

## 초극세 나일론 6 섬유의 열처리 및 염색성

정동석, 이두환, 이문철

부산대학교 섬유공학과

### Heat Treatment and Dyeing Properties of Nylon 6 Ultramicrofiber

Dong-Seok Jeong, Doo-Han Lee, Mun-Cheul Lee

Pusan National University, Pusan, Korea

#### 1. 서론

합성섬유 중에서는 폴리에스테르 다음으로 많이 생산되는 나일론 섬유는 최근에는 새로운 용도로서 극세 혹은 초극세 나일론섬유를 제조하여, 신감성, 고부가가치를 부여하는 차별화 상품으로서 이용을 개발·검토하고 있다. 이러한 세섬도 섬유를 사용한 소재가 폴리에스테르(PET)의 경우에는 형태 안정화를 위해 열처리를 실시하는데, 나일론의 경우도 공정 중에서 다양한 열의 영향을 받음으로써 염색성이나 화학적 성질에 변화가 생긴다. 그러나 나일론의 경우에는 PET에 비하여 열에 대하여 반응이 민감하며, 또한 황변 등의 제품에 큰 영향을 미친다. 나일론은 열가소성 성질을 가지며, 열의 작용에 의해 내부 구조의 변화를 쉽게 받는다. 이와 같은 열처리에 의해 물성 변화, 예컨대 X-선, 강신도, 밀도, 흡습도 등의 변화에 관하여 연구되어 섬유의 결정영역이 열처리에 의해 현저히 변화하는 것은 잘 알려지고 있다[1]. 또한 열처리에 의한 산성염료와 분산염료로 염색평형과 염색속도의 연구에서 열처리에 의해 염착 좌석 및 염착 통로의 감소가 발생하여 염착성이 저하[2]한다는 보고가 있다.

따라서 본 연구는 최근 인공피혁용 부직포로 사용되어지는 초극세 나일론 6 staple fiber와 비교 시료로서 레귤러 staple fiber를 사용하여 여러 가지 온도에서 열처리하여 염색성 및 물성 변화를 비교, 검토하였다.

#### 2. 실험

##### 2.1 시료

시료로서는 75d/36f 레귤러 나일론 6 staple fiber(모노데니어 2.08d) 및 75d/24f ultramicrofiber(UMF) 나일론 6 staple fiber(36분할, 해도형, 모노데니어 0.05d)를 탄산나트륨 1g/L와 모노겐 1g/L 수용액에서 60℃, 20분간 정련하였다. 초극세 섬유는 NaOH 1%, 100℃에서 30분간 처리하여 용해 성분을 제거, 탕세하였다.

## 2.2 열처리

시료가 스테이플(S.F.)이기 때문에 무긴장 상태에서 열풍건조기(동원이화학제)를 사용하여 100, 130, 160 및 180°C에서 10분 및 1시간 열처리하였다.

## 2.3. 염색

나일론 6 레굴러 및 마이크로화이버(UMF)의 염색 실험에 사용한 염료는 균염형 산성염료인 C.I. Acid Red 18과 밀링형 산성염료 C.I. Acid Blue 83으로써 특급시약(Tokyo Kasei, Japan)을 그대로 사용하였다. 염욕은 pH 5.0(아세트산/아세트산 나트륨 완충액)로 조정하였다. 염색속도 실험에서 염료농도는 Acid Red 18에 대해서는  $2.0 \times 10^{-4}$  mol/L로, 그리고 Acid Blue 83에 대해서는 염료 농도  $4.0 \times 10^{-4}$  mol/L, 욕비 1000:1, 염색 온도는 Red 18의 경우 60°C, Blue 83은 80°C에서 염색하였다. 평형염색은 Red 18의 경우 48시간, Blue 83은 120시간 실시하였다. 염색 후 수세, 건조한 염색물을 25% 피리딘 수용액으로 추출하여 비색정량에 의해 염착량을 구하였다.

## 2.4 물성

섬유 내부의 결정의 변화를 평가하기 위하여 광각 X-선 회절장치를 사용하여 나일론 시료의 광각 X-선 회절 곡선을 구하였다. 그리고 DSC 측정은 시차주사열량계(Shimadzu DSC-50)를 이용하여 승온 속도는 10°C/min, 시료 무게는 3 mg의 조건으로 질소 분위기 하에서 측정하여  $T_m$  및 결정화도를 구하였다.

## 3. 결과 및 고찰

Figure 1과 Figure 2에서는 열처리 온도에 따른 Acid Red 18의 염색속도곡선을 나타내었다. 열처리에 따른 염색성의 변화는 온도와 시간에 큰 영향을 받는다는 것을 알 수 있다. 즉 일반사의 경우는 각각의 온도에서 10분 처리하였을 경우에는 100°C에서 처리한 경우가 미처리보다 높으며, 130°C 이후에서는 점차 낮아지는 것을 알 수 있고, 1시간 처리한 경우에는 100°C에서는 거의 미처리와 같으나, 130°C 이후에서는 급격히 낮아지는 것을 알 수 있다. 그러나 마이크로화이버의 경우에는 레굴러섬유와는 다르게 10분 처리하였을 경우에는 단시간에서는 미처리가 높게 나타나지만, 1시간 처리하였을 경우에는 일반사와 동일하게 100°C에서는 거의 미처리와 같은 염색성을 보여주지만, 130°C 이후에는 급격히 낮아지는 것을 알 수 있다. Table 1에서는 열처리 온도에 따른 일반사와 극세사의 아미노말단기의 변화와 흡수도와 수분율의 변화를 나타내었다. 아미노말단기는 일반사의 경우에는 온도가 증가할수록 단시간(10분) 처리시에는 처리온도에 따른 영향은 거의 없지만, 장시간(1시간)의 경우에는 낮아짐을 알 수 있다. 그러나 극세사의 경우에는 단시간의 경우에는 미처리와 아미노 말단기의 차이는 거의 없지만, 장시간처리시에는 온도에 따라 크게 영향을 받는다는 것을 알 수 있다. 그리고 흡수도와 수분율에서도 처리시간과 처리온도에 따른 변화를 알 수 있다. Figure 3에서는 열처리온도에 따른 DSC곡선을 나타내었다. 일반사와 극세사 모두 열처리 온도가 증가할수록 결정화도가 증가하는 것을 알 수 있고, 180°C에서는  $T_m$ 의

초극세 나일론 6 섬유의 열처리 및 염색성

변화를 볼 수 있다. 또한, 초극세사의 경우는 160°C 이상에서는  $T_m$ 이 2 군데에서 나타남도 알 수 있다. 그리고 DSC 분석을 통한 결정화도를 Table 2에 나타내었다.

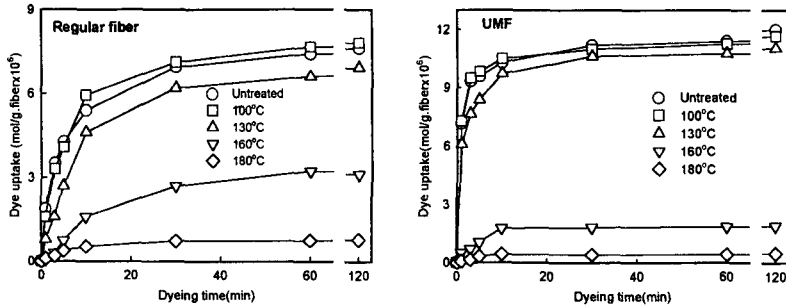


Figure 1. Dyeing rate of Acid Red 18 according to the heat treatment temperature at 10 minutes.

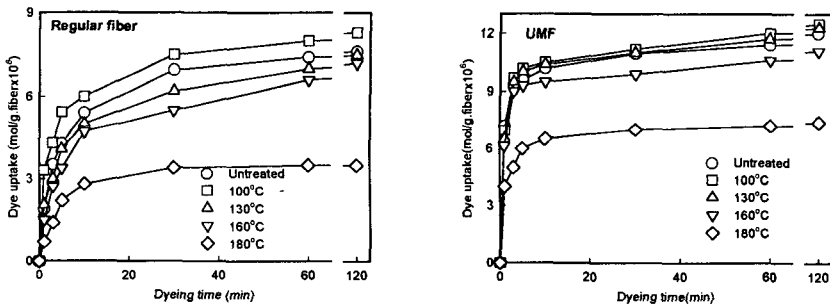


Figure 2. Dyeing rate of Acid Red 18 on nylon 6 regular and UMF staple fibers according to the heat treatment temperature for 10 minutes.

Table 1. Amino end group and rate of absorption and moisture regain in the heat treatment temperature and time

Treatment	Temperature/Time	Amino end group (content per 1g ( $10^{-5}$ eq))		Rate of absorption (%)		Moisture regain (%)	
		Regular	UMF	Regular	UMF	Regular	UMF
Untreated		0.8	0.8	11.31	21.73	4.20	4.02
100°C	10 min	0.6	0.8	11.73	21.91	4.10	4.04
	1 h	0.6	0.7	10.50	22.94	4.02	3.96
130°C	10 min	0.6	0.8	9.83	21.28	3.85	3.72
	1 h	0.5	0.7	8.89	22.20	3.67	3.74
160°C	10 min	0.6	0.8	8.13	18.49	3.51	3.53
	1 h	0.4	0.3	7.92	18.02	3.40	3.30
180°C	10 min	0.4	0.6	7.30	16.90	3.10	3.02
	1 h	0.4	0.3	6.50	16.30	3.02	2.85

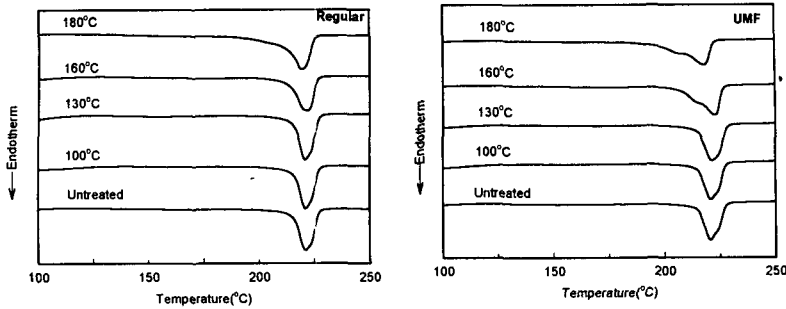


Figure 3. DSC thermogram of nylon 6 regular and UMF staple fibers according to the heat treatment temperature for 1 hour.

Table 2. Crystallinity of nylon 6 regular and UMF fibers after heat treatment by using DSC analysis

Sample	Degree of crystallinity(%)				
	Untreated	100°C	130°C	160°C	180°C
Regular	41.7	42.3	46.7	48.3	51.4
UMF	45.3	45.4	46.8	50.8	52.4

Heat treatment : 1 hour

#### 4. 결론

섬도가 다른 나일론 스테이플사(2.0d, 0.05d)를 다양한 온도에서 열처리하여 산성염료인 Red 18, Blue 83으로 염색하여 염색성(염색속도, 염색평형)을 비교 검토하고, 물성으로서는 X-ray, DSC를 통하여 물성의 변화 등을 구하였고, 흡수율과 수분율 등을 측정하였다. 건열 열처리에 의해 나일론 6 섬유의 결정화가 일어나고, 말단 아미노기가 감소하였고, 수분율도 감소하였다. 건열처리에 의해 나일론의 결정영역량의 증가는 염료분자의 통과에 장애가 되고 염색속도와 평형염착량의 저하를 가져다 준다. 이러한 경향은 온도와 시간에 많은 영향을 받는다는 것을 알 수 있다. 평형염착량은 건열 열처리 온도의 상승과 처리시간의 증가와 함께 감소율은 증가한다. 그러나 미처리에 비하여 100°C 열처리는 염색속도곡선도 증가하고 평형염착량도 증가하였으며, 또한 극세사의 경우에는 10분 열처리한 경우는 염착량이 오히려 미처리보다 증가하는 것을 알 수 있다.

#### 5. 참고문헌

1. A.L. Simal and A. R. Martin, *J. Appl. Polym. Sci.*, **68**, 441, **68**, 453 (1998)
2. Toru Shimizu and Uichiro Miyaoka, *Sen-i Gakkaishi*, **14**, 557(1958)