

# Diester계 커플러를 이용한 Phthalimide계 신규 분산염료의 합성 및 염색 특성

## Synthesis and dyeing properties of novel phthalimide disperse dyes containing diester moiety

최종윤, 최재홍, 이현영, 정원식<sup>1</sup>

경북대학교 섬유시스템공학과, 경북대학교 기능물질공학과, <sup>1</sup>(주)이스트웰

### Abstract

본 연구는 diester계 커플러를 이용하여 phthalimide계 신규 분산 염료를 합성하였다. 대부분의 염료들은 4급 이상의 염착률을 보였고 견뢰도 평가에서는 alkali조건에서 multi-clearable dye가 되므로 세탁견뢰도는 염료 3과 5가 4-5급의 우수한 견뢰도를 가지며, 습·마찰견뢰도는 염료 2 및 6이 가장 우수하였다.

### 1. 서 론

섬유간의 혼방 및 교직물에서 PET와 같은 합성 섬유의 선호도가 증가함에 따라 분산염료의 세탁견뢰도 및 마찰견뢰도가 섬유제품의 품질을 좌우하는 요소가 되었다. 특히 혼방품은 스포츠나 레저용 의류에 많이 사용되어 세탁을 자주해야하므로 높은 수준의 세탁견뢰도가 요구되고 있다. 또 국제적으로 시험규격이 까다로워지고 있는 상황에서 견뢰도가 우수한 염료의 개발의 필요성에 따라 본 연구는 Diester계 커플러를 가진 신규 Phthalimide계 분산염료를 합성하고 PET 염색 시 견뢰도를 연구하였다.

### 2. 실 험

#### 2.1 중간체 및 염료의 합성

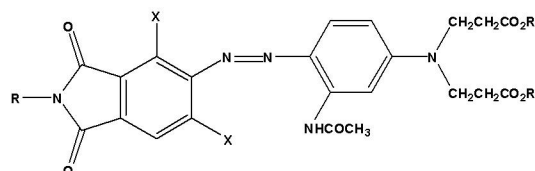
진한 황산과 발연 질산의 혼산에, phthalimide를 반응시켜 4-nitrophthalimide를 합성하였다. 이것으로부터 DMF와 K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>의 혼합액에서 N-alkylation하여 sec-butyl-4-nitrophthalimide과 N-butyl-4-nitrophthalimide를 각각 합성하고 염산 및 SnCl<sub>2</sub> 수용액에서 reduction하여 sec-butyl-4-aminophthalimide와 N-butyl-4-aminophthalimide를 얻었다. 이것들을 3-(N,N-dimethoxycarbonylethylamino)acetanilide와 coupling 하여 염료 1과 염료 2을 합성하였다. 또한 sec-butyl-4-aminophthalimide와 N-butyl-4-aminophthalimide를 HBr과 과산화수소의 혼합액에서 bromination

한 뒤 3-(N,N-dimethoxycarbonyl)ethylamino)acetanilide과 coupling하여 염료 3과 염료 4를 합성하였다. 염료 3, 4를 cyanation 하여 염료 5, 6을 합성하였다. 합성한 염료 및 중간체는 MASS, <sup>1</sup>H-NMR 및 E.A.를 사용하여 화학 구조를 확인하였다.

## 2.2 염색 및 견뢰도 평가

합성한 염료 6종으로 일반 PET 섬유와 해도형 PET 섬유를 염색하고 환원 세정 후 180℃에서 1분간 heat setting 한 후 UV-VIS absorbance값으로 염료 흡착량을 계산하고 CCM(X-rite 8200)을 사용하여 K/S값을 측정하였다. 마찰견뢰도는 AATCC CROCKMETER를 사용하여 건·습백포 10회 마찰, 세탁견뢰도는 M&S C4A법에 따라 multifiber의 오염도를 gray scale로 평가하였다.

Table 1. Structure of synthesized dyes



Dye	R	X
1	CH <sub>3</sub> -CH <sub>2</sub> -CH(CH <sub>3</sub> )-	H
2	n-C <sub>4</sub> H <sub>10</sub>	H
3	CH <sub>3</sub> -CH <sub>2</sub> -CH(CH <sub>3</sub> )-	Br
4	n-C <sub>4</sub> H <sub>10</sub>	Br
5	CH <sub>3</sub> -CH <sub>2</sub> -CH(CH <sub>3</sub> )-	CN
6	n-C <sub>4</sub> H <sub>10</sub>	CN

Table 2. Absorption spectra, exhaustion and fastness of synthesized dyes

DYE	$\lambda_{max}$ (nm) (D.M.F)	$\epsilon_{max}$ (D.M.F)	염착률(4% o.w.f)		견뢰도					
			일반 PET (%)	해도형 PET (%)	일반 PET		해도형 PET			
					세탁	마찰 (nylon오염기준)		세탁	마찰 (nylon오염기준)	
						dry	wet		dry	wet
1	508	49,430	68.1	74.6	3-4	4-5	3-4	3	4	3-4
2	510	66,350	69.1	71.2	4	4-5	4-5	3	4-5	4-5
3	471	33,080	64.1	63.1	4-5	4	4	4	4	3-4
4	465	31,260	67.9	72.7	3-4	4	4	3-4	4	4-5
5	602	38,650	78.41	73.6	4-5	4-5	4	4-5	4-5	4
6	547	33,650	75.1	73.1	4	4	4-5	3-4	3-4	4-5

### 3. 결 론

Phthalimide계 분산염료 6종은 치환기에 따라 다른 색상을 가지는데 염료 1, 2 는 508-510nm의 최대 흡수 파장을 가지며, red 계열의 색을 띄고 염료 3, 4 는 465-471nm로 orange 계열의 색을 띄며, 염료 5, 6 은 547-602nm로 blue 계열의 색을 띤다.

합성된 염료 6종중에서 염료 5 및 6이 일반 PET에 대한 염착률이 상대적으로 높으며, 해도형 PET에서는 염료 3을 제외하고 나머지 5종 염료의 염착률이 유사하다.

세탁견뢰도는 염료 3과 5가 4-5급의 우수한 견뢰도를 가지며, 습마찰견뢰도는 염료 2 및 6이 가장 우수하였다.

### 참고문헌

1. J. S. Koh, J. P. Kim, *Dyes and Pigments*, **37**, 3, 265-272(1998).
2. X. Collin, J. M. Robert, *Eur. J. Med. Chem*, **36**, 639-649(2001).
3. J. H. Choi, Dep. of Colour Chemistry and Dyeing, Leeds University, Ph.D. Thesis(1995).