

합금속 적색 크롬계 염료의 불용분 공정 개선 연구

박영신, 박진우

(주)디케이씨코퍼레이션

1. 서 론

염료는 가시광선을 선택적으로 흡수 또는 반사함으로써 고유한 색을 나타내는 물질을 색소라 정의하며 이들 화합물중 섬유 및 유사 소재에 대하여 친화성을 나타내어 용매, 특히 수용액 중에서 섬유상으로 이동, 염착 하여 일광, 세탁, 마찰 등의 여러 사용 목적에 이용될 수 있는 견뢰도를 지닌 색소를 지칭한다.

그러나 염료산업은 90년대 이후 염료 자체의 독성 여부 문제, 염색 공정에서 섬유에 고착되지 않은 상태로 폐수로 방류되는 염료로 인한 환경문제, 유럽 국가에서 자국의 섬유산업을 지키기 위하여 수출국에 요구되는 Eco-label 등의 환경인증 획득 여부, 유가상승으로 인한 자재값 폭등은 염료산업의 존폐의 위기로 몰아가고 있다.

이에 염료산업은 유해성 문제를 해결하고 불필요한 공정상의 문제점들을 개선하여 친환경염료 개발, 개선에 집중하고 있으며 환경인증 획득을 통하여 제품의 수출경쟁력을 높이는 방안을 모색 하고 있다.

본 연구에서는 당사에서 제조, 판매하는 청색을 나타내는 Cr을 함유하는 금속착염 염료의 중금속 제어를 통하여 섬유 내 염색학적 특성을 해외 우수 경쟁업체 제품과 염색학적 DATA를 비교하였다. 또한 본 제품의 단점인 불용분 발생공정의 원인을 찾아내었고 이를 해결하는 방안을 제시하였다.

2. 실 험

2.1 시료 및 시약

주원료로는 시약급으로 4-nitro-6-sulfonic-2-aminophenol, 5-nitro-2-aminophenol, 1-phenyl-3-methyl-5-pyrazolone를 사용하였으며 중화제로는 Na_2CO_3 를 사용하였다.

2.2 염료합성

4-nitro-6-sulfonic-2-aminophenol를 염산을 이용하여 저온에서 디아조화 반응을 한 뒤 1-phenyl-3-methyl-5-pyrazolone를 알칼리 상태에서 완용 하여 커플링반응을 하였다. 이 후 CrO_3 를 산성 조건으로 환원하여 앞선 중간체와 고온에서 반응하여 크롬이 함유된 중간체(를 얻어내었다.

그리고 같은 조건으로 5-nitro-2-aminophenol을 디아조화 반응을 후 1-phenyl-3-methyl-5-pyrazolone를 알칼

리 상태에서 완용 하여 커플링 반응을 통한 중간체를 얻는다.

이렇게 생성된 2가지 중간체를 활용하여 고온의 수용액 상태에서 약알칼리 조건 pH 7.5를 NaOH solution을 이용하여 비대칭 크로밍 반응(1:2 Asymmetric Chromming Reaction)을 통하여 적색 크롬계 합금속 염료를 얻어내었다.

2.3 염색

욕비 30:1로 Nylon6, Nylon66 섬유에 외국 우수 경쟁업체 제품을 기준으로 1%염색하였다. 염색은 온도와 시간 등의 염색조건을 고정하였고 염색이 완료된 후 수세 과정을 거쳐 건조하여 측색기를 이용하여 기존의 제품과 색상을 비교 하였으며 세탁 및 마찰 견뢰도를 확인하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1 불용분 발생 공정 원인과 해결

본 연구품목의 단점은 합성과정에서 발생하는 불용분이 발생한다는 것이다. 불용분은 TLC(Thin layer Chromatography)를 이용하여 분석하였으며 합성된 염료와는 같은 화합물로 판단 되었다. 다만 용해도가 낮고 부반응물 처럼 친수성이 낮은 상태를 나타낸다. 이러한 염료상의 불용분은 공정상 추가 공정을 포함하여야 하고 이로인해 투입되고 발생하는 원료로부터 다른 환경문제와 수율저하의 문제를 동반할 수 있다.

이 부분을 비대칭 크로밍 반응시 온도와 pH 변화에 따라 불용분 상태를 확인하였으며 아래의 표로 나타내었다.

표. 1. 온도와 pH에 따른 불용분 관계

	pH 5	pH 7.5	pH 10	pH12
80 ℃	불용분 제거	불용분 제거	불용분 존재	불용분 존재
70 ℃	불용분 제거	불용분 제거	불용분 존재	불용분 존재
60 ℃	염료합성 안됨	염료합성 안됨	염료합성 안됨	염료합성 안됨
50 ℃	염료합성 안됨	염료합성 안됨	염료합성 안됨	염료합성 안됨

4. 결 론

본 연구에서는 당사에서 제조, 판매하는 적색을 나타내는 Cr계 금속착염 염료의 중금속 제어를 통하여 합금속 투입량의 조절을 통한 친환경 염료로써 합성 가능성을 검토하였으며 또한 합성과정에서 나타나는 불용분 해결을 목적으로 하였다.

중금속 제어는 기준 물수의 30%까지 절감 가능하였으며 기존 공정상 과잉 투입되는 중금속 함량을 제어할 수 있었다. 또한 불용분은 합성 공정시 pH 조절로 제거 가능하였으며 추가로 발생하는 정제공정을

생략할 수 있어 환경처리비용 및 생사단가 하락을 기대할 수 있었다.

참고문헌

1. K. Hunger, Industrial Dyes, 310-330(2002).
2. K. Venkataraman, The chemistry of Synthetic Dyes, vol. I, 35~80(1952).
3. 김성훈, 염료화학, 59~60