

<研究論文(學術)>

Microwave 가열에 의한 Polyester 직물의 염색에 관한 연구(I)

서수정 · 임수경 · 김삼수

영남대학교 공과대학 섬유학부
(1998년 2월 18일 접수)

A Study on the Dyeing of Polyester Fabric by Microwave Heating(I)

Soo Jung Seo, Su Kyung Im, and Sam Soo Kim

School of Textile Engineering, Yeungnam University, Kyeongsan 712-749, Koera
(Received February 18, 1998)

Abstract—Microwaves are high frequency radiation capable of generating very rapid, uniform and efficient heating of textile material. Microwave heated dyeing of polyester fabric was tried with different solvent systems, irradiation time and dye concentration. Microwave fixation methods were used with 100% water, 30% urea, EG and DMF, respectively, pad-baths in which the padded fabrics were exposed over a heated or boiling water bath to maintain sufficient moisture content during irradiation.

In order to ascertain the relation between the dyeing property of polyester fabric and the microwave irradiation condition caused by microwave heating, the K/S values and fastness properties of dyed fabrics such as light, washing and sublimation fastness were measured.

1. 서 론

산업의 energy 원으로서 석탄에 이어 석유가 주로 사용되고 있으나 1, 2차 석유파동 이후 energy 절약에 대한 관심이 고조되면서 섬유산업분야 특히 염색가공분야에서는 폐열회수, 생산공정의 간소화와 저 energy 소비형 가공법의 개발 등에 많은 노력이 이루어지고 있다. 이러한 측면에서 microwave 에 의한 가열방식을 섬유의 건조 및 염색공정의 energy 원으로 응용할 경우, energy 절약에 따른 비용절감 및 염색폐수량의 감소화를 통해, 다량의 물과 열 energy 가 필요한 기존의 염색가공분야의 여러 가지 문제점에 대한 합리적인 대응책이 될 수 있을 것으로

생각된다.

Microwave 가열방식이 공업에 응용된 초기에는 식품의 건조·살균, 종이 및 목재의 건조, 고무의 가황 등에서 품질향상과 신제품 개발에 크게 기여하였으나, 그 적용분야는 매우 한정된 분야에서 이용된 정도이다. 그러나 1950년경 공업용 magnetron 이 개발되면서 부터 microwave 를 이용한 가열방식은 많은 분야에서 그 연구가 활발히 이루어져 왔다. microwave 가열방식이 섬유산업에 처음으로 이용된 것은 1950년대부터 시작되고 있으나, 염색가공분야에의 응용은 1975년경에 섬유의 건조에 이용되면서 부터이다¹⁾.

Microwave 란 300MHz~30,000MHz의 주파수를

갖고 0.01~ μm 의 극히 짧은 파장을 가진 전자파를 총칭하는 것으로 그 가열원리는 유전가열에 의한다¹⁷⁾. 즉, 임의의 방향으로 향하고 있는 쌍극자 집합체인 유전체를 microwave 전계에 두면 분극이라고 하는 전하 분리현상이 일어나면서 질서있는 쌍극자 형태로 배열되고, 전파의 극성변화에 따라 주기적으로 쌍극자의 극성이 변화하게 된다. 이 때문에 분자내 쌍극자의 진동, 회전, 충돌로 분자간 마찰 energy가 발생하여 유전체의 온도가 상승되면서 가열된다. 일반적으로 microwave 유전가열을 염색공정에 응용하면 다음과 같은 이점이 있다^{18~20)}.

첫째, 염색공정에서 padding 방법을 적용할 경우, 소량의 염액이 소요되므로 염색폐수의 양을 줄일 수 있으며, 연속염색으로의 응용이 가능하다. 둘째, 종래의 외부가열은 열전도에 의해 물체의 중심부까지 가열이 이루어지므로 염색 시간이 장시간 요구되지만, microwave 가열은 피가열물 자체가 발열체로 되는 내부가열방식이기 때문에 가열시간이 단축되므로 섬유의 손상이 적다. 셋째, 전파가 피가열물의 각 부분에 골고루 침투·흡수되기 때문에 발열이 균일하게 된다. 특히 2450MHz 라는 매우 높은 고주파를 사용하기 때문에 oven 식의 가열이 가능하고, 피가열물에 걸린 전압이 낮아서 방전이 일어나기 어려워 화재에 의한 손상과 변질의 위험 없이 균일한 가열을 할 수 있다. 넷째, 대부분의 경우 피가열물은 금속제 oven 내에서 microwave 조사를 받기 때문에 피가열물에만 선택적으로 흡수되므로 열교환 효율이 높게 되어 energy 효율이 크게 증진된다.

이 연구에서는 microwave 발생장치를 이용하여 energy, 염색시간 및 염색폐수의 감소를 위한 시도로, 3종의 분산염료에 대해 4가지 고비점용매를 사용하여 용매의 농도에 따라 polyester 직물을 padding 한 후, 소정 조건에서 microwave를 조사시켜 염색한 후 염착농도 및 견뢰도를 측정함으로써 microwave 가열에 의한 염색성을 검토하기 위한 기초 연구로서 실시하였다.

2. 실험

2.1 시료, 시약 및 염료

상법에 따라 전처리 및 감량가공된 polyester 직물

(경사 SD 75d/72f, 위사 SD 75d/72f; 2400 T/M)을 정련제(Greenda-SA, 삼익상사) 2g/l로 80°C에서 40분간 정련한 후 시료로 사용하였다.

용매로 사용된 urea, ethylene glycol(EG) 및 dimethylformamide(DMF)(德山藥品工業(株), 韓國)는 일급시약을 사용하였으며, 이염방지제로는 Primasol V[東國化工(株), 韓國]를 사용하였다. 또, 분산제로 Sunmorl BK-20T[韓國精密化學(株), 韓國]를, pH 조절을 위해서는 CH₃COOH[德山藥品工業(株), 韓國]를 사용하였으며, Na₂S₂O₄와 NaOH 도 일급시약 [和光純藥工業(株), 日本]을 사용하여 환원세정에 사용하였다.

염료는 anthraquinone type의 C.I. Disperse Red 60, monoazo type의 C.I. Disperse Blue 79와 nitro type의 C.I. Disperse Yellow 42를 사용하였다.

2.2 Microwave에 의한 염색

Microwave 가열에 의한 염색장치로 가정용 전자레인지(三星電子, RE 440, 주파수 2450MHz, 출력 0.7KW)를 사용하였으며, 3종의 분산염료별 용매의 농도와 처리시간을 달리한 소정조건에서 염색하였다.

Microwave 가열에 의한 염색에 있어서 균일한 염색을 하기 위해서는 steaming 공정이 중요한 요소임을 나타내는 연구^{10,21~25)} 등에 따라서 200ml의 물이 담긴 내열성 유리로 제작된 용기(직경 12.5cm, 높이 14cm)와 100ml의 물이 담긴 beaker 2개를 가열장치내의 회전판 위에 놓고 3분간 microwave를 조사시켜 내부의 상대습도를 100%로 되게 하였다. 그리고 Table 1에 나타낸 바와 같은 조건으로 padding한 polyester 직물을 200ml의 물이 담긴 내열성 유리용기에 열에 의한 수축이 일어나지 않게 고정시키고, 직물의 수분증발을 방지하기 위해 내열성 유리용기로 뚜껑을 덮고 처리시간을 달리 하면서 microwave를 조사시켰다. 소정시간 microwave 조사가 완료되면 내열성 유리뚜껑을 열고 100ml의 물이 담긴 beaker 2개와 내열성 유리용기 내의 잉여의 물을 제거 후, 다시 1분 동안 microwave 처리하여 직물을 건조시킨 후, Table 2와 같이 환원세정하였다. 그리고 microwave 가열에 의한 염색조건은 Table 3 과 같다.

Table 1. Conditions of padding

Time of deeping(min.)	3
pH of dye liquor	5.5
Pick up (%)	60±5
Speed of rotation of mangle(m/min.)	2

Table 2. Conditions of reduction cleaning

Na ₂ S ₂ O ₄	2g/l
NaOH	2g/l
nonionic surf.	2g/l
Temp. and time of treatment	80°C × 20 min

Table 3. Conditions of microwave dyeing

Frequency of microwave(MHz)	2450
Output of microwave(KW)	0.7
Kind of solvent	water, EG, DMF, urea
Conc. of solvent(%)	10, 20, 30, 40
Conc. of dye(g/l)	5, 10, 15, 20
Time of treatment(min.)	5, 7, 9, 11, 13, 15
Conc. of antimigrant(g/l)	2
Conc. of dispersing agent(g/l)	2
Time of dryng(min.)	1

2.3 겉보기 염착량의 측정

Microwave 가열에 의해 염색된 polyester 직물의 섬유상 염료의 농도는 Computer Color Matching (Color Eye 3100, Macbeth, USA)을 사용하여, 최대흡수파장에서 반사율을 측정하여 다음과 같이 K/S 값(Kubelka-Munk 식)으로 평가하였다.

$$K/S = \frac{(1-R)^2}{2R}$$

여기서 K : The coefficient of absorption of the dye at λ_{max} .

S : The coefficient of scattering at λ_{max} .

R : Reflectance at λ_{max} .

2.4 세탁, 일광 및 승화견뢰도의 측정

세탁견뢰도는 KS K 0430의 A-2법으로 M LAS/EF (Atlas Co., U.S.A.)를 사용하여 측정하였으며, 승화 견뢰도 측정은 WFO-600ND(Eyela Co., Japan)를 사용하여 KS K 0651에 따라 판정하였다. 그리고 일광견뢰도는 M 25/18ft(Atlas Co., U.S.A.)로 KS K 0700의 carbon arc-lamp법에 의거하여 표준퇴색 시간으로 그 등급을 표시하였다.

3. 결과 및 고찰

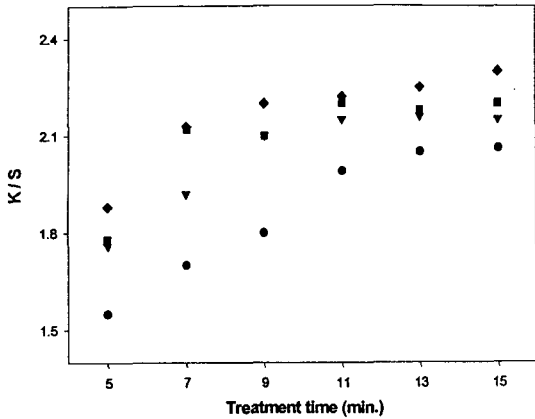
3.1 Microwave 가열에 의한 polyester 직물의 염색성

3.1.1 Microwave 조사시간 영향

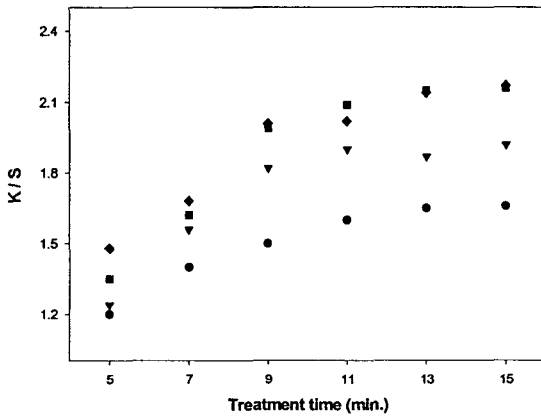
Microwave 조사시간을 변화시키면서 3종의 분산 염료에 대해 4종의 용매를 사용하여 polyester 직물을 염색하고 그 결과를 Fig. 1에 나타내었다.

Fig. 1에서 알 수 있는 바와 같이, 3종의 분산염료는 사용된 4종의 용매에 대해 어느 경우에서나 microwave 조사시간을 증가시키면 polyester 직물의 K/S 값이 증가한다. 그리고 조사시간이 약 9분 정도까지는 K/S 값의 증가 경향이 크지만, 그 이상의 처리시간에서는 K/S 값의 증가 경향이 크지 않았다. 그리고 microwave 조사시간에 따른 각 용매의 K/S 값에 미치는 영향을 보면, water(100%) < EG(30%) < DMF(30%) < urea(30%)의 순서로 K/S 값이 증가하였다. 사용된 각종 용매간에 K/S 값의 차이를 나타내는 이유는 사용된 각 용매의 고유극성이 다르기 때문인 것으로 생각된다. 이것은 microwave의 유전가열이 유전체에 microwave를 조사하면 유전체 분자내 쌍극자의 진동과 회전에 의해 발생된 마찰 energy에 의해 가열이 되기 때문이며, 유전체의 dipole moment가 클수록 마찰 energy가 증가되어 가열온도가 높아지기 때문이다. 따라서 microwave 염색에서는 용매의 dipole moment가 매우 중요한 인자가 되고 있다.

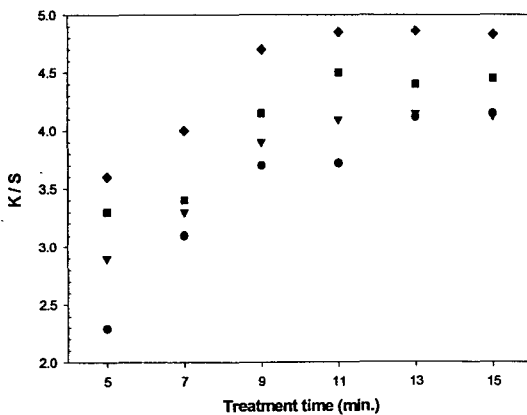
Masazo Furuya¹³⁾의 면섬유에 대한 urea를 이용한 microwave 가열 염색에서도 초기 가열시 수용액 중의 요소 쌍극자의 회전·진동에 의한 마찰에너지의 상승에 따른 발열효과 때문에, 물의 비점상승에



(a) C.I. Disperse Red 60



(b) C.I. Disperse Blue 79



(c) C.I. Disperse Yellow 42

Fig. 1 Effects of treatment time on the K/S values of polyester fabric by microwave dyeing at dye concentration of 5g/l; water (100;●), EG/water(30/70;▼), DMF/water(30/70;■), urea/water(30/70;◆)

의한 증발온도가 높아져 가열온도가 100°C 이상으로 높아진다는 보고가 있으며, R. S. Berns와 H. L. Needles²⁶⁾는 microwave를 조사하였을 때 기질의 극성이 진동, 회전에 큰 영향을 미친다고 하였다. 또, Tomiji Wakida, Yasuharu Tomihara, Ichizo Aoki 및 Nobuhiko Kuroki²⁷⁾ 등은 고비점 극성용매인 propylene glycol, ethylene glycol, diethylene glycol 등을 사용할 경우, microwave에 의해 polyester filament의 가열온도에 크게 영향을 주어 polyester 섬유 미세구조의 변화가 촉진되고, 동시에 비결정영역으로의 염료이행에도 크게 영향을 미친다고 하였다.

이 연구에 사용한 용매의 dipole moment는 water 1.58D, EG 2.28D, DMF 3.82D, urea는 4.07D²⁸⁾로, microwave 가열에 의한 polyester 직물의 K/S 값의 변화가 water<EG<DMF<urea의 순서로 증가하는 것과 잘 일치하고 있음을 알 수 있다.

3.1.2 용매 농도의 영향

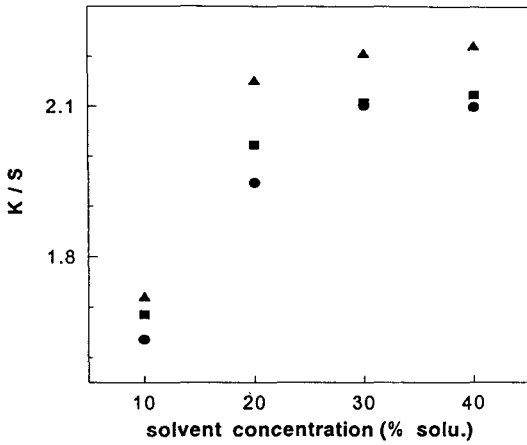
전술한 바와같이 microwave 염색에서는 용매의 선정이 대단히 중요할 뿐만 아니라 이들 용매의 사용농도 또한 중요한 인자로 작용할 것으로 여겨져, 3종의 분산염료에 대해 microwave 처리시간 9분의 일정조건에서 용매농도를 10~40%로 변화시켜 염색한 polyester 직물의 겉보기 염착량을 Fig. 2에 나타내었다.

Fig. 2에 나타낸 바와 같이 EG, DMF, urea의 농도에 따른 K/S 값은 3가지 용매 모두 30%의 농도까지는 K/S 값의 증가가 크지만, 40%의 농도가 되면 K/S 값의 증가는 크지 않았다.

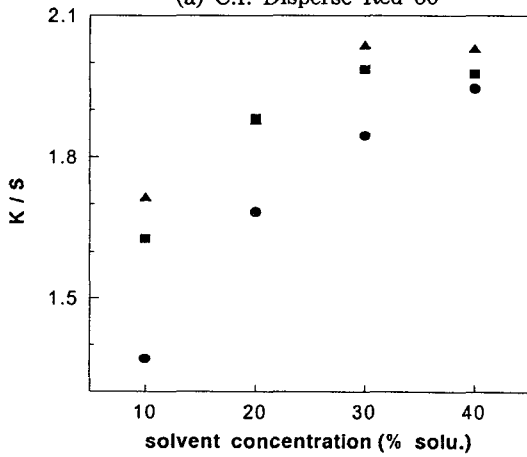
C.I. Disperse Red 60과 C.I. Disperse Blue 79의 경우에는 용매의 농도가 30% solu. 인 일정한 조건에서 가장 낮은 K/S 값을 가지는 EG와 가장 높은 K/S 값을 가지는 urea 간의 차이는 각각 0.102, 0.19 정도이나, C.I. Disperse Yellow 42에서는 0.725로 그 차이가 매우 크다. 따라서 nitro type의 C.I. Disperse Yellow 42와 같은 염료를 microwave 가열에 의해 염색할 경우에는 용매선택이 매우 중요할 것으로 여겨진다.

3.1.3 염료농도의 영향

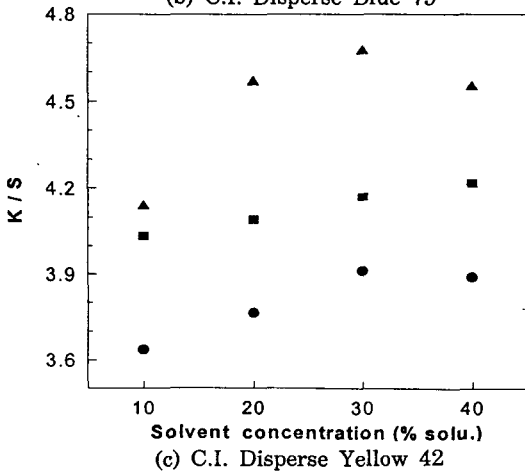
3.1.1 과 3.1.2 에서 검토된 microwave 염색에서



(a) C.I. Disperse Red 60



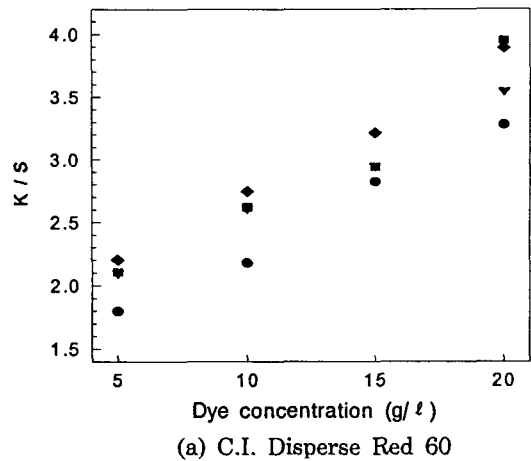
(b) C.I. Disperse Blue 79



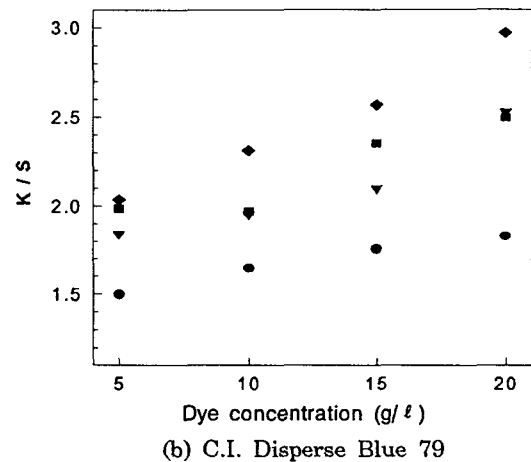
(c) C.I. Disperse Yellow 42

Fig. 2 Effects of the concentrations of solvent on the K/S values of polyester fabric for microwave dyeing for 9min at dye concentration of 5g/ℓ.

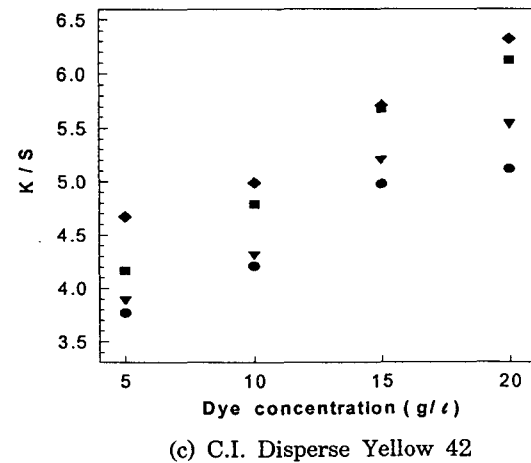
; EG(●), DMF(■), urea(▲)



(a) C.I. Disperse Red 60



(b) C.I. Disperse Blue 79



(c) C.I. Disperse Yellow 42

Fig. 3 Effects of the concentration of dye on the K/S values of polyester fabric for microwave dyeing of 9 min.

; water(100, ●), EG/water(30/70, ▼), DMF/water(30/70, ■), urea/water(30/70, ◆)

의 비교적 K/S 값이 높은 증가를 보이는 처리시간 9분에서 용매농도 30%의 조건으로, 3종 분산염료의 농도를 5, 10, 15, 20g/l로 변화시키면서 polyester 직물을 염색하고 그 결과를 Fig. 3에 나타내었다.

3가지 염료 모두가 염료농도가 증가할수록 K/S 값은 증가하는 경향을 보이고 있다. C.I. Disperse Red 60, Blue 79, Yellow 42 염료 모두 microwave 가열에 의해 좋은 build up 성을 나타내고 있음을 알 수 있다.

그리고 염료농도의 변화에 따른 사용 용매의 염색성에 미치는 효과는 염료 종류에 관계없이 water < EG < DMF < urea의 순서로 K/S 값이 증가하였다. 이와 같은 결과는 3.1.1에서와 같은 경향으로 용매의 dipole moment의 차이 때문인 것으로 생각된다.

3.2 세탁, 일광 및 승화견뢰도

용매농도 30% solu., 처리시간 9분의 조건으로 microwave에 의해 염색된 시료를 KS K 0430의 A-2 범으로 세탁견뢰도 시험 결과를 Table 4에 나타내었다. 변퇴색과 polyester 섬유 및 cotton 섬유에 대한 상대오염

도는 모두 4-5급으로 나타나 세탁에 대한 내구성이 우수함을 알 수 있다.

Table 5는 KS K 0651에 따른 승화견뢰도의 측정 결과이다. 변퇴색에 대해서는 모두 4-5급으로 우수하나, 오염에 대해서는 염료마다 조금씩의 차이를 보이고 있다. 즉, C.I. Disperse Blue 79의 경우에는 4-5급으로 견뢰도가 우수하고, C.I. Disperse Red 60과 Yellow 42의 경우에는 3-4급을 나타내고 있다.

Table 6은 KS K 0700에 의한 일광견뢰도를 표준 퇴색시간으로 나타낸 결과이다. 여기서 판정 기준은 5 표준 퇴색시간 미만인 것은 1급, 5 표준 퇴색 시간 이상 10 표준 퇴색 시간 미만인 것은 2급, 10 표준 퇴색시간 이상 20 표준 퇴색시간 미만인 것은 3급, 20 표준 퇴색시간 이상 40 표준 퇴색시간 미만인 것은 4급으로 판정하였다. C.I. Disperse Red 60의 경우에는 4급으로 나타났고, Yellow 42의 경우에는 3-4급, Blue 79의 경우에는 2-3급으로 다른 2종의 염료보다 조금 낮은 일광견뢰도를 나타내고 있다.

Table 4. Washing fastness of dyed polyester fabric by microwave heated dyeing.

Dye name	Dyeing method	Grade		
		Solvent	Degree of	
			Degree of colour changing	Degree of staining
		Polyester	Cotton	
C. I. Disperse Red 60	Water	4-5	4-5	4-5
	EG 30% solu.	4-5	4-5	4-5
	DMF 30% solu.	4-5	4-5	4-5
	Urea 30% solu.	4-5	4-5	4-5
C. I. Disperse Blue	Water	4-5	4-5	4-5
	EG 30% solu.	4-5	4-5	4-5
	DMF 30% solu.	4-5	4-5	4-5
	Urea 30% solu.	4-5	4-5	4-5
C. I. Disperse Yellow	Water	4-5	4-5	4-5
	EG 30% solu.	4-5	4-5	4-5
	DMF 30% solu.	4-5	4-5	4-5
	Urea 30% solu.	4-5	4-5	4-5

Treatment time ; 9 min. dye conc. ; 5g/l

Table 5. Sublimation fastness of dyed polyester fabric by microwave heated dyeing.

Dye name	Dyeing method	Grade		
		Solvent	Changing of color	Staining
C. I. Disperse Red	Water		4-5	3-4
	EG 30% solu.		4-5	3-4
	DMF 30% solu.		4-5	3-4
	Urea 30% solu.		4-5	3-4
C. I. Disperse Blue	Water		4-5	4-5
	EG 30% solu.		4-5	4-5
	DMF 30% solu.		4-5	4-5
	Urea 30% solu.		4-5	4-5
C. I. Disperse Yellow	Water		4-5	3-4
	EG 30% solu.		4-5	3-4
	DMF 30% solu.		4-5	3-4
	Urea 30% solu.		4-5	3-4

Treatment time : 9min. dye conc. : 5g/l

Table 6. Light fastness of dyed polyester fabric by microwave heated dyeing.

Dye name	Solvent	Grade
C. I. Disperse Red	Water	4
	EG 30% solu.	4
	DMF 30% solu.	4
	Urea 30% solu.	4
C. I. Disperse Blue	Water	2-3
	EG 30% solu.	2-3
	DMF 30% solu.	2-3
	Urea 30% solu.	2-3
C. I. Disperse Yellow	Water	3-4
	EG 30% solu.	3-4
	DMF 30% solu.	3-4
	Urea 30% solu.	3-4

Treatment time : 9min. dye conc. : 5g/l

5. 결 론

Microwave 가열에 의해 polyester 직물을 염색하여 그 염색성을 검토한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. Microwave 가열에 의해 소정 조건으로 염색된 polyester 직물의 겔보기 염착량은 microwave의 처리 시간, 사용한 용매의 종류와 농도 및 염료농도에 비례하여 증가한다. 이 때, 최적 처리조건은 처리시간 9분, 용매의 농도는 30%에서 우수한 염색성을 나타내고 있다.
2. Microwave 염색에서 사용된 용매는 dipole moment가 클수록 겔보기 염착량이 증가한다.
3. Microwave 가열에 의해 염색된 polyester 직물의 세탁, 승화, 일광건뢰되는 보통의 염색법으로 염색된 결과와 비슷하다.

참고문헌

1. Hideo Iwami and Satoru Takada, *加工技術*, 19, 11(1984).
2. Akira Takemats, *染色工業*, 29, 10(1981).
3. D. H. Harrison, *J. Soc. Dyers and Colourists*, 98, 9(1982).
4. A. B. Pepperman and S. L. Vail, *Text. Chem. and Colorist*, 9, 7(1977).
5. M. N. Gary, *Text. Chem. and Colorist*, 15, 2 (1983).

6. I. Holme and A. C. Metaxas, *J. Microwave Power*, **14**, 4(1979).
7. Masao Goda, *纖維加工*, **34**, 11(1982).
8. Takenaka, *加工技術*, **27**, 11(1992).
9. M. J. Delaney and I. Seltzer, *J. Soc. Dyers and Colourists*, **88**, 2(1972).
10. D. G. Evans and J. K. Skelly, *J. Soc. Dyers and Colourists*, **88**, 12(1972).
11. P. L. Jones, *J. Soc. Dyers and Colourists*, **98**, 8(1982).
12. M. J. Delaney, *Text. Chem. and Colorist*, **4**, 5(1972).
13. Masazo Furuya, *染色工業*, **28**, 7(1980).
14. Takahiro Sawada, *大阪府立纖維技術研究所研究報告*, **17**, 17(1984).
15. J. G. Belton, *International Dyer and Textile Printer*, **15**, 5(1970).
16. G. A. Smith, *Textilveredlung*, **12**, 5(1977).
17. Hiroshi Morizane, *加工技術*, **16**, 10(1981).
18. Hiroshi Morizane, *纖維加工*, **35**, 7(1983).
19. Ishikawa, *加工技術*, **31**, 4(1996).
20. Kazushige Teraji, *染色工業*, **28**, 6(1980).
21. R. M. Perkin, *J. Soc. Dyers and Colourists*, **100**, 9(1984).
22. A. C. Metaxas, N. Catlow and D. G. Evans, *J. Microwave Power*, **13**, 4(1978).
23. Ookubo, *纖維加工*, **35**(1983).
24. Mitsuru Nakagawa, *加工技術*, **18**, 2(1983).
25. Mitsuru Nakagawa, *加工技術*, **18**, 4(1983).
26. R. S. Berns and H. L. Needles, *J. Soc. Dyers and Colourists*, **95**, 6(1979).
27. Tomiji Wakida, Yasuharu Tomihara, Ichizo Aoki and Nobuhiko Kuroki, *纖維學會誌*, **31**, 9(1975).
28. David R. Lide, "Handbook of organic solvents", CRC press, 1995.
29. Masazo Furuya, *染色工業*, **28**, 9(1980).
30. S. M. Burkinshaw and W. J. Marshall, *J. Soc. Dyers and Colourists*, **102**, 9(1986).
31. S. M. Burkinshaw and W. J. Marshall, *J. Soc. Dyers and Colourists*, **102**, 11(1986).