

파일럿 규모 초임계 염색에 관한 연구

김병희, 최준혁, 안재명, 이건호, 손보국, 심재진, 이광수*

영남대학교 응용화학공학부, *(주)삼일산업

1. 서론

기존의 습식염색법이 에너지 다소비형일 뿐만 아니라 분산염료를 이용해 PET, Nylon 과 같은 합성섬유를 염색할 때 첨가되는 조제(계면활성제, 균염제, 유연제 등)가 난분해성 폐수를 유발시킨다. 이를 방지하기 위한 새로운 초임계염색법이 1991년 독일의 Schollmeyer 교수[1,2]에 의해 보고된 이후, 한국, 미국, 이태리, 프랑스 등에서도 이에 관한 연구가 활발히 진행되어 현재 많은 연구 성과를 거두고 있다.

초임계유체는 액체와 기체로 구별할 수 없는 임계점 이상의 상태에 있는 유체이다. 이 유체는 온도와 압력이 변함에 따라 염료의 용해도가 변하고, 액체와 유사한 밀도와 기체와 유사한 점도, 확산계수를 가지고 있다. 현재 이 실험에서 사용한 유체는 이산화탄소이다. 이산화탄소는 독성이 없고, 인체 및 환경에 무해한 장점 때문에 최근에 널리 사용되고 있으며, 다른 유체에 비해 낮은 임계점($T_c=31^\circ\text{C}$, $P_c=7.3\text{ MPa}$)을 가지고 있어 경제성이 있다고 볼 수 있다.

본 연구에서는 90년 초반부터 계속 진행되어 온 기본적인 단계의 염색 연구결과를 바탕으로 하여 중간단계인 파일럿 규모 초임계염색기에서 염색을 수행함으로써 상용규모 초임계염색기를 개발하는데 필요한 기초자료를 얻고자 한다. 아울러 이러한 초임계 염색은 폐수가 발생하지 않는 환경친화적인 사업으로서 향후 염색사업에 크게 기여할 것으로 기대된다.

2. 본론

초임계 염색은 직물의 팽윤시켜 염료를 쉽게 침투해 들어갈 수 있으며, 직물과 유체사이에서 평형에 도달한 후 감압시키면 분자량이 큰 염료는 직물 내에 영구히 갇히게 되어 염색이 이루어진다.

이 실험에 사용된 염료는 anthraquinone계 염료중 분산제가 첨가되지 않은 순수한 분산염료(C. I. Disperse Red 60, C. I. Disperse Yellow 54, C. I. Disperse Blue 60)를 사용하였으며, 용매인 이산화탄소는 99.99%를 사용하였다. 이 실험에 사용된 직물은 전치리를 거친 염색 직전 단계의 Polyester 합성섬유와 Microfiber 섬유를 사용하였다. 파일럿 규모 (5 L) 염색장치는 Figure 1에 그 개략도를 나타냈다.

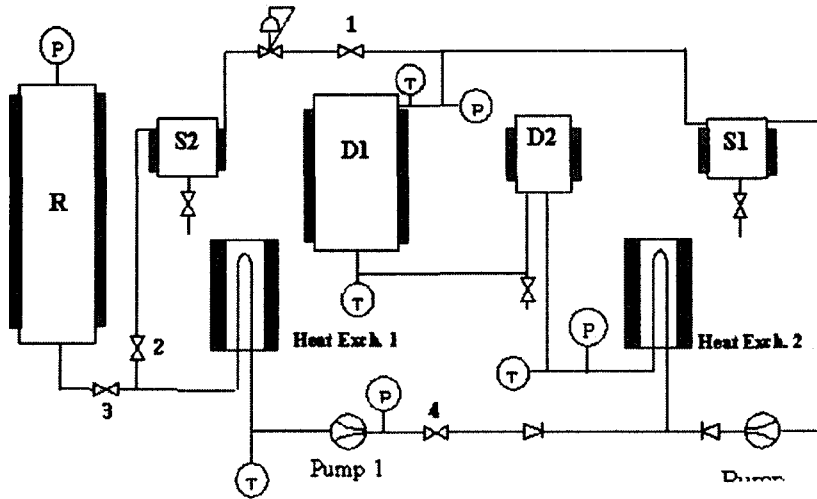


Figure 1. Schematic Diagram of the Bench-Scale Supercritical Fluid Dyeing Equipment

실험방법은 염색될 직물은 염색조(D1)에 넣으며 분산염료는 염색조의 앞쪽에 위치해 있는 용기(D2)에 넣었다. 이산화탄소를 주입한 후 초임계상태로 만들기 위해 Pump 1(Haskel Model AG-62)을 사용하여 가압하고 열교환기와 Water Jacket을 사용하여 가열하였다. 염색조건에 도달하면 Pump 2(Haskel model AGD-15)를 사용하여 초임계유체를 순환시켜주었다. 염색이 완료되면 Valve(1)를 열어 감압시켰다. 이산화탄소는 저장탱크(R)에 저장되며 초임계이산화탄소에 잔류하고 있던 염료분자들은 분리조(S2)에 분리된다. 각각의 용기를 연결하는 tubing의 온도를 염색온도로 유지시키기 위해 ceramic fiber를 사용하여 단열시켰다.

염색된 직물의 균염도를 측정하기 위해 CCM(Computer Color Matching, MaC-Beth Model Color-I3100)을 사용하였고, 표면구조의 촬영은 SEM(HITACHI, Model S-4200)을 사용하였다(Figure 2). 염색성을 비교하기 위해 세탁, 마찰, 일광, 승화견뢰도를 염색기술 연구소에 의뢰하여 결과를 비교하였다.

3. 결과 및 고찰

Bench규모 초임계염색기에서 염색한 polyester와 microfiber직물의 색차를 측정하였다. Figure 5는 직물의 양을 400 g (35 cm × 1000 cm)으로 하여 동일한 온도, 압력 조건 (Polyester : 393.2 K, 300 bar, Microfiber : 403.2 K, 300 bar) 하에서 같은 양의 염료 (Polyester : C. I. Disperse Red 60, 1 wt% dye/polymer, Microfiber : C. I. Disperse

Red 60 and Yellow 54(mixing) 1 wt% of textile)를 넣고 일정시간 염색 후, 빛에 감긴 직물로부터 매 1 m 간격으로 sample을 채취하여 직물의 위치에 따른 염착량의 변화, 즉 불균염도를 측정 한 결과이다. 여기에서 K/S값은 산란계수(S)와 흡수계수(K)의 비를 나타낸 것으로서 이 값을 가지고 염착 정도를 예측할 수 있다.

Figure 2에서는 polyester와 microfiber 직물의 균염이 된 시간들의 CCM을 나타냈었다. Microfiber는 극세사로 된 직물이므로 polyester보다 균염이 된 염색시간이 오래되었다.

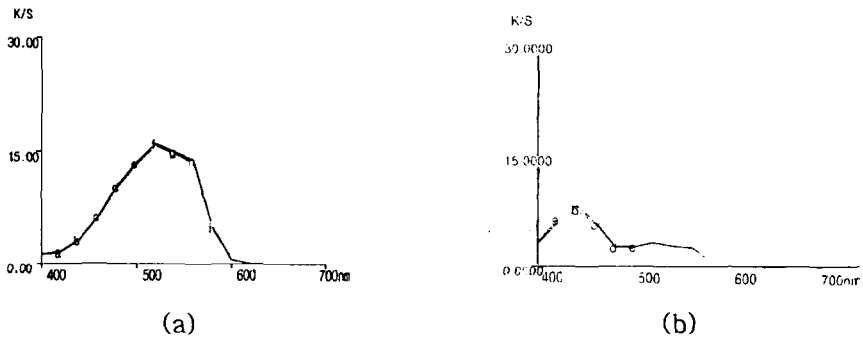


Figure 2. Results of the dyeing uniformity test by CCM for polyester and microfiber textile. (a) 1.5 hrs(polyester), (b) 4 hrs(microfiber)

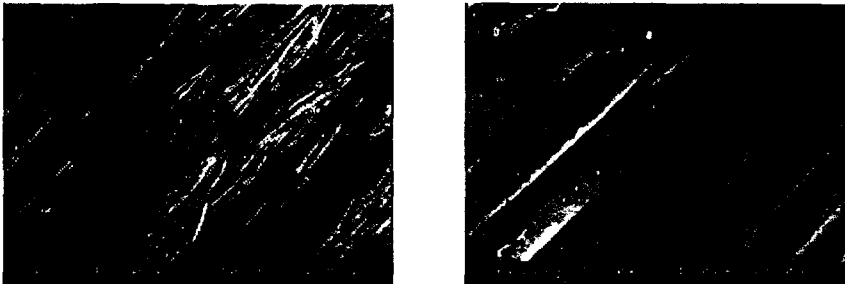


Figure 3. Scanning electron micrographs of the back surface of microfiber textile fibers that were dyed for 4 hours with a dye mixture of C. I. Disperse Red 60 and Yellow 54 dye at 402 K and 300 bar

4. 결론

Polyester 직물은 균염이 이루어 질려면 1-3시간(Dye : C. I. Disperse Yellow 54, Red 60, Blue 60)정도의 시간이 되어야 하고 온도와 압력은 120℃, 300 bar 정도는 되어야 한다. 이 직물보다 더욱 더 섬세한 직물인 microfiber는 130℃, 300bar에서 4시간정도 염색을 해야 균염이 이루어진다. 그리고 염료의 종류에 따라서 염색 시간이 달라진다.

5. 참고문헌

1. Saus, W.;Knittel, D.; Schollmeyer, E., *Textile Res. J.*, **63**(3), 135-142 (1993)
2. Gebert, B.; Saus, W.; Knittel, D.; Buschmann, Hans-Jurgen; Schollmeyer, E., *Textile Res. J.*, **64**(7), 371-374 (1994)
3. 박상철, “초임계이산화탄소-고분자계에서의 분산염료 수착평형”, 석사학위논문, 영남대학교, 22 (1998)
4. Sung, H.-D., and Shim, J.-J., *J. Chem. Eng. Dats*, 44 (1999)
5. Bach, E., E. Cleve and E. Schollmeyer, *Proceedings of the 3 re International Symposium on High-Pressure Chemical Engineering*, 581-586 (1996)
6. Tuma, D., G. M. Schneider, *J. Supercritical Fluids*, **13**, 37-42 (1998)