

폴리비닐알코올 마이크로피브릴 섬유의 염색 -마이크로피브릴 섬유의 표면적 평가-

김한도, 김재필, 김삼수*, 류원석*

서울대학교 재료공학부, *영남대학교 섬유패션학부

Dyeing of Microfibrillar Poly(vinyl Alcohol) Fiber - Evaluation of Surface Area of Microfibrillar Fiber-

Han Do Ghim, Jae-Pil Kim, Sam Soo Kim*, and Won Seok Lyoo*

Department of Materials Science and Engineering, Seoul National University, Seoul,
Korea

*School of Textiles, Yeungnam University, Kyongsan, Korea

1. 서론

폴리비닐알코올(poly(vinyl alcohol) (PVA))은 구조적인 단량체인 비닐알코올의 호변 이성질화 때문에 직접 중합에 의해서는 얻을 수 없으며, 아세트산 비닐 (vinyl acetate (VAc))이나 피발산 비닐 (vinyl pivalate (VPi))같은 비닐에스테르 계열 단량체를 사용하여 중합과 비누화 반응을 거쳐 제조되고 비누화 반응에서 모든 측쇄기가 효과적으로 제거되는 히드록시기 함유 선형 결정성 고분자이다[1-4].

일반적으로 많이 사용되는 단량체는 VAc인데, 이의 중합에 의해 얻어지는 폴리아세트산비닐 (poly(vinyl acetate) (PVAc))의 비누화를 통해서는 혼성배열 분말상의 PVA를 얻을 수 있다. VPi의 중합에 의해 얻어진 폴리피발산비닐 (poly(vinyl pivalate) (PVPi))은 PVAc에 비하여 물리적으로 큰 측쇄기를 가지고 있어서 입체장애 효과를 발현하기에 유리하므로 이의 비누화를 통해 교대배열 PVA를 제조하는 것이 가능하다. 특히 PVPi의 직접 피브릴화에 의해서 제조되는 PVA 마이크로피브릴은 그 구조에 있어 천연 섬유인 면이나 마의 성장 거동과도 같이 미세한 마이크로피브릴들의 집합체 형태를 띄고 있다[5-8]. 이는 PVA 마이크로피브릴 섬유가 방사에서 얻어진 필라멘트사와는 전혀 다른 표면 및 단면 구조를 가지고 있음을 의미하며, 이는 PVA 마이크로피브릴 섬유의 실질적인 표면적을 평가하기 어려운 이유이기도 하다.

섬유의 염착량을 결정하는 대표적인 요인으로는 섬유의 표면적과 결정화도를 들 수 있다. 즉, 결정화도가 낮아서 비결정 영역이 많고 표면적이 넓을수록 높은 수준의 염착량을 확인할 수 있다. 따라서 이와 같은 일반적인 염색 특성을 표준화된 PVA 필라멘트사에 적용하여 염착량의 상대·비교에 의한 PVA 마이크로피브릴 섬유의 표면적을 평가하는 데에 본 연구의 목적이 있다.

2. 실험

2.1 PVA 마이크로피브릴 극세섬유의 제조

VPI를 250 ml 용량의 3구 플라스크에 넣고 수분이 제거된 질소 기류하에서 교반하여 반응액 중의 산소와 수분을 제거한 뒤, 개시제 아조비스디메틸발레로니트릴을 1×10^{-4} mol/mol_{VPI}의 농도로 첨가하고 중합온도인 30 °C까지 반응계의 온도를 올린 뒤 소정 시간 중합하였다. 얻어진 PVPi를 헥산과 벤젠에 침전과 용해를 반복하여 잔류 미반응물들을 제거하고, 이를 진공하 40 °C에서 하루동안 건조하였다.

PVPi의 비누화는 500ml 용량의 4구 플라스크에 2g의 PVPi를 넣고 200ml의 테트라하이드로푸란에 녹인 다음 용액의 온도를 비누화 온도인 60°C까지 올린 뒤 교반하면서 정량의 수산화칼륨/메탄올 수용액을 적가한 뒤 3,000 rpm 이상의 속도로 교반하면서 20분간 반응시킨 후 고화된 반응물을 다른 용기로 분리하여 메탄올 500ml를 가한 후 기계적 충격이나 초음파 파쇄에 의하여 얻어진 연노란색의 섬유를 수차례 여과 및 세척하여 잔류 반응물을 제거한 다음 진공하 50 °C에서 하루동안 건조하였다.

2.2. PVA 필라멘트사와 마이크로피브릴 섬유의 결정화도

X-선 회절분석에 의해 PVA 필라멘트사와 마이크로피브릴 섬유의 결정화도 및 결정 배향을 평가하였다.

2.3. PVA 필라멘트사의 표면적

PVA 필라멘트사의 단면적을 편광현미경을 이용하여 고찰하고 이로부터 필라멘트사 단면의 반경을 구하였다. Figure 1은 PVA 필라멘트사의 외관을 보인 것이다.

2.4 PVA 필라멘트사 및 마이크로피브릴 섬유의 염색

C. I. Reactive Red 141을 Procion계 염료의 셀룰로오스 염색법에 준하여 PVA 필라멘트사 및 마이크로피브릴 섬유로 염색하였다. 염색시간과 염색의 농도를 변화시키며 염색을 시행하였다. Table 1은 본 연구의 염색 조건을 예시한 것이며, 염색 방법은 Figure 2에서 보였다.

2.5 UV-VIS 분광분석

PVA 필라멘트사 및 마이크로피브릴 극세섬유의 염착 거동을 확인하기 위하여 Diode Array Spectrophotometer 8452A (Hewlett Packard)를 이용하여 염색 후 잔류에 대한 UV-VIS 분광분석을 실시하였다.

3. 결과 및 고찰

단면적과 결정화도가 알려진 PVA 필라멘트사의 염착량을 단위면적 당의 양으로 환산하여 표준적인 수치로 삼았다. 또한 이를 같은 수준의 결정화도를 갖는 교대배열 PVA 마이크로피브릴 섬유에 대해서도 같은 것으로 가정하였다. 이로부터 표면적이 알려지지 않은 PVA 마이크로피브릴 섬유의 유효 표면적을 예측하는 것이 가능하였다.

4. 참고문헌

1. W. S. Lyoo, and W. S. Ha, *Polymer*, **37(14)**, 3121 (1996).
2. W. S. Lyoo, and W. S. Ha, *J. Polym. Sci., Polym. Chem. Ed.*, **35**, 55 (1997).
3. W. S. Lyoo, B. C. Kim, and W. S. Ha, *Polym. J.*, **30(5)**, 424 (1998).
4. W. S. Lyoo, J. Blackwell, and H. D. Ghim, *Macromolecules*, **31(13)**, 4253 (1998).
5. W. S. Lyoo and W. S. Ha, *Polymer*, **37(14)**, 3121 (1996).
6. W. S. Lyoo and W. S. Ha, *Polymer*, **40**, 497 (1999).
7. B. C. Kim, W. S. Lyoo, and W. S. Ha, *Polym. J.*, **32(2)**, 159 (2000).
8. J. Cho, W. S. Lyoo, S. N. Chvalun, and J. Blackwell, *Macromolecules*, **32**, 6236 (1999).

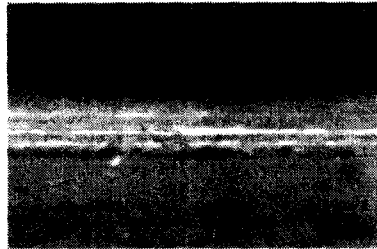


Figure 1. Polarized optical microscopy of PVA filament fiber.

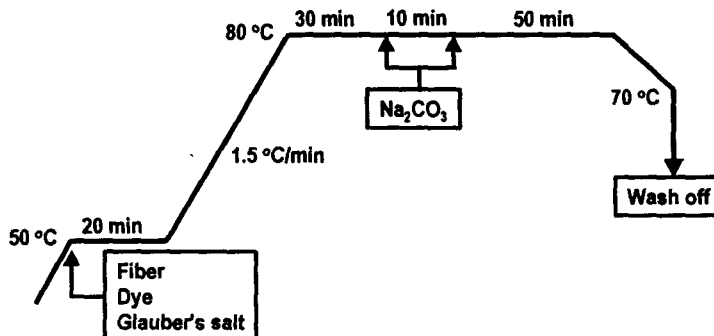


Figure 2. Time schedule of dyeing of microfibrillar PVA fiber with C. I. Reactive Red 141.