

# 염색가공용 섬유제품상의 호제 판별 시험법의 표준화에 관한 연구

박성민, 김은아, 이기풍

한국염색기술연구소 시험연구팀

## 1. 서 론

일반적으로 직물은 제직성을 향상시키기 위하여 경사에 호제 및 유제를 가하여 제직한다. 이러한 호제는 크게 천연호제와 합성호제가 사용된다. 염색가공시에 원단에 잔류하는 호제는 염료나 약제의 침투를 방해하여 얼룩을 일으키며, 촉감에도 영향을 미치기 때문에 제거하지 않으면 안 된다. 염색 가공 업체는 생지의 입고시나, 전처리공정 이후에 섬유에 부착되어 있는 호제의 종류 및 양을 판정하는 시험 방법이나 시약이 없기 때문에 sizing업체나 제직업체 그리고 원단 생산업체의 경험(호제의 종류, 혼합비, 부착량, 제직후 보존기간 등)에 의존하여 전처리공정 처방을 정할 뿐만 아니라, 전처리 이후에는 숙련공이 호발 정도를 임의로 판단하기 때문에, 전처리 공정처방 및 제품 품질에 대한 정보의 공유화가 이루어지지 않고 있으며, 숙련공의 높은 이직을 때문에 생산 제품의 품질 관리에 더욱 주의가 요구된다. 이러한 현실로 인하여 sizing공장, 제직공장, 원단생산업자, 염색가공업체와의 claim 및 책임전가 문제가 끊이지 않고 있다. 또한, 생지상의 호제의 종류, 호부량, 생산일자, 호발정도에 대한 정확한 처방자료가 없는 상태에서 전처리 작업을 행하다 보니, 염색조제 및 알카리가 과다 사용되고 있으며, 작업 lot간 품질의 차가 많고, 전처리 불량에 의한 염색가공제품의 품질사고가 빈번하다. 따라서, 본 연구에서는 현재 시판중인 호제 및 국내에서 생산중인 각종 생지를 수거하여 각 생지별 호제의 종류 및 가호 및 탈호 특성을 비교하여 생지에 부착된 호제의 종류 및 호부율을 쉽게 판별 할 수 있는 시험법을 검토하였다.

## 2. 실험 및 자료조사

### 2.1 시료

- ① 호제: 국내 시판중인 섬유 가호용 호제(10개사 30종)
- ② 생지: 현재 염색가공업체에서 작업중인 sizing이 된 면직물, 나이론 직물, 폴리에스테르 직물, 교직물, 해도사 및 분할사 직물, 기타직물 등 총 100점

### 2.2 시약

Potassium iodine, Iodine, Ethyl alcohol, Boric acid, Copper(II) sulfate pentahydrate acid,

Brom phenyl blue, Mixed indicator5(MERCK) 등의 1급시약을 정제없이 그대로 사용하였으며, 호발제(Sunmol PS, NICCA KOREA) 소다회(Na2CO3,1급), 염기성염료 등을 사용하였다.

## 2.3 실험장치

항온건조기(Constant Temperature Oven, DN 610),실험용건조기(Lab.Drying,Curing&Setting Apparatus,LTE(Mathis)), Thermo Shaker (NTS-3100(EYELA),주사전자현미경(5800-LV)(JEOL)/EDS(ISIS-3000, OXFORD)), 적외선 분광분석기(spectrum GX, PERKIN ELMER)등을 사용하였다.

## 2.3 실험방법

### 2.3.1 호부착률의 측정

수거된 생지의 호부착률은 KS K 0251:2001시험법에 준하여 호부사를 약 5g 정도로 채취하여 오븐에서 향량이 될 때 까지 건조후 정련제 2g/l, 소다회 2g/l(면직물의 경우, 산화호발제(브롬산소다) 1g/l 추가) 의 농도로 98℃에서 40분간 탈호 수세후 실험용 건조기에서 105℃에서 향량이 될 때 까지 건조시킨후 무게를 달고, 식(1)로 호부착률(%)를 계산하였다.

$$\text{호부착률(\%)} = \frac{\text{처음 시험편의 오븐건조무게} - \text{정련처리후 시험편의 오븐건조무게}}{\text{처음 시험편의 오븐건조무게}} \quad \text{---(1)}$$

### 2.3.2 시약에 의한 호제의 판별

시약에 의한 호제 판별은 다음과 같이 호제별 판별시약을 제조하여 정색반응 및 침전반응으로 각각의 호제를 판별하였다.

#### ① 전분호제 판별용 지시약의 제조

100%의 potassium iodide 10g을 100ml물에 용해시킨 후, iodine 0.635g을 첨가하여 완전히 녹을 때까지 교반 하였다. 여기에 물 800ml을 채우고 ethyl alcohol(95w/v%)로 전체가 1000ml가 되게 제조하여 사용하였다.

#### ② PVA호제 판별용 지시약의 제조

100%의 boric acid 40g/l 수용액을 만들고 이 수용액을 . 전분감별용으로 만든 지시약과 1:1 비율로 혼합하여 사용하였다.

#### ③ 아크릴호제 판별용 지시약의 제조

Brom phenyl blue 1g을 ethyl alcohol(95w/v%)에 녹여 1000ml가 되게 제조하여 사용하였다. Mixed indicator5(MERCK) 지시약은 정제없이 그대로 사용하였다.

#### ④ CMC/Acrylate 판별용 지시약의 제조

Copper(II) sulfate pentahydrate acid 40g/l 수용액을 만들어 사용하였다.

### 2.3.3 적외선 분광분석기에 의한 호제의 감별

국내시판중인 섬유가호용 호제를 업체별로 수거하여 표준상태에서 필름을 제조하여 적외

선 분광분석기(spectrum GX, PERKIN ELMER)을 사용하여 호제의 구조를 확인하였으며, 수거된 생지를 pH 12, 온도98℃×30min 열탕처리후 추출된 호제를 적외선 분광분석기(spectrum GX, PERKIN ELMER)를 이용하여 호제의 구조를 확인 및 종류를 판별하였다.

#### 2.3.4 염기성 염료를 이용한 호발성의 비교평가

수거된 생지의 동일조건하의 호발정도를 평가를 위한 일반적인 호발실험조건은 다음과 같다. 호발제(Sunmol PS, NICCA KOREA)의 사용농도 0.5g/ℓ, 소다회(Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>)의 농도 0.5g/ℓ, 액비 1:50, 호발처리온도 90℃에서 10sec, 30sec, 60sec, 600sec동안 각각 처리후 냉수로 4초간 수세 하고, 염기성염료(1g/ℓ)를 이용하여 가염(50℃×30sec)을 하였다.

#### 2.3.5 전자현미경 및 EDS를 이용한 표면관찰 및 분석

호발처리 전·후의 경사의 호제 부착상태를 전자현미경으로 관찰하고, 호발처리후 호발이 완벽하지 않은 원단의 표면상태 및 무기성분의 부착유무를 전자현미경 및 EDS를 이용하여 확인 하였다.

### 3. 결과 및 고찰

#### 3.1 호부착율

원단의 종류에 따라 5%~15%정도로 다양하였다

#### 3.2 적외선 분광분석법에 의한 호제의 구조확인

아크릴계 호제에 대한 FT-IR스펙트럼의 분석결과로서 1720cm<sup>-1</sup> 부근에서 COOH와 COOC-H<sub>3</sub>, COOC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>의 카르보닐기(C=O)의 흡수피크가 나타났고, 1100~1300cm<sup>-1</sup> 부근에서는 C-O의 흡수피크가 확인되었다. 또한, 2200cm<sup>-1</sup> 부근에서 아크릴로니트릴 단량체의 구조에서 비롯되는 C≡N의 흡수피크가 나타났다. 한편, 유화중합법으로 합성된 아크릴계 호제의 구조를 살펴보면, 3000cm<sup>-1</sup> 피크의 왼쪽부분(C-H의 흡수피크)과 750cm<sup>-1</sup> 부근에 흡수피크가 발견됨에 따라 방향족을 가진 스티렌 단량체의 구조가 확인된다.

PVA의 스펙트럼은 -C-O 결합과 -OH기의 효과에 연관하여 1095cm<sup>-1</sup>의 대에서 흡수특징을 나타낸다. 그러나 전분의 스펙트럼은 이 부분에서 약간의 부출이 나타나지만 PVA와 전분 모두 1020cm<sup>-1</sup>의 대에서 흡수특징을 나타내며 전분은 1000cm<sup>-1</sup>의 이하에서 강한 대를 나타내고 있다. 1000cm<sup>-1</sup>의 대에서의 흡수력은 PVA에 비해 전분의 것이 더 크고 이 1000cm<sup>-1</sup>의 대 이하의 밴드와 1020cm<sup>-1</sup>의 대 밴드는 너무 가깝기 때문에 해석이 되기 어렵다.

#### 3.3 감별지시약에 의한 호제의 감별

전분의 경우 amylose가 1회전에 6개의 glucose 잔기가 들어가는 나선구조를 가지고 있으며 요오드를 가하면 요오드가 나선내에 들어가 포접화합물을 형성하여 색상(보라색)을 나타내며, PVA의 경우, PVA고분자가 boric acid와 히드록시기간의 가교를 형성할 수 있기 때문에 PVA에 boric acid를 투입하면 PVA고분자의 유변학적 특성 및 PVA와 요오드의 변색(갈색→청색)에도 큰 영향을 미친다. WJL용 아크릴 호제의 경우 호제의 말단기에 부착된 암모

니아(-NH<sub>3</sub>)를 지시약으로 감별함으로서 간단히 호제의 종류를 확인할 수 있다. 이는 IR측정 결과와 동일함을 확인할 수 있었다. 그러나, AJL용 아크릴 호제의 경우, 요오드, boric acid, 암모니아 감별지시약등으로 확인이 불가능 하였으며, copper(II) sulfate pentahydrate acid를 이용한 침전반응을 이용하여 확인이 가능하였다.

일부 교직물 및 신합섬직물의 경우 호제감별지시약으로 확인이 불가능한 제품이 다수 있었으나, 적외선분광분석법등으로 확인해본 결과, AJL용 아크릴, 수용성 폴리에스테르 고분자의 혼합물임이 확인되었다. 특히, 수용성 폴리에스테르 고분자의 경우 지시약등에 의한 간이감별이 어려움으로 현장작업시 사전에 호제의 종류에 대한 구분이 필요하다.

### 3.4 염기성 염료에 의한 호발성의 비교평가

Cation 염료를 이용한 생지 및 전처리 원단상 호제 확인은 소재가 폴리에스테르일 경우 명확히 나타나며, 호제의 종류를 확인할 수는 없다.

### 3.5 전자현미경 관찰 및 EDS 분석

생지 및 호발처리후 원단을 관찰한 결과 무기염(칼슘, 마그네슘등)의 부착이 많은 원단일수록 호발불량이 많이 발생하였다.

## 4. 결 론

- 1) 현재 사용중인 호제 및 원단의 경우 대부분의 호제성분이 전분, PVA, WJL용 아크릴, AJL용 아크릴, 수용성 폴리에스테르, vinyl co-polymer등이며, CMC, Sodium gluconate, alginate등의 호제는 사용되지 않는다.
- 2) 적외선 분광분석법에 의한 호제의 구조확인 단일성분일 경우는 쉽게 구별이 가능하나 복합화 되었을 때에는 각각의 호제 특성에 따라 해석하여야 한다
- 3) 호제판별지시약에 의한 감별은 전분, PVA, WJL용 아크릴 호제의 경우 간단히 확인되며, 지시약에 의한 변색반응을 화학적으로 설명이 가능하다, 그러나 AJL용 아크릴호제, CMC, 수용성 폴리에스테르의 경우는 간이감별이 어렵다.
- 4) 호제판별지시약에 따른 전분, PVA, WJL용 아크릴간의 대비는 명백히 나타나지만, 농도 및 사용량에 따른 색상의 변색정도차이가 크기 때문에, 지시약의 조성 및 사용량에 대한 표준화가 반드시 필요하다. 또한, 지시약등에 의해 간이 감별이 되지 않는 호제에 대한 간이감별 시험법의 지속적인 연구가 필요하다.
- 5) Cation 염료로 생지 및 전처리 원단상의 호제를 확인하려면, 폴리에스테르섬유의 경우에는 사용될 수 있지만 기타 소재의 호제의 변별력이 없다.
- 6) 전자현미경 및 EDS로 생지 및 호발처리후 원단을 관찰한 결과 무기염의 부착이 많은 원단일수록 호발불량이 많이 발생하였으며, 주로 칼슘, 마그네슘등의 무기염등이 많이 부착되어 있었다. 이러한 무기염은 가호공정 및 제직공정수에 기인하는 것으로 사료된다.

**Table 1.** Sizer kind and content(%) of each textiles

NO	경사	위사	호제의 종류	호부착율(%)
1	CD16×CD20/2+PU70	CD16×CD20/2+PU70	전분 PVA	10
2	CD30 68×68	CD30 68×68	전분	12
3	CD40 133×72	CD40 133×72	전분	12
4	MO/PF45+P150×MO/PF45	MO/PF45+P150×MO/PF45	전분 PVA	14
5	LY50 120×94	LY50 120×94	전분 PVA	10
6	CM40+P150×CM20/2+P150+PU40	CM40+P150×CM20/2+P150+PU40	전분 PVA	11
7	OE10×CORE16	OE10×CORE16	전분 PVA	13
8	CD10×CD20/2+PU70	CD10×CD20/2+PU70	전분 PVA	13
9	CM30×CORE30	CM30×CORE30	전분 PVA	14
10	CM30×CORE16+PU70	CM30×CORE16+PU70	전분 PVA	15
11	CM20×CM10+PU40	CM20×CM10+PU40	전분 PVA	13
12	CM20×CORE20+PU70	CM20×CORE20+PU70	전분 PVA	15
13	CM40/2+PU40	CM40/2+PU40	전분 PVA	13
14	PN50+P100×PN50+CM50	PN50+P100×PN50+CM50	PVA	14
15	SLUB20 100×70	SLUB20 100×70	전분 PVA	12
16	PN50+P100×CM50+PN50	PN50+P100×CM50+PN50	PVA	12
17	PN50+P100	PN50+P100	PVA	12
18	CD30×CD30/2+PU70	CD30×CD30/2+PU70	전분 PVA	15
19	CD20×CD10	CD20×CD10	전분 PVA	14
20	T/C40/2×CM10	T/C40/2×CM10	전분 PVA	13
21	CM20×CORE10+PU70	CM20×CORE10+PU70	전분 PVA	14
22	CORE20+PU70	CORE20+PU70	전분 PVA	12
23	CM30×CORE40+PU40	CM30×CORE40+PU40	전분 PVA	15
24	CM30×ORE40×PU40	CM30×ORE40×PU40	전분 PVA	14
25	CM20×CORE10	CM20×CORE10	전분 PVA	13
26	CM30×CM30+OE10	CM30×CM30+OE10	전분 PVA	15
27	CM50×CORE40	CM50×CORE40	전분 PVA	13
28	CM30×LY30+PU40+core40	CM30×LY30+PU40+core40	전분 PVA	12
29	CM60 160×90	CM60 160×90	전분 PVA	15
30	CM50 68×68	CM50 68×68	전분 PVA	15
31	CM60 140×120	CM60 140×120	전분 PVA	16
32	CM20 128×80	CM20 128×80	전분 PVA	16
33	CD30×CD30/2+PU70	CD30×CD30/2+PU70	전분 PVA	13
34	CM40×CORE30+PU40	CM40×CORE30+PU40	전분 PVA	13
35	CM60 90×88	CM60 90×88	전분	15
36	CM30×CORE40+PU40	CM30×CORE40+PU40	전분 PVA	13
37	CM40×CORE30+PU40	CM40×CORE30+PU40	PVA	12
38	CM40×CORE40+PU40	CM40×CORE40+PU40	전분 PVA	13
39	OE16×CORE16+PU70	OE16×CORE16+PU70	전분 PVA	12
40	M30 136×90	M30 136×90	전분 PVA	12
41	CM80 165×105	CM80 165×105	전분 PVA	11
42	CM60 90×88	CM60 90×88	전분 PVA	12
43	CM60 90×88	CM60 90×88	전분 PVA	11
44	SLUB20×SLUB17	SLUB20×SLUB17	전분 PVA	15
45	CM20×CORE20×PU70	CM20×CORE20×PU70	전분 PVA	13
46	CP60 130×90	CP60 130×90	전분 PVA	14
47	CM40×CORE30	CM40×CORE30	전분 PVA	10
48	CM40 COBBY	CM40 COBBY	전분 PVA	13
49	T/C45 COBBY	T/C45 COBBY	전분	11
50	CM80	CM80	전분 PVA	12

NO	경사	위사	호제의 종류	호부착율(%)
51	CD30/2+PU70	CD30/2+PU70	전분 PVA	15
52	CM70/2×LINEN60	CM70/2×LINEN60	PVA	13
53	CORE100/2 80×70	CORE100/2 80×70	PVA	15
54	CD20×CD30	CD20×CD30	전분 PVA	15
55	CORE30×CORE30	CORE30×CORE30	전분 PVA	14
56	CORE80	CORE80	전분 PVA	14
57	CM60 160×90	CM60 160×90	전분 PVA	15
58	CM60 160×90	CM60 160×90	PVA	14
59	CM30×CORE30+PU40+OE7	CM30×CORE30+PU40+OE7	전분 PVA	13
60	CORE20+PU70	CORE20+PU70	전분 PVA	13
61	CM40×CORE30	CM40×CORE30	전분 PVA	15
62	CM30×LINEN40+RAMIE36	CM30×LINEN40+RAMIE36	전분 PVA	16
63	CD10 72×74	CD10 72×74	전분 PVA	13
64	CD20×CORE30	CD20×CORE30	PVA	13
65	CORE30×CVC40/2+PU40	CORE30×CVC40/2+PU40	전분 PVA	'15
66	P/P 0609W	P/P 0609W	WJL용 아크릴	6
67	CM20×OE10	CM20×OE10	전분 PVA	14
68	CD14 89×51	CD14 89×51	전분	13
69	OE10×CORE16	OE10×CORE16	전분 PVA	14
70	CM60×CORE60	CM60×CORE60	전분 PVA	13
71	DTY 65/192(10100)	DTY 65/192	WJL용 아크릴	7
72	BR 50/24(7130)	N/P DTY 120/48	WJL용 아크릴	7
73	P/F 75/36(8200)	DTY 150/144	WJL용 아크릴	5
74	DTY 75/36(12800)	SIT 160/48	AJL용 아크릴Poyester	5
75	P/F 75/36(8200)	N/P 160/72 DTY	AJL용 아크릴Poyester	7
76	N/P DTY 160/72(7800)	CM 20'S	AJL용 아크릴Poyester	6
77	CD DTY 150/48	SIT 160/48/2	WJL용 아크릴	5
78	N/F 205/68	CM 303 + N 140/48	WJL용 아크릴	5
79	N/F DTY 70/68(10000)	P/F 50/6(700T/N)	전분 PVA	6
80	DTY 75/36(11800)	N/P DTY 160/72	AJL용 아크릴Poyester	7
81	DTY 75/36(13000)	SIT 160/48/2	AJL용 아크릴 Poyester	7
82	SIT 160/48(11300)	DTY 300/96	AJL용 아크릴 Poyester	8
83	CD DTY 150/48(7020)	N/P DTY 110/72	AJL용 아크릴 Poyester	6
84	N/P 75/36(11000)	N/P DTY 75/48	AJL용 아크릴 Poyester	4
85	FD DTY 50/72(9800)	COOLMAX 75/34(2600T/M)	AJL용 아크릴	5
86	DTY 50/144(11880)	DTY 50/144	AJL용 아크릴	7
87	SIT 160/48(13000)	P/F 150/46(1800T/M)	AJL용 아크릴Poyester	6
88	DTY 50/144	N/P DTY 75/48	AJL용 아크릴	8
89	SIT 160/48(11300)	N/P DTY 75/48	AJL용 아크릴	7
90	DTY 75/36(11800)	SIT 300/108	AJL용 아크릴 Poyester,vinyl	6
91	N/P 75/36(11000)	CM 80'1/2	AJL용 아크릴Poyester	6
92	PN40+P100	PN40+P100	AJL용 아크릴 PVA	4
93	T/C402×CO10	T/C402×CO10	AJL용 아크릴Poyester,vinyl	4
94	N/CP 6'422W	N/CP 6'422W	AJL용 아크릴 Poyester	8
95	D30903	D30903	AJL용 아크릴 Poyester	6
96	P/P 0126Y	P/P 0126Y	AJL용 아크릴 Poyester	6
97	N/NP 6216W	N/NP 6216W	AJL용 아크릴 Poyester,vinyl	7
98	PN40+P100	PN40+P100	WJL용 아크릴 PVA	8
99	CD30/2×CD30/2+PU70	CD30/2×CD30/2+PU70	JL용 아크릴 Poyester	6
100	N70/2+PU40	N70/2+PU40	AJL용 아크릴 Poyester	7

## 참고문헌

1. 각종 유제/호제의 최적 제거기술개발, 한국생산기술연구원(2001)
2. 제직준비 공정 기술, 영남대학교 지역협력연구센터(1997)
3. 섬유개발연구 Vol.10 No.8 제직의 원리(가호)
4. Filament용 합성호제, 한국섬유공학회지, 제 27 권 제 6호 (1990.6)
5. 면 가호공정의 최적작업조건에 관한 연구, 한국섬유기술진흥원(1995)
6. 염색가공제품의 결점원인과 대책, 한국염색기술연구소(2002)
7. 적외선 분광광도계를 이용한 경사빔에서의 PVA 호제 함량 측정, 섬유기술진흥지, Vol. 5, No.10
8. Byoung NChul Kim, Seung Gyoo Kim, Effect of Water Level on the Rheological Properties of Polyvinyl Alcohol/Dimethyl Sulfoxide/Water/Boric acid Solution Systems The Korean Journal of Rheology, Vol 11, No.1, (1999) pp.28-33
9. Joon Ho Kim, Jeung Mog Yu, Chan Jun Park. A Study on the Corelation between Monomer Compositions and Physical Properties of Acrylic Sizes. Journal of Korean Fiber Society Vol.35, No.3, (1998)
10. Encyclopedia of Textile Finishing, 2085-2097, Springer