 7. (a) Photograph according to dyeing time of the sample reduced under optimal condition(25 %omf NaOH, 110 ℃ for 60 min), (b) K/S values, lightness(L*) according to dyeing time(20-60min).

에 의해 일어난다[15].

일반적으로 온도가 높아짐에 따라 염욕에서의 염료 분자의 활동성에 영향을 주어 염착량의 변화를 초래하므로 염색조건 확립 시 온도는 염색성에 영향을 미치는 중요한 요인이다.

본 연구에서는 해도형 PET 극세사 트리코트 편성물의 염색 온도(95-135 ℃)에 따른 염색성 평가를 진행하기 위해, NaOH 25 %omf, 110 ℃, 60분의 조건에서 감량된 해도형 PET 극세사 트리코트 편성물에 8 %omf의 염료, 분산제 1 g/ℓ, pH 조절제 1 g/ℓ, UV 증진제 10 %omf를 욕비 1:10의 조건에서 40분간 염색을 진행하였다.

Figure 6 (a)는 110 ℃, 60분간 NaOH 25 %omf의 조건에서 감량된 해도형 PET 극세사 트리코트 편성물의 염색 온도(95-135 ℃)에 따라 염색된 샘플의 사진을 나타내며, Figure 6 (b)는 염색 온도에 따른 블랙 색상 염색물의 색상을 평가하는 명도(L*)와 K/S 값을 비교한 그래프이다. 온도가 증가함에 따라 K/S 값이 증가하는 것은 염욕 내에 존재하는 염료 분자의 활동성이 증가하여 분산 염료가 PET 고분자 내의 비결정 영역으로 확산하는 속도가 증가하여 보다 더 많은 염착이 이루어졌기 때문이라고 사료된다[12]. 염색 결과 135 ℃의 온도에서 가장 우수한 염색성을 보였으므로 해도형 PET 극세사 트리코트 편성물의 최적의 염색 온도는 135 ℃로 판단된다. 135 ℃ 이상의 온도는 염색 장비의 한계로 평가가 불가능하였다.

3.4 염색 시간에 따른 해도형 PET 극세사 트리코트 편성물의 염색성 평가

염료가 섬유에 염색되는 과정은 크게 염욕의 용액 내에서 염료가 섬유 고분자 표면으로 이동하는 단계, 섬유 표면에 염료가 흡착되는 단계, 흡착된 염료가 섬유의 비결정 영역의 내부로 확산되어 들어가는 세 가지 단계로 구분된다[16]. 이러한 염색 단계는 가역적이며 등온 흡착 거동은 일반적으로 직선 형태를 보인다.

따라서 최적의 온도로 확립된 135 ℃에서 평형 상태에 도달하는 시간을 알기 위해 염색 시간에 따른 염색성 평가를 진행하였다. NaOH 25 %omf, 110 ℃, 60분간 감량된 해도형 PET 극세사 트리코트 편성물에 8 %omf의 염료, 135 ℃, 분산제 1 g/ℓ, pH 조절제 1 g/ℓ, UV 증진제 10 %omf를 욕비 1:10으로 염색을 진행하였다.

Figure 7 (a)는 염색 시간에 따른 염색된 샘플의 이미지를 나타내며, Figure 7 (b)는 black 염색물의 색상을 평가하는 명도(L*)와 K/S 값을 비교하는 그래프이다. 염색 시간이 증가함에 따라 염색성을 나타내는 명도 값(L*)은 14.61에서 12.84로 감소하며, K/S 값은 25.01에서 31.42로 증가하는 경향을 확인할 수 있었으며, 염색 시간이 40분이 경과된 후로는 L*와 K/S에 큰 차이가 없음을 확인할 수 있었다. 그래서 해도형 PET 극세사 트리코트 편성물의 경우 40분에서 평형을 이룬 것을 확인할 수 있었으며, 최적의 염색 시간은 40분으로 판단된다.

3.5 염료 농도에 따른 해도형 PET 극세사 트리코트 편성물의 염색성 평가

NaOH 25 %omf, 110 ℃, 60분간 욕비 1:10의 조건에서 감량된 해도형 PET 극세사 트리코트 편성물에 135 ℃, 분산제 1 g/ℓ, pH 조절제 1 g/ℓ, 일광 증진제 10 %omf를 욕비

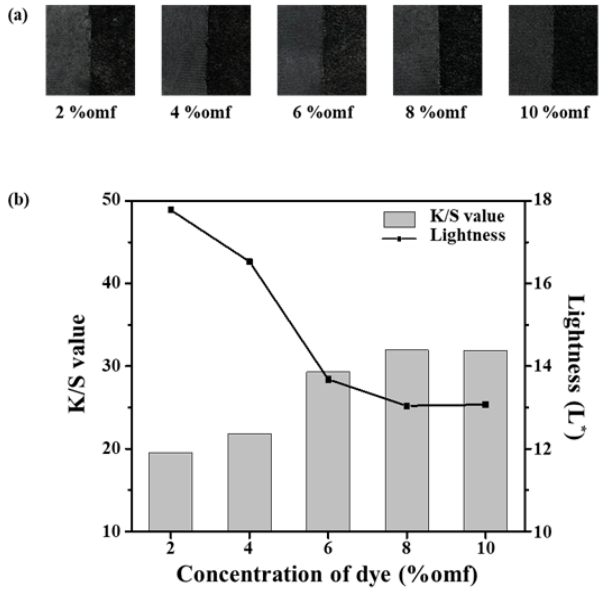

Figure 8. (a) Photograph according to dye concentration of the sample reduced under optimal condition(25 %omf NaOH, 110 ℃ for 60 min), (b) K/S values, lightness(L*) according to dye concentration(2-10 %omf).

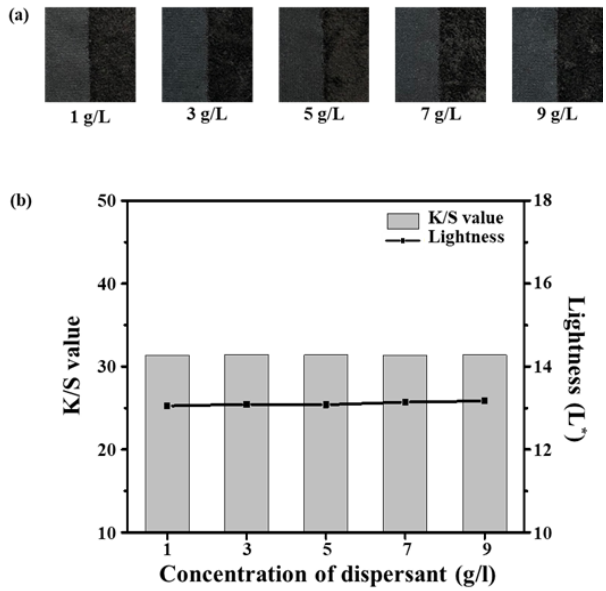

Figure 9. (a) Photograph according to dispersant concentration of the sample reduced under optimal condition(25 %omf NaOH, 110 ℃ for 60 min), (b) K/S values, lightness(L*) according to dispersant concentration(1-9 g/ℓ).

1:10으로 40분간 염료 농도(2-10 %omf)에 따른 염색을 진행하였다.

Figure 8 (a)는 염료 농도(2-10 %omf)에 따른 해도형 PET 극세사 트리코트 편성물의 이미지를 나타낸다. Figure 8 (b)는 black 염색물의 색상을 평가하는 명도(L*)와 K/S 값을 비교하는 그래프이다. 염료의 농도가 증가함에 따라 명도 값(L*)이 17.78에서 13.07로 직선적으로 감소하며, K/S는 19.51에서 31.88로 증가하는 경향을 나타낸다. 직선적으로 증가하는 이 부분은 염료의 농도가 증가함에 따라 염욕의 염료 농도가 증가하며 용해되는 염료 농도가 증가하게 되어 섬유에 흡착되는 염료량이 증가하여 균일하고 더 진한 색조를 보였다.

하지만 8 %omf 이상의 농도에서 염색성에 크게 차이가 없는 것을 확인할 수 있었다. 이러한 이유는 염욕에 많은 양의 염료를 용해시켜도 염료의 용해도에는 변화가 없으며, 이에 따라 섬유에 흡착되는 염료량도 더이상 변하지 않는 것으로 사료된다. 본 연구에서는 분산 염료를 사용하여 블랙 색상으로 염색 시 최적의 염료 농도는 8 %omf가 적절한 것으로 판단된다.

3.6 분산제 함량에 따른 해도형 PET 극세사 트리코트 편성물의 염색성 평가

습식 염색법에서 폴리에스터와 같은 소수성 섬유의 염색에 사용되는 분산 염료 또한 소수성 염료이므로 많은 양의 물이 필요하다. 극세사 섬유의 초기 빠른 흡착 속도로 인한 문제점인 불균염을 해결하며 분산성을 향상시키기 위해 50-70 % 정도의 분산제를 사용한다[17]. NaOH 25 %omf, 110 ℃, 60분간 욕비 1:10의 조건에서 감량된 해도형 PET 극세사 트리코트 편성물에 135 ℃, 염료 농도 8 %omf, pH 조절제 1 g/ℓ, 일광증진제 10 %omf를 욕비 1:10으로 분산제의 함량에 따른 염색을 진행하였다.

본 연구에서는 분산제 함량에 따른 해도형 PET 극세사 트리코트 편성물의 염색성을 평가하기 위해 분산제 함량을 1-9 g/ℓ로 조절하여 염색을 진행하였다.

Figure 9 (a)는 분산제 함량에 따른 해도형 PET 극세사 트리코트 편성물의 이미지를 나타내며, Figure 9 (b)는 분산제 함량에 따른 명도(L*)와 K/S 값을 비교하는 그래프이다.

분산제 함량이 증가함에 따라 명도 값(L*)은 31.37에서 31.40으로 변화하였으며, K/S 값은 13.05에서 13.17로 변화하였다. 이를 통해 분산제의 함량은 해도형 PET 극세사 트리코트 편성물의 블랙 색상에 크게 영향을 미치지 않는 것으로 판단되며, 실험 결과 불균염은 나타나지 않았다.

본 연구에서는 사용한 편성물의 크기가 크지 않았던 것으로 판단된다. 하지만 실제 공정 시 분산 안정성과 균염성 향상을 위해 분산제의 사용은 필수적이므로 본 연구에서는 분산제 함량은 1 g/ℓ로 사용하였다.

3.7 pH 조절제 함량에 따른 해도형 PET 극세사 트리코트 편성물의 염색성 평가

일반적으로 분산 염료를 사용하여 PET 섬유를 염색할 때 염욕의 pH는 염색물의 흡수 특성, K/S 값과 명도(L*)와 같이 염색성에 영향을 주는 것으로 알려져 있으며, pH가 높아질수록 염욕 내에서 분산 염료의 분산 안정성이 감소하므로 염욕의 pH 4-6일 경우 최적의 결과를 나타낸다[7]. NaOH 25 %omf,

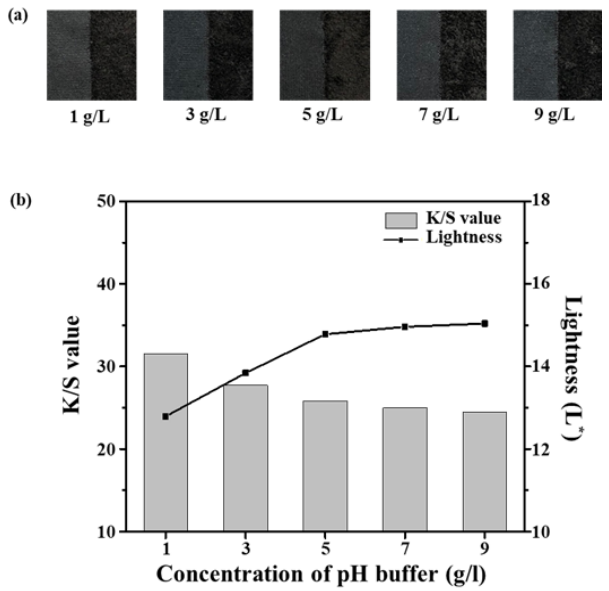

Figure 10. (a) Photograph according to pH buffer solution concentration of the sample reduced under optimal condition(25 %omf NaOH, 110 ℃ for 60 min), (b) K/S values, lightness(L^*) according to pH buffer solution concentration(1-9 g/ℓ).

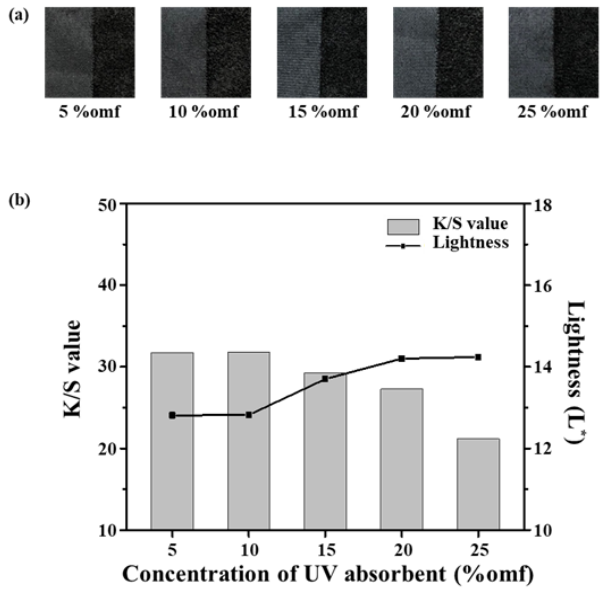

Figure 11. (a) Photograph according to UV-absorbent concentration of the sample reduced under optimal condition(25 %omf NaOH, 110 ℃ for 60 min), (b) K/S values, lightness(L^*) according to UV-absorbent concentration(5-25 %omf).

110 ℃, 60분간 욕비 1:10의 조건에서 감량된 해도형 PET 극세사 트리코트 편성물에 135 ℃, 분산제 1 g/ℓ, 염료의 농도 8 %omf, 일광 증진제 10 %omf를 40분간 욕비 1:10의 조건에서 염욕의 최적의 pH를 확립하기 위해 pH 조절제의 함량에 따른 염색성을 평가하였다.

Figure 10 (a)는 pH 조절제의 함량에 따른 염색된 해도형 PET 극세사 트리코트 편성물의 이미지이며, Figure 10 (b)는 pH 조절제의 함량에 따른 CIE $L^*a^*b^*$표색계에서 명도 값(L^*)과 K/S 값을 비교하는 그래프이다.

pH 조절제의 함량이 1 g/ℓ일 때 염욕의 pH는 5.33, pH 조절제의 함량이 3 g/ℓ일 때 염욕의 pH는 5.05, pH 조절제의 함량이 5 g/ℓ일 때의 염욕의 pH는 4.90, pH 조절제의 함량이 7 g/ℓ일 때 염욕의 pH는 4.83, pH 조절제의 함량이 9 g/ℓ일 때, 염욕의 pH는 4.80이다. pH 조절제의 함량이 1-9 g/ℓ로 증가함에 따라 염액의 pH는 감소하며 명도 값(L^*)은 12.89에서 15.08로 증가하며, K/S 값은 33.5에서 30.15로 감소하는 경향을 확인할 수 있다. 이는 사용한 black 염료의 분산 안정성이 염욕의 pH에 영향을 받는 특성을 고려할 때, pH 조절제의 함량이 증가함에 따라 분산성이 파괴되어 염색성이 떨어지는 결과를 초래하는 것으로 판단된다. 그래서 해도형 PET 극세사 트리코트 편성물의 블랙 색상을 위한 최적의 pH 조건은 5.3으로 그에 따른 pH 조절제의 함량은 1 g/ℓ로 결정하였다.

3.8 일광 증진제 함량에 따른 해도형 PET 극세사 트리코트 편성물의 염색성 평가

극세사 PET와 일반 PET 섬유를 비교하였을 때 극세사 PET는 비표면적이 넓기 때문에 짙은 심색성을 나타내기 위해 많은 양의 염료가 필요하여 낮은 일광견뢰도를 가지는 단점이 있다[18]. 우수한 일광 견뢰도를 가지는 해도형 PET 극세사 트리코트 편성물의 염색 조건을 확립하기 위해 일광 증진제의 함량을 5-25 %omf로 조절하여 염색성 평가를 진행하였다. 이러한 문제를 해결하기 위해 해도형 PET 극세사 트리코트 편성물의 염색성을 평가하기 위해 NaOH 25 %omf, 110 ℃, 60분간 욕비 1:10의 조건에서 감량된 해도형 PET 극세사 트리코트 편성물에 135 ℃, 분산제 1 g/ℓ, 염료의 농도 8 %omf, pH 조절제 1 g/ℓ를 40분간 욕비 1:10으로 일광 증진제의 함량에 따른 염색성 및 일광견뢰도를 평가하기 위해 5-25 %omf로 조절하며 염색을 진행하였다.

Figure 11 (a)는 일광 증진제 함량에 따른 염색된 해도형 PET 극세사 트리코트 편성물의 이미지이며, Figure 11 (b)는 일광 증진제 함량에 따른 CIE $L^*a^*b^*$ 표색계에서 명도 값(L^*)과 K/S 값을 그래프에 나타낸 것이다. 일광 증진제의 함량이 증가함에 따라 12.81에서 14.24로 명도 값(L^*)이 높아졌고, K/S 값이 31.74에서 21.17로 감소하는 것을 확인하였다. PET 직물을 분산 염료로 염색할 때 일광 증진제를 benzotriazole type 일광증진제의 acidic phenolic hydroxyl 그룹과 분산 염료의 amino 그룹의 반응이 발생하여 일광 증진제의 함량이 증가함에 따라 편성물에 흡착될 수 있는 염료의 양이 감소한다고 알려져 있다.

본 연구에서 사용한 일광 증진제는 benzotriazole type이며, 사용한 염료 또한 안트라퀴논계 분산 염료로 amino group을 가진다. 이러한 이유로 일광 증진제 함량이 증가함에 따라 염색성이 떨어지는 것을 확인할 수 있다[19]. 일광 증진제 함량에

Table 3. The light colorfastness of dyed microfiber sea-island type PET tricot fabrics

Concentration of UV-absorbent(%omf)	Light fastness (grade)
5	4-5
10	4-5
15	4-5
20	4-5
25	4-5

따른 일광견뢰도 분석 결과 모두 4-5등급으로 우수한 일광견뢰도를 가지는 것을 확인하였다. 이를 통해 염색성에 영향을 미치지 않으며 우수한 일광견뢰도를 가지기 위한 일광 증진제의 함량은 10 %omf이하가 적절하다고 판단하였다. Black 색상의 PET 극세사 트리코트 편성물의 경우 자동차 내장재와 같은 우수한 일광견뢰도를 필요로 하는 분야에 사용되므로 최적의 일광 증진제의 함량은 10 %omf로 결정하였다.

3.9 해도형 PET 극세사 트리코트 편성물의 마찰 및 일광견뢰도 평가

앞선 연구 내용에 따라 DIANIX BLACK AM-SLR disperse dye의 농도는 8 %omf, 분산제 1 g/ℓ, pH 조절제 1 g/ℓ, 일광 증진제 10 %omf를 사용하여 욕비 1:10, 135 ℃에서 40분간 해도형 PET 극세사 트리코트 편성물을 염색하여 염색된 시료의 마찰, 일광견뢰도를 평가하였다.

마찰견뢰도의 경우 염색포를 사용하여 건조 및 습윤 상태에서 마찰을 시킨 후 표준 면포의 오염등급은 건조 상태에선 3등급, 습윤 상태에서는 2-3등급의 결과가 나왔다. 이러한 이유는 심색화된 black 색상을 구현하기 위해 상대적으로 많은 양의 염료를 사용하였으므로 건조 조건에서는 3등급으로 오염등급은 양호하였으나, 습윤 조건에서 마찰 시킬 경우 건조 조건에서 마찰시킬 때 보다 표준 시료의 오염등급이 감소함을 확인할 수 있었다. 또한 블랙 색상의 해도형 PET 극세사 트리코트 편성물은 자동차 내부 장식재로 많이 사용되며 이는 우수한 일광견뢰도를 필요로 하며 일광 증진제 함량에 따른 일광견뢰도 결과 Table 3과 같이 모두 4-5등급으로 우수한 결과를 얻었다.

4. 결 론

본 연구에서는 해도형 PET 극세사 트리코트 편성물의 최적의 감량 조건 확립을 위해 NaOH 농도(10-30 %omf)에 따라 알칼리 감량 처리시 물리적 특성을 평가하였고, 최적의 알칼리 감량 가공 조건을 NaOH 25 %omf, 110 ℃, 60분으로 확립하였다. 또한 최적 조건에서 감량된 해도형 PET 극세사 트리코트 편성물을 블랙 색상으로 염색하기 위해 염색 온도(95-135 ℃), 염색 시간(20-60 min), 분산 염료의 농도(2-10 %omf), 분산제 함량(1-9 g/ℓ), pH 조절제 함량(1-9 g/ℓ), 일광 증진제 함량(5-25 %omf)의 변화에 따른 염색성을 평가하여 다음과 같은 결과를 얻었다.

1. 110 ℃, 60분간, NaOH 25 %omf, 욕비 1:10의 조건으로 감량 가공을 함으로써 약 23-24 %의 감량률을 가지는 해도형 PET 극세사 트리코트 편성물을 얻었다. 본 실험에서 사용된 편성물은 실리콘 수지가 함침된 편성물로써 기존의 감량 조건인 100 ℃, 30분간, NaOH 25 %omf, 욕비 1:10의 조건보다 가혹한 조건에서 감량이 이루어짐을 알 수 있다. 이로 인해, 편성물의 실리콘 도포량은 감량 가공 조건에 영향을 준다는 것을 확인할 수 있었다.
2. 110 ℃, 60분간, NaOH 25 %omf, 욕비 1:10의 조건으로 감량된 해도형 PET 극세사 트리코트 편성물의 최적의 염색 조건은 분산 염료의 농도 8 %omf, 분산제 1 g/ℓ, pH 조절제 1 g/ℓ, 일광 증진제 10 %omf를 사용하여 욕비 1:10, 135 ℃에서 40분간 염색하는 것이 적절하다고 판단된다.
3. 확립된 최적의 염색 조건에서 염색된 해도형 PET 극세사 트리코트 편성물의 마찰견뢰도는 건조 조건에서는 3등급, 습윤 조건에서는 2-3등급으로 다소 낮았으며 이러한 낮은 견뢰도는 동일한 심색화된 black 색상을 구현하기 위해 극세사의 경우 많은 양의 염료를 필요하게 되며, 결과적으로 열이행이 나타나기 때문으로 해석된다. 일광견뢰도는 모두 4-5등급으로 우수한 견뢰도를 얻을 수 있었다.

감사의 글

본 연구는 산업통상지원부와 한국산업기술평가관리원(KEIT)이 지원하는 청정생산기반 전문 기술개발 사업으로 수행된 연구결과입니다(10082317). 이 논문은 2019년도 BB21+ 사업에 의하여 지원되었음.

References

1. J. Koh, Weight Reduction and Dyeing Properties of Sea-island Type PET Supermicrofiber Fabrics, *Textile Science and Engineering*, **42**(6), 355(2005).
2. Y. K. Park, A. R. Jo, and J. J. Lee, Weight Reduction and Dyeing Properties of Sea-island-type Polyethylene Terephthalate Ultramicrofiber Fabric, *Textile Science and Engineering*, **52**(5), 344(2015).
3. O. Wada, Control of Fiber Form and Yarn and Fabric Structure, *Journal of the Textile Institute*, **83**(3), 322(1992).

4. T. Nakamura, S. Ohwaki, and T. Shibusawa, Dyeing Properties of Polyester Microfibers, *Textile Research Journal*, **65**(2), 113(1995).
5. B. H. Lee, The Dyeing Behavior of PET Bulky Yarn with Disperse Dyes, *Textile Coloration and Finishing*, **30**(2), 70(2018).
6. M. S. Park, J. H. Yun, and D. H. Jo, A Study on Extraction Condition of Co-PET from PET/Co-PET Sea-Island Type Microfiber Fabric, *Textile Coloration and Finishing*, **13**(2), 34(2001).
7. H. R. Kim, H. K. Jang, and J. J. Lee, Black Dyeing of PET with Disperse Dyes of Three Primary Color, *Textile Science and Engineering*, **45**(6), 331(2008).
8. J. H. Kim, Increase in Color Depth of Polyester Fabric by Resin Treatment, *Textile Coloration and Finishing*, **26**(3), 187(2014).
9. T. K. Kim, J. H. Jeon, and E. C. Kim, The Process Optimization for Development of Super Deep Black Fiber, *Textile Coloration and Finishing*, **19**(1), 53(2007).
10. Y. Kim, H. Lee, and J. C. Kim, Alkaline Hydrolysis Behavior of Poly(trimethylene Terephthalate) Fiber, *Journal Korean Fiber Society*, **37**(2), 118(2000).
11. M. Seo, A Study on the Alkali Hydrolysis of PET Fabrics with Ultrasonic Application (I) -Decomposition Rate Constant and Activation Energy, *Textile Coloration and Finishing*, **14**(4), 18(2002).
12. H. S. Kim, E. S. Shin, and J. J. Lee, Weight Reduction and Dyeing Properties of Sea-island-type Polyethylene Terephthalate Ultramicrofiber Knitted Fabrics, *Textile Science and Engineering*, **51**, 34(2014).
13. Y. Washino, "Functional Fibers", Trends in Technology and Product Development in Japan, Toray Research Center, Japan, 1993.
14. J. E. Lee, Investigation on Alkali Hydrolysis of PET/co-PET Ultra-microfiber, *Textile Science and Engineering*, **55**(5), 343(2018).
15. H. T. Cho and H. Lee, Dyeing Behaviors of a Disperse Dye on Ultra-micro PET Fibers, *Textile Science and Engineering*, **47**(2), 77(2010).
16. S. H. Yoon, T. K. Kim, Y. J. Lim, and K. M. Cho, The Interpretation of Dyeing Behavior of Poly(trimethylene terephthalate) Fiber with a Disperse Dye, *Textile Coloration and Finishing*, **13**(4), 23(2001).
17. I. I. Jung, Supercritical Fluid Dyeing of Polyester Fiber with Two Different Dispersion Dyes, *Clean Technology*, **17**(2), 110(2011).
18. S. Kim, Dyeing Properties and Improvement of Washfastness of Ultrafine Polyester, *Textile Coloration and Finishing*, **15**(1), 48(2003).
19. E. Tsatsaroni and I. Eleftheriadis, UV-absorbers in the Dyeing of Polyester with Disperse Dyes, *Dyes and Pigments*, **61**(2), 141(2004).

Authors

강정민 부산대학교 유기소재시스템공학과 석사과정 학생
김민구 부산대학교 유기소재시스템공학과 석사과정 학생
이지은 부산대학교 유기소재시스템공학과 박사과정 수료
고재왕 한국신발피혁연구원 선임연구원
김일진 한국신발피혁연구원 선임연구원
이재년 한국신발피혁연구원 책임연구원
이동진 한국신발피혁연구원 책임연구원
고성익 ㈜정산인터내셔널 차장
정대호 ㈜정산인터내셔널 팀장
이승걸 부산대학교 유기소재시스템공학과 교수