

초임계 CO₂ 및 수계 염색방법이 적용된 PET 섬유의 세탁견뢰도

Washing Fastness of PET Fibers according to Supercritical CO₂ and Aqueous Dyeing Methods

*Corresponding author

Jaewoong Lee
(jaewlee@yu.ac.kr)

오지연, 박창표, 김삼수, 이재웅*
영남대학교 섬유시스템공학과

Jiyeon Oh, Changpyo Park, Sam Soo Kim and Jaewoong Lee*
Department of Fiber System Engineering, Yeungnam University, Gyeongsan, Korea

Received_November 26, 2020
Revised_December 14, 2020
Accepted_December 15, 2020

Abstract In this study, C.I. Disperse Red 60 (DR60), C.I. Disperse Yellow 54 (DY54) dyes were used to investigate the washing fastness characteristics of PET fibers according to supercritical CO₂ and aqueous dyeing process. The changes in K/S values and L* values before and after washing of dyed PET fibers were observed according to the KS K ISO 105 washing fastness measurement method. In addition, it was confirmed by changing the ΔE^* and ΔL^* values of control PET fibers. Overall, it was confirmed that both the supercritical CO₂ and aqueous dyeing process had excellent washing fastness ratings of 4-5 for DR60 and DY54 dyes. Comparatively, the K/S and L* values for before and after washing of PET fibers with supercritical CO₂ dyeing process was higher than that of the aqueous dyeing process and the ΔE^* and ΔL^* values of the control PET fibers were low. From the results, we observed that the supercritical CO₂ dyeing process of PET fibers has better washing fastness characteristics than the aqueous dyeing process.

Textile Coloration and Finishing
TCF 32-4/2020-12/208-216
© 2020 The Korean Society of
Dyers and Finishers

Keywords supercritical CO₂ dyeing, aqueous dyeing, washing fastness, PET, disperse dyes

1. 서 론

섬유산업에서 염색공정은 대부분 물을 사용하는 습식공정을 통해 이루어지기 때문에 다량의 물을 필요로 한다. 특히 폴리에스테르와 같은 소수성 섬유 염색에 사용되는 분산염료는 물에 난용성인 특성으로 인해 많은 양의 물 사용이 필수적이며 염료의 물에 대한 분산성을 향상시키기 위해 분산제 및 각종 계면활성제가 사용된다¹⁾. 그래서 기존의 습식 염색 공정은 화학조제를 포함하는 다량의 폐수를 생성하며 염색 후 남은 염료는 분리하여 재활용 할 수 없기 때문에 에너지 다소비성 공정이며 폐수처리에 많은 비용이 소비되고 있다^{2,3)}.

최근에는 환경 및 에너지 소비에 대한 관심이 꾸준히 증가하고 있으며, 섬유산업에서는 특히 폐수 배출에 대한 규제가 강

화되고 있어 염색공정에서도 이러한 문제점을 개선하기 위한 연구들이 계속되어 왔다^{4,5)}. 그에 따라 기존의 습식 염색공정의 대안으로써 물을 전혀 사용하지 않고 초임계유체 CO₂를 용매로 사용하는 초임계 유체 염색(Supercritical Fluid Dyeing : SFD)기술이 각광받게 되었다. 1991년에 독일의 E. Schollmeyer 교수와 연구진들에 의해 처음 제안된 이후 미국과 일본에서도 연구가 이루어졌으며, 2012년에는 네덜란드의 Dyecoo社에서 최초로 연구용이 아닌 상업용 초임계 유체 염색기가 개발되면서 나이키, 아디다스와 같은 글로벌 브랜드에서 초임계 염색 기술을 적용한 제품이 출시되어 더욱 주목받고 있다⁶⁻⁹⁾.

국내의 섬유산업에서 소수성 섬유 염색에 관련된 연구는 기존의 습식공정을 적용한 연구가 주로 진행되어 왔다. 김 등¹⁰⁾은 Dyeable Polypropylene 섬유의 분산염료에 의한 염색특성 및 견뢰도 연구를 수행하였으며, 강 등¹¹⁾은 섬도와 염료구조가 폴

Table 1. Specification of sample, dye and equipment

Specification	
Sample	Polyester double knit 6g (30", 22G, Wale 30/inch × Course 45/inch)
Dye	C.I. Disperse Red 60 C.I. Disperse Yellow 54 (Kyung-in Synthetic Co. Ltd.)
Equipment	Supercritical CO ₂ dyeing Supercritical fluid Lab. dyeing machine (Daejoo Inc.)
	Aqueous dyeing Lab. Infrared rays dyeing machine(KSL-24 perfect) (Korea Science Co. Ltd.)

리에스테르 직물의 세탁견뢰도에 미치는 영향에 대한 연구를 수행하였다.

근래에 들어서는 앞서 언급한 바와 같이 환경 및 에너지 소비에 대한 관심 증가를 기반으로 수계염색을 대체하는 초임계 염색 기술에 대한 학술적인 연구가 학교, 연구기관 및 기업을 통해 활발히 진행되고 있다¹²⁻¹⁴⁾. 정 등¹⁵⁾은 두 종류의 분산염료를 이용한 폴리에스테르 섬유의 초임계유체 염색에 대한 연구를 수행하였고, 신 등¹⁶⁾은 초임계 유체 염색용 아조계 분산염료 합성 및 PET 섬유에 대한 염색 특성에 대한 연구를 수행하였다.

그러나 지금까지의 습식공정 및 초임계 염색공정을 이용한 소수성 섬유 염색에 대한 여러 연구들은 단일 공정만을 사용하여 염색한 섬유의 염착성, 세탁견뢰도에 대한 연구가 주류를 이루고 있다.

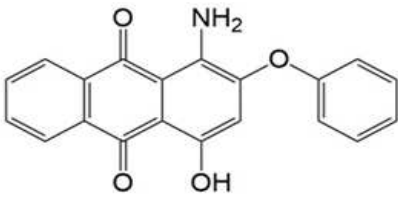
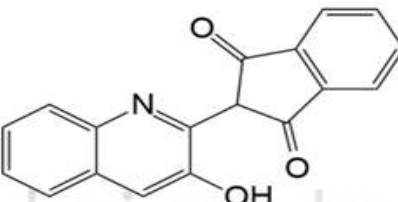
이에 본 연구에서는 습식 및 초임계 염색공정 모두에서 PET 섬유에 대해 염착특성이 우수하여 상업적으로 주로 이용되는 염료인 C.I. Disperse Red 60과 C.I. Disperse Yellow 54를 선택하여, 습식 및 초임계 염색방법으로 PET 섬유를 염색하고 염착 특성 및 세탁견뢰도 특성을 비교 분석하였다.

2. 실험

2.1 시료 및 장비

수계 및 초임계 염색에서는 Table 1과 같이 정련된 PET(Polyethylene terephthalate) double knit 6g을 사용하였으며, 분산염료는 (주)경인양행에서 공급받은 각각의 초임계용, 수계용 C.I. Disperse Red 60, C.I. Disperse Yellow 54 염료

Table 2. Chemical structures of used dyes

Dye	Chemical structure	I.O.B.
C.I. Disperse Red 60		0.71
C.I. Disperse Yellow 54		0.83

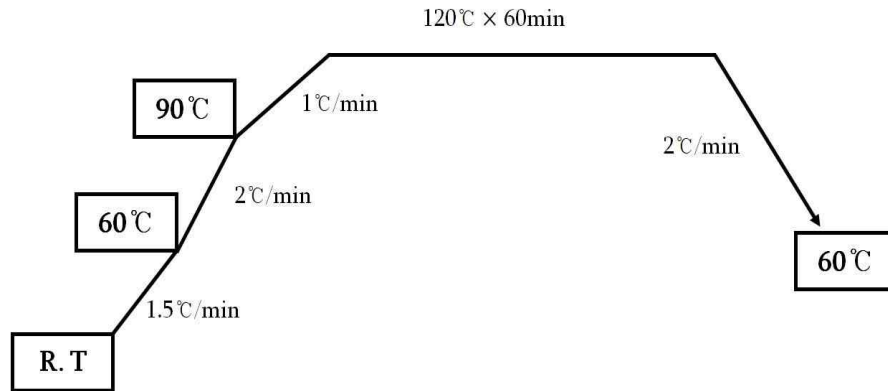


Figure 1. Supercritical CO₂ dyeing profile.

를 사용하였다. 초임계용 염료는 분산제 및 각종 조제가 포함되지 않은 순수한 염료이며, 수계용 염료는 분산제, 계면활성제 등을 포함하고 있는 염료이다. 사용한 염료의 구조식 및 염료의 특성치를 나타내는 무기성/유기성의 비율(Inorganic Organic Balance, I.O.B.)은 Table 2에 나타내었다.

초임계 염색은 Lab. Dyeing machine(Daejoo Inc., Korea)을 사용하였으며, 초임계 유체 용매로서 사용된 이산화탄소는 이물질 및 용매 이외의 기체로 인한 불안정성을 최소화하기 위해 99.9% 순도를 사용하였다⁶⁾. 수계 염색은 Lab. Infrared rays dyeing machine(KSL-24 perfect, Korea Science Co. Ltd., Korea)를 사용하였다.

2.2 실험방법

2.2.1 염색 및 세정

초임계 염색은 네덜란드 'Dyeco社'의 상용화설비 염색조건인 120°C, 250bar 기준으로 하였고^{6,18)}, 농도를 0.25, 0.5,

0.75, 1% o.w.f.로 변화시키면서 진행하였으며 과정을 Figure 1에 나타내었다.

습식염색은 액비 1:30, pH 5, 분산제(Benzyl alcohol, anhydrous, 99.8%) 4g/l에서 농도를 0.5, 1, 1.5, 2% o.w.f.로 변화시키면서 진행하였으며 과정을 Figure 2에 나타내었다.

본 연구에서 수계염색에 사용된 분산염료는 CF200%로 분산제(기타 조제 포함)와 염료가 각각 1:1 비율로 구성되어 있기 때문에, 분산제를 포함하지 않고 순수한 염료만을 사용하는 초임계 유체 염색에서의 염료 처방은 수계염색에서의 절반으로 처방하였다.

초임계와 수계 염색공정을 통해 염색된 각각의 PET는 이후 세정공정을 진행하였다. 초임계 염색을 통해 염색된 PET는 표면에 붙어있는 잔류염료를 제거하기 위해 Ethanol(98% purity)에서 1분간 세정하였으며, 수계 염색을 통해 염색된 PET 섬유는 기존의 환원세정방법(Na₂S₂O₄ 1g/l, NaOH 1g/l, Non-ionic surfactant 1g/l, 액비 1:20)으로 80°C에서 10분간 세정하였다.

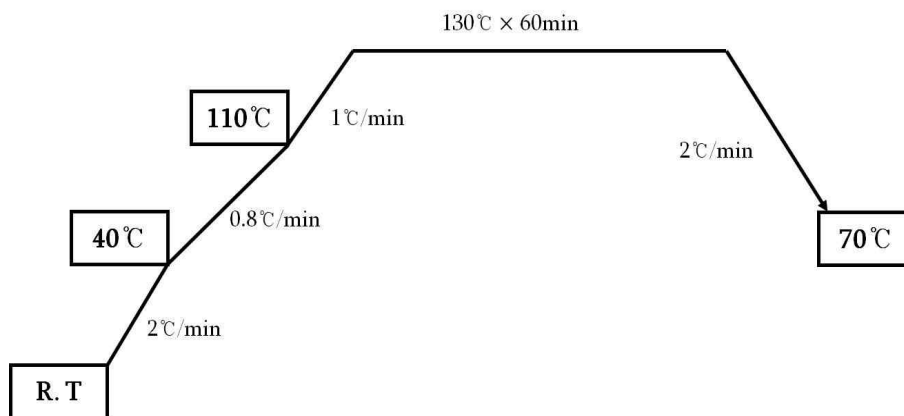


Figure 2. Aqueous dyeing profile.

Table 4. ΔE^* and washing fastness of PET knits according to aqueous dyeing method

Dye	ΔE^*				Washing fastness			
	0.5 % o.w.f.	1 % o.w.f.	1.5 % o.w.f.	2 % o.w.f.	0.5 % o.w.f.	1 % o.w.f.	1.5 % o.w.f.	2 % o.w.f.
C.I. Disperse Red 60	0.22	0.31	0.30	0.63	5	5	5	5
C.I. Disperse Yellow 54	0.38	0.46	1.01	1.04	5	5	4-5	4-5

2.2.2 Inorganic Organic Balance 계산

Inorganic Organic Balance(I.O.B.)는 일본의 Kuroki¹⁷⁾가 제안한 것을 시작으로 연구가 진행되었으며 각종 화합물의 친수성 및 친화도 분석에 주로 이용되어지고 있다. Van der waals 힘에 크게 의존하는 성질인 유기성과 electric affinity에 크게 의존하는 성질인 무기성을 고려하여 화합물 고유의 특성치를 예측하는 방법이다.

본 연구에서 사용한 PET와 2종의 염료를 구성하는 무기성(IV)과 유기성(OV) 그룹의 특성치를 선행논문¹⁷⁾에서 제시한 값을 통해 식별하고 각각의 값을 모두 더하였으며, 계산된 무기성과 유기성 비율을 식(1)에 나타낸 식을 통해 계산하였다. 이 값이 클수록 염료의 친수성이 증가됨을 의미하며, 계산된 염료의 I.O.B. 값이 PET 섬유의 I.O.B. 값에 근접한 염료일수록 PET 섬유에 대해 우수한 염착 특성을 갖는다.

$$I.O.B. = \frac{IV}{OV} \tag{1}$$

where,
IV : Inorganic balance
OV : Organic balance

2.2.3 세탁견뢰도 측정

세탁견뢰도는 세탁시험기(Launder-O-meter, Type D7-0850,

Korea)를 사용하여, KS K ISO 105의 D2S로 세탁견뢰도를 측정하였다. 시료의 크기는 (40±2)mm × (100±2)mm인 시험편을 동일 크기인 2종의 단일 섬유포(폴리에스터, 면) 사이에 넣고 짧은 변 중 한쪽을 꿰매어 부착하였다. 세탁이 끝난 후 남은 세탁액에 빠져나온 분산염료(DY54)는 UV-VIS-NIR Spectrophotometer(Cary5000, Agilent Technologies, USA)를 사용해 흡광도를 분석하여 세탁 시에 빠져나오는 분산염료의 염료량을 측정하였다.

2.2.4 K/S 및 색차 측정

초임계 CO₂ 및 수계 염색 방법에 따라 각각 두 가지 염료로 염색된 시료의 세탁 전, 후 겉보기 염착량 및 색차는 Computer Color Matching(Color Eye 3100, Macbeth, USA)을 사용하여 측정하였다. 측색은 D₆₅ 광원에서 측색 보조 표준 시스템(10° 관측자 값)으로 시료의 최대흡수파장(λ_{max})의 반사율을 측정하였으며, 다음의 Kubellka-Munk 식(2)에 따라 K/S 값으로 평가하였다.

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

where,
K : Coefficient of absorption of the dye at λ_{max}
S : Coefficient of scattering at λ_{max}
R : Reflectance at λ_{max}

Table 3. ΔE^* and washing fastness grade of PET knits according to supercritical CO₂ dyeing method

Dye	ΔE^*				Washing fastness			
	0.25 % o.w.f.	0.5 % o.w.f.	0.75 % o.w.f.	1 % o.w.f.	0.25 % o.w.f.	0.5 % o.w.f.	0.75 % o.w.f.	1 % o.w.f.
C.I. Disperse Red 60	0.12	0.20	0.15	0.29	5	5	5	5
C.I. Disperse Yellow 54	0.35	0.25	0.23	0.24	5	5	5	5

세탁견뢰도 측정 및 첨부백포의 오염정도는 CIE Lab 색차표계를 사용하여 L^* , a^* , b^* 값을 구하고 식(3)에 나타낸 색차 값 (ΔE^*)으로 평가하였다. 세탁 견뢰도 등급은 KS K ISO 105에 의거하여, 변퇴색 정도를 세탁 전·후 샘플 감의 색차 계산을 통해 판정하였다.

$$\Delta E_{ab^*} = (\Delta L^{*2} + \Delta a^{*2} + \Delta b^{*2})^{0.5} \quad (3)$$

where,

ΔE^* : Color difference

ΔL^* : Being the lightness difference

Δa^* : Being the red/green difference

Δb^* : Being the yellow/blue difference

3. 결과 및 고찰

3.1 염색 방법 및 염료의 종류에 따른 염색특성

염색방법 및 염료의 종류에 따른 염색특성을 확인하기 위하여, 두 가지 염료 DR60(C.I. Disperse Red 60)와 DY54(C.I. Disperse Yellow 54)를 사용하여 각각 초임계 CO₂ 및 수계 염색 공정으로 PET 섬유를 염색하고 세탁견뢰도를 측정하였다.

이 때 두 가지 염료가 적용된 염색공정의 염색특성 비교를 위해, 본 실험에서는 기타 조제를 제외한 염료의 양을 동일하게 맞추어주었다. 구체적으로 수계 염색용 염료는 염료와 분산제의 비율이 1:1로 섞여있는 염료를 사용하였으며, 사용된 분산제는 환원세정 과정을 통해 모두 제거되므로 순수한 염료만을 갖는 초임계 염색용 염료는 수계용 염료의 절반을 사용하여 염색하였다.

따라서 상업용 염료 내 순수염료의 양은 각각 수계용 DY54

염료 0.5, 1.0, 1.5, 2.0% o.w.f.와 초임계용 DY54 염료 0.25, 0.5, 0.75, 1.0% o.w.f.가 동일할 것이라 가정하고 각각 ΔE^* , K/S 및 ΔL^* 값을 비교분석하였다.

3.1.1 ΔE^* 및 세탁견뢰도

초임계 CO₂ 염색방법 및 수계 염색방법이 적용된 PET 섬유의 세탁 전·후 ΔE^* 및 세탁견뢰도 등급을 염료의 종류에 따라 각각 Table 3와 Table 4에 나타내었다.

Table 3에서 초임계 CO₂로 염색한 PET 섬유는 DR60과 DY54 염료 모두 0.25, 0.5, 0.75, 1% o.w.f.의 모든 농도에서 ΔE^* 값이 0.8 이하로 색차가 거의 없으며 세탁견뢰도 등급이 5급으로 우수한 등급을 나타내었다.

Table 4에서 수계 염색한 PET 섬유는 DR60 염료의 경우 네 가지 모든 농도에서 ΔE^* 값이 0.8 이하로 5등급을 나타내었으나, DY54 염료의 경우 1.5, 2% o.w.f.에서는 ΔE^* 값이 1.0 이상이고 세탁견뢰도 등급이 4-5등급으로 DR60 염료보다 ΔE^* 값이 크며, 세탁견뢰도가 떨어지는 것을 알 수 있었다.

이러한 결과는 Table 2에 나타낸 염료의 특성치를 나타내는 무기성/유기성의 비율(I.O.B.)로써 고려할 수 있다. 이 I.O.B. 값이 클수록 염료의 친수성이 증가됨을 의미한다¹¹⁾.

본 연구에서 사용된 DR60의 I.O.B. 값은 0.71인데 비하여 DY54의 I.O.B. 값은 0.83으로 상대적으로 DY54 염료의 친수성이 DR60 염료 대비 더 크다는 것을 알 수 있다. 그래서 더 낮은 I.O.B. 값을 갖는 것이 물을 기반으로 세탁 후 측정되는 세탁견뢰도 특성을 갖기 유리할 것으로 판단된다. 또한 염료와 섬유 사이에 있어서도 PET 섬유의 I.O.B. 값은 0.7이므로 이 값에 근접한 염료를 사용할수록 보다 우수한 염착 특성을 갖게 되므로 결국 우수한 세탁견뢰도를 가질 수 있다¹¹⁾.

따라서 PET의 I.O.B. 값과 매우 유사한 I.O.B. 값을 갖는 DR60이 DY54에 비해 더 우수한 염착특성을 가짐으로써 상대적으로 세탁견뢰도 특성을 갖기 유리할 것으로 예상된다.

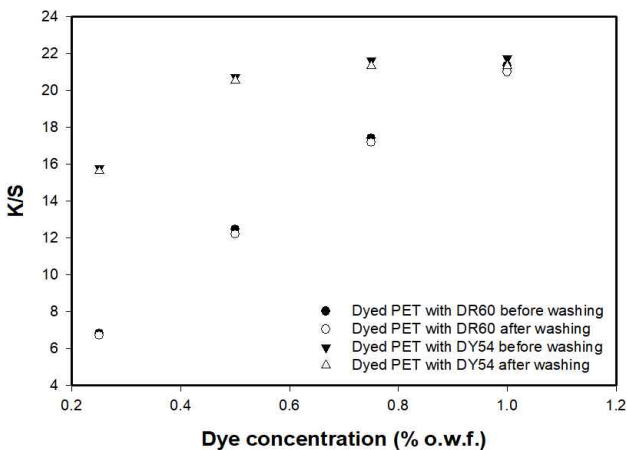


Figure 3. K/S values of PET knits dyed with DR60 and DY54 according to supercritical CO₂ dyeing method.

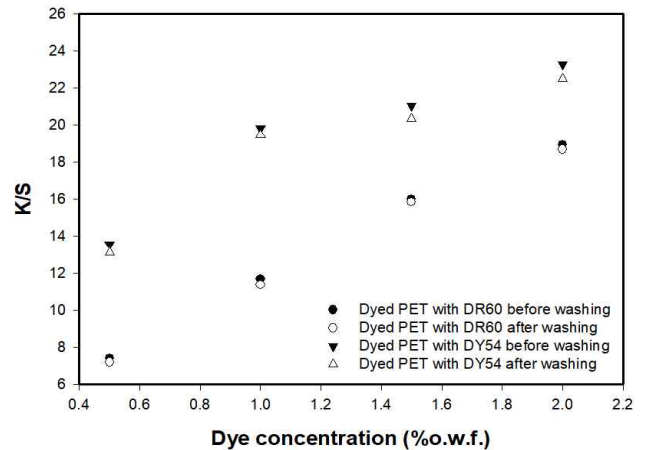


Figure 4. K/S values of PET knits dyed with DR60 and DY54 according to aqueous dyeing method.

3.1.2 세탁 전·후에 따른 염착량 및 L*의 변화

3.1.2.1 K/S 비교

2종의 염료(DR60, DY54)를 사용해 초임계 염색방법으로 염색한 PET 섬유의 세탁 전·후 K/S 측정결과를 Figure 3에 나타내었다. DR60 염료와 DY54 염료 모두 농도가 높아질수록 K/S 값은 증가하였으며 농색으로 염색되었음을 알 수 있었다. 또한 세탁 후 K/S 값은 세탁 전보다는 약간 감소한 경향을 나타냈으나 그 값의 차이가 크지 않은 것으로 보아 세탁 전·후 겉보기 염착량의 변화가 크지 않다고 판단된다. 따라서 두 가지 염료 모두 초임계 CO₂ 염색공정 적용 시 PET 섬유에 대한 염착성이 좋아 세탁견뢰도가 우수할 것이라 예상되어진다.

Figure 4에는 2종의 염료를 사용해 수계 염색방법으로 염색한 PET 섬유의 K/S 값을 나타내었다. 앞선 초임계 CO₂ 공정의 K/S 값과 마찬가지로 DR60 염료와 DY54 염료 모두 세탁 후의 K/S 값이 세탁 전보다 약간 감소하는 경향을 확인하였고, 전체적으로 세탁 전·후 겉보기 염착량의 변화는 크지 않았으나 DY54 염료의 경우 1.5% o.w.f. 이상의 농도에서는 앞선 ΔE^* 값 결과와 같이 K/S 값의 감소가 다른 농도에 비해 감소율이 크게 나타났다. 따라서 수계 염색공정 적용 시 DR60 염료가 DY54 염료보다 PET 섬유에 대한 염착성이 좋고 세탁견뢰도가 우수할 것이라고 판단된다.

염색공정 방법에 따른 각각의 염료에 대한 PET 섬유의 세탁 견뢰도 특성을 K/S 값을 통해 비교하였을 때, DR60은 수계 및 초임계 두 공정에서 K/S 값의 차이가 거의 없으므로 겉보기 염착량이 매우 유사한 값을 갖음을 알 수 있다.

그러나 DY54의 경우 초임계 CO₂ 염색공정을 적용하였을 때 수계 염색공정을 적용하였을 때보다 현저하게 높은 K/S 값을 나타내었다. 이를 통해 PET 섬유에 대한 염착특성은 수계

대비 초임계 CO₂ 염색공정이 상대적으로 더 우수하였음을 알 수 있다.

3.1.2.2 L* 비교

Figure 5와 Figure 6에는 2종의 염료(DR60, DY54)를 사용해 초임계 CO₂ 및 수계 염색방법으로 염색한 PET 섬유의 수세 전·후 L*(명도) 값을 나타내었다. 염료의 농도는 높을수록 L* 값이 낮아지므로 농색으로 염색되었음을 알 수 있다. 세탁 전·후 L* 값을 비교하였을 때는 전체적으로 다소 증가하는 경향이 있으며, DY54 염료의 1.5% o.w.f. 이상에서의 증가율이 높아진 것은 앞선 K/S 결과 값에서와 같아 동일하게 설명이 가능하다.

염색공정 방법에 따른 두 종류의 염료에 대한 L* 값을 비교하였을 때, DR60 염료의 L* 값은 거의 유사하게 나타난 데 반해 DY54 염료의 L* 값은 초임계 CO₂ 염색공정을 적용하였을 때가 수계 염색공정을 적용하였을 때 보다 더 낮은 결과 값을 가지며 농색으로 염색이 되었음을 확인 할 수 있다.

3.2 세탁시 첨부 백포의 오염도

3.2.1 ΔE^* 값 비교

Figure 7과 Figure 8는 각각 초임계 CO₂ 및 수계 염색방법으로 염색한 PET 섬유에 대하여, 세탁 시 첨부 백포의 오염도를 ΔE^* 값으로 나타낸 것이다. 그림에서 피염물의 농도가 증가할수록 ΔE^* 값이 증가하였는데, 이것으로부터 섬유에 염착된 염료의 농도가 증가할수록 세탁 시 섬유로부터 탈락되는 염료가 증가되어 다른 섬유로 더 많이 오염된다는 것을 알 수 있다⁶⁾.

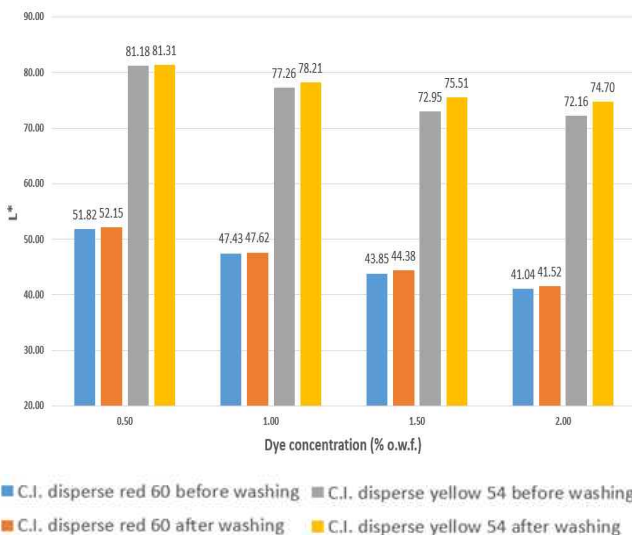


Figure 5. Lightness of supercritical CO₂ dyed PET knits before and after washing.

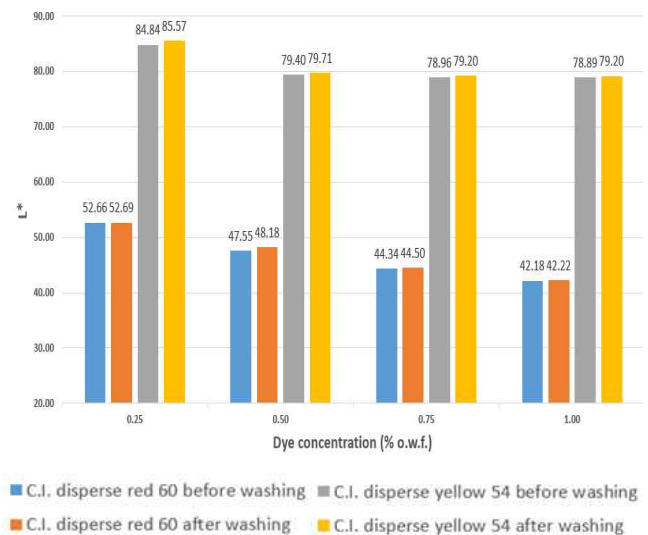


Figure 6. Lightness of aqueous dyed PET knits before and after washing.

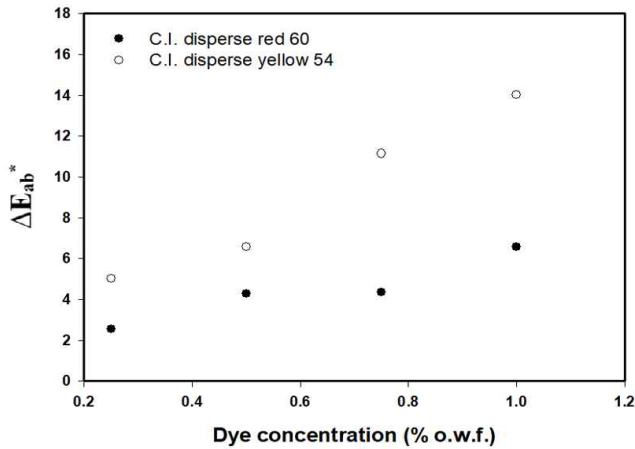


Figure 7. ΔE_{ab}^* value of the stained PET knits according to supercritical CO₂ dyeing method.

DY54는 DR60과 비교하였을 때 더 큰 ΔE^* 값을 나타내었는데, 이것은 세탁 시 피염물로부터 염료가 탈락되기 쉽고 다른 섬유로 이염이 더 잘 된다는 것을 의미한다. 앞서 Table 2에서 고려하였던 염료의 특성치를 나타내는 I.O.B. 값에 근거하였을 때, DY54 염료는 DR60 염료보다 친수성의 성질을 갖고 있으며 PET 섬유와의 친화도가 더 낮기 때문에 세탁 시 섬유로부터 염료가 빠져나오기 쉬운 것으로 판단된다.

DR60 염료는 수계와 초임계 염색방법의 차이에 따른 ΔE^* 값의 차이가 크게 나타나지 않는데 반해, DY54 염료는 수계 염색방법을 적용하였을 때 세탁 시 ΔE^* 값이 현저하게 증가하였음을 알 수 있다. 즉 DY54 염료의 경우, 수계 염색방법보다 초임계 CO₂ 염색방법을 적용하였을 때 세탁견뢰도가 더 우수한 것으로 판단된다.

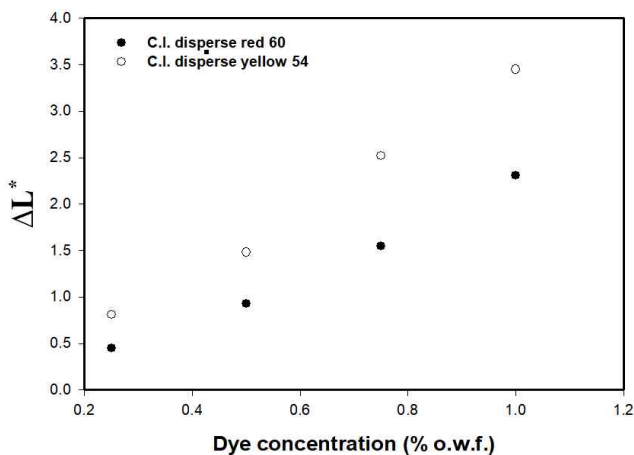


Figure 9. Lightness of the stained PET knits according to supercritical CO₂ dyeing method.

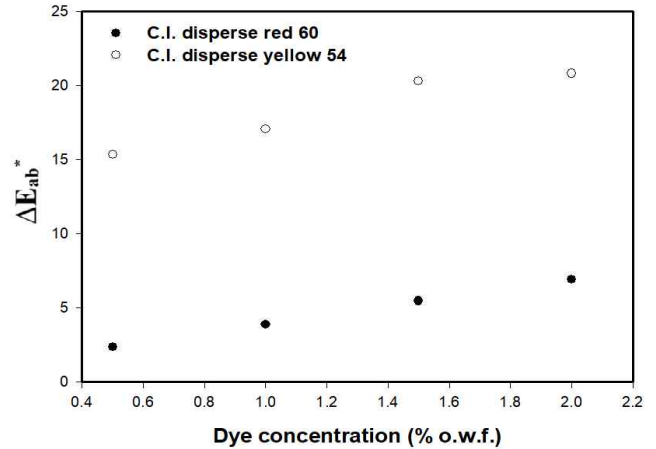


Figure 8. ΔE_{ab}^* value of the stained PET knits according to aqueous dyeing method.

3.2.2 ΔL^* 값 비교

Figure 9과 Figure 10에는 각각 초임계 CO₂ 및 수계 염색 방법으로 염색한 PET 섬유에 대하여, 세탁 시 섬유 백포의 오염도를 ΔL^* 값으로 나타낸 것이다. 그림에서 피염물의 농도가 증가할수록 ΔL^* 값이 증가하였는데, 이것으로부터 앞서 ΔE^* 값 비교에서와 마찬가지로 섬유에 염착된 염료의 농도가 증가할수록 세탁 시 섬유로부터 탈락되는 염료가 증가되어 다른 섬유로 더 많이 오염된다는 것을 알 수 있다.

DY54 염료는 DR60 염료보다 더 큰 ΔL^* 값이 나타났으므로, 세탁 시 피염물로부터 더 많은 양의 염료가 빠져나와 섬유에 이염된 것을 확인할 수 있었다. 특히 DR60 염료는 염색방법의 차이에 따른 ΔL^* 값의 변화가 크지 않는데 반해, DY54 염료는 초임계 CO₂ 염색방법에서보다 수계 염색방법이 적용된

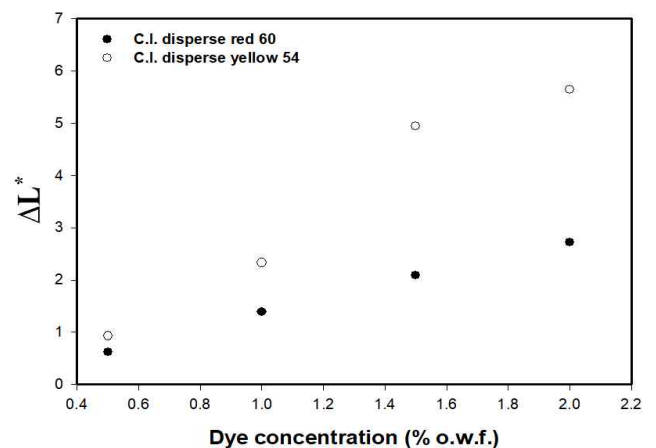


Figure 10. Lightness of the stained PET knits according to aqueous dyeing method.

PET 섬유의 세탁 시 침부 백포의 ΔL^* 값이 급격하게 증가하는 것으로 나타났다. 이로부터 초임계 CO₂ 염색방법보다 수계 염색방법을 적용하였을 때 섬유로부터 탈착되는 염료의 양이 많고 다른 섬유로 이염이 쉽게 이루어진다고 판단된다.

3.3 세탁시 DY54 염료의 탈락률

본 연구에서는 K ISO 105의 D2S 세탁견뢰도 측정법에 따라 시험편을 동일 크기인 2종의 단일 섬유포(폴리에스터, 면) 사이에 넣고 짧은 변 중 한쪽을 꿰매어 부착하였으며, 세탁후 세탁액 속에 남아있는 염료의 탈락률을 측정하였다.

DR60 염료의 경우 세탁액 내 피염물로부터 탈락된 염료가 거의 없어 UV-VIS-NIR Spectrophotometer로 흡광도 측정이 불가하였다. 이것은 앞서 Table 3과 Table 4에 나타낸 바와 같이 초임계 CO₂ 및 수계 염색방법 모두에서 염료의 농도가 증가하더라도 세탁견뢰도 등급은 동일하게 5등급을 유지할 만큼 염료와 섬유가 강하게 결합하고 있어, 피염물로부터 탈락된 소량의 염료는 부착된 섬유포로 이동하여 세탁액 속에는 거의 잔존하지 않는 것으로 판단되었다.

그러나 DY54 염료의 경우 염료 농도가 증가할수록 세탁견뢰도가 떨어져 부착된 섬유포 뿐만 아니라 세탁후 세탁액 내에 염료가 잔존해 있었다. 이러한 염료의 탈락률을 확인하기 위해 흡광도 측정하였으며 이를 Figure 11에 나타내었다.

Figure 11은 염색방법의 차이에 따른 세탁액의 흡광도를 나타내었다. 초임계 CO₂ 및 수계 염색방법에 대하여 DY54 염료 농도에 따른 λ_{max} 값에서 흡광도를 측정하였을 때, 초임계 염색방법을 적용하였을 때보다 수계 염색방법을 적용하였을 때 세탁액의 흡광도가 높게 나타났으며 이러한 결과로써 피염물로부터 탈락한 염료의 양이 많음을 알 수 있다. 즉 초임계 CO₂ 염색방법을 적용 시 섬유와 염료의 결합력이 견고하여 섬유로부터 탈락되는 염료의 양이 적고 세탁견뢰도가 수계 염색방법보다 우수할 것으로 추측된다.

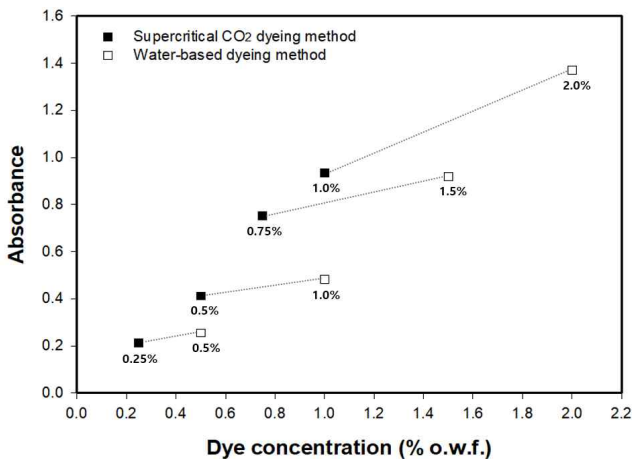


Figure 11. Absorbance of PET knit dyed by aqueous dyeing using DY54.

4. 결 론

본 연구는 C.I. Disperse Red 60(DR60), C.I. Disperse Yellow 54(DY54) 염료를 사용하여 각각 초임계 CO₂ 및 수계 염색방법으로 염색한 PET 섬유의 세탁견뢰도를 측정하여 다음과 같은 결론을 도출하였다.

1. DR60 염료는 DY54 염료보다 I.O.B. 값이 낮아 상대적으로 소수성이고 PET 섬유의 I.O.B. 값과 매우 유사한 값을 갖고 있어 섬유와의 친화도가 더 높아 강하게 결합하므로, 세탁 후 K/S 값의 감소와 L* 값의 증가가 상대적으로 작게 나타났다. 또한 오염된 침부포의 ΔE^* 값과 ΔL^* 값 역시 작게 나타났으므로 세탁 시 다른 섬유로의 이염이 적게 일어남을 알 수 있다.
2. 수계 염색공정보다 초임계 CO₂ 염색공정을 적용하였을 때 PET 섬유의 세탁 전·후 K/S 값이 높고 L* 값이 낮게 나타나 농색으로 염색되었음을 확인하였다. 또한 오염된 침부포의 ΔE^* 값과 ΔL^* 값이 낮게 나타나므로 세탁 시 다른 섬유로의 이염이 상대적으로 적게 일어난다고 판단된다. 이러한 염색공정에 따른 결과는 DR60 염료보다 DY54 염료가 섬유와의 염착성이 낮아 피염물로부터 염료의 탈락이 쉽기 때문에 염착성 및 세탁견뢰도 특성변화가 두드러지게 나타났음을 알 수 있다.
3. 세탁 시 피염물로부터 탈락된 소량의 DR60 염료는 부착된 다른 섬유로 이동하여 세탁액 속에는 거의 잔존하지 않는 것에 비해, DY54 염료는 피염물로부터 탈락된 염료가 비교적 많아 부착된 다른 섬유뿐만 아니라 세탁액 속에도 존재하였다. 이 때 세탁액 내 잔존하는 염료의 양은 초임계 CO₂ 염색공정보다 수계 염색공정이 적용된 PET 섬유에서 두드러지게 많이 나타남을 흡광도의 급격한 증가를 통해 확인하였다.

감사의 글

본 논문은 산업통상자원부 물 없는 컬러산업 육성사업으로 수행된 연구결과입니다(과제번호: 10078329, 과제명: 200kg급 초임계유체 염색설비 및 염색공정 기술 개발).

References

1. I. I. Jung, S. Y. Lee, G. B. Lim, and J. H. Ryu, Supercritical Fluid Dyeing of Polyester Fiber with Two Different Dispersion Dyes, *Clean Technology*, **17**(2), 110(2011).
2. T. Hussain and A. Wahab, A Critical Review of the Current Water Conservation Practices in Textile Wet Processing, *Clean. Production*, **198**, 806(2018).
3. D. S. Jeong, T. I. Cheon, and M. C. Lee, Waterborne PU

- Impregnation and Color Fastness of Ultramicrofiber PET Knitted Fabric, *Korean Soc. of Dyes and Finishers*, 15(3), 42(2003)
4. W. Saus, D. Knittel, and E. Schollmeyer, Voltammetric Determination of Reducing Agents and Dyestuffs in Textile Printing Pastes, *Fresenius J. Anal. Chem.*, **338**, 912(1990).
 5. K. H. Chang, H. K. Bae, and J. J. Shim, Dyeing of PET Textile Fibers and Films in Supercritical Carbon Dioxide, *Korean J. of Chem. Eng.*, **13**(3), 310(1996).
 6. H. S. Choi, S. Park, T. Y. Kim, and T. H. Song, A Study of Dyeing Properties of PET Fabrics under Supercritical CO₂ Depending on Test Condition: by Temperature, Pressure, Leveling Time, *Textile Coloration and Finishing*, **31**(1), 14(2019).
 7. E. Bach, E. Cleve, and E. Schollmeyer, Past, Present and Future of Supercritical Fluid Dyeing Technology, *Review of Progress in Coloration and Related Topics*, **32**(1), 88(2002).
 8. A. Hou, B. Chen, J. Dai, and K. Zhang, Using Supercritical Carbon Dioxide as Solvent to Replace Water in Polyethylene Terephthalate(PET) Fabric Dyeing Procedures, *Cleaner Production*, **18**(10), 1009(2010).
 9. M. Banchemo, S. Sicardi, A. Ferri, and L. Manna, Supercritical CO₂ Dyeing of Textiles -From the Laboratory Apparatus to the Pilot Plant, *Textile Research*, **78**(3), 217(2008).
 10. E. M. Kim, O. K. Kwon, H. Y. Lee, and J. H. Choi, Dyeing Characteristics and Fastness of Dyeable Polypropylene Fiber by Disperse Dyes, *Fibers and Polymers*, **44**(5), 257(2007).
 11. Y. H. Kang, H. Y. Paik, J. W. Lee, S. S. Kim, M. W. Huh, and N. H. Lee, Effect of Denier and Dyestuff Structure on Washing Fastness of Polyester Fabric, *Journal of the Korean Soc. of Dyes and Finishers*, **13**(3), 26(2001).
 12. B. Gebert, W. Saus, D. Knittel, H. J. Buschmann, and E. Schollmeyer, Dyeing Natural Fibers with Disperse Dyes in Supercritical Carbon Dioxide, *Textile Research*, **64**(7), 371(1994).
 13. M. W. Park and H. K. Bae, Solubility Measurement and its Correlation of Disperse Dye in Supercritical HFC-134a, *Korean Chemical Engineering Research*, **40**(6), 715(2002).
 14. S. Jong and K. Yoo, Solubility of Disperse Anthraquinone and Azo Dyes in Supercritical Carbon Dioxide at 313.15 to 393.15 K and from 10 to 25 MPa, *Chem. Eng. Data*, **43**(1), 9(1998).
 15. I. I. Jung, S. Y. Lee, G. Lim, and J. H. Ryu, Supercritical Fluid Dyeing of Polyester Fiber with Two Different Dispersion Dyes, *Clean Technology*, **17**(2), 110(2011).
 16. S. R. Shin, K. L. An, S. Lee, S. E. Lee, E. Ko, C. Kim, and K. Jun, Synthesis of Azo based Disperse Dyes for Dyeing Polyester Fiber in Supercritical Carbon Dioxide, *Textile Coloration and Finishing*, **31**(3), 135(2019).
 17. T. Nakamura, S. Ohwaki, and T. Shibusawa, Dyeing Properties of Polyester Microfibers, *Textile Res. J.*, **65**, 113(1995).
 18. M. V. D. Kraan, Process and Equipment Development for Textile Dyeing in Supercritical Carbon Dioxide, Ph.D. Thesis, Delft University of Technology, 2005.

Authors

- 오지연** 영남대학교 파이버시스템공학과 석사과정 학생
박창표 영남대학교 파이버시스템공학과 석사과정 학생
김삼수 영남대학교 파이버시스템공학과 교수
이재웅 영남대학교 파이버시스템공학과 교수