

## 초임계 이산화탄소를 이용한 새로운 염색기술에 관한 기초 연구

장기혁, 허병기, 배효광(정)  
영남대학교 공과대학 화학공학과

### A Fundamental Study on New Dyeing Technique with Supercritical CO<sub>2</sub>

K.H.Chang , B.K.Her, H.K.Bae  
Yeungnam Univ. Dept. of Chemical Engineering

#### 1. 서론

어떤 물질을 가온가압하여 임계온도, 임계압력 이상이 되면 기체와 액체에서 볼 수 없는 특이한 물성이 나타나는 초임계유체가되며 이러한 초임계유체를 이용한 분리기술은 여러 가지 장점으로 인하여 최근 많은 연구가 진행되고 있다. 현재 개발되고있는 건식염색공정은 종래의 공정에서 사용되는 다량의 물을 고압상태에있는 초임계유체로 대체함으로써 공해 물질이 전혀 배출되지 않는 에너지 절약형 염색 방법으로서 종래의 공정에서 문제가 되는 폐수처리, 섬유의 건조, 분산제등 화학물질의 첨가가 필요 없고 염료의 이용률이 매우 높으며 염색 시간이 단축될 뿐만 아니라 물을 전혀 사용하지 않기 때문에 공장 입지를 자유롭게 선택할 수 있는 등 환경과 생태계에 나쁜 영향이 없다. 또한 염료가 초임계유체에 단분자 형태로 용해되기 때문에 수용성 분산공정에서 보이는 염료 응집의 교질 현상이 없어 균염도가 향상되는 장점도 있다.

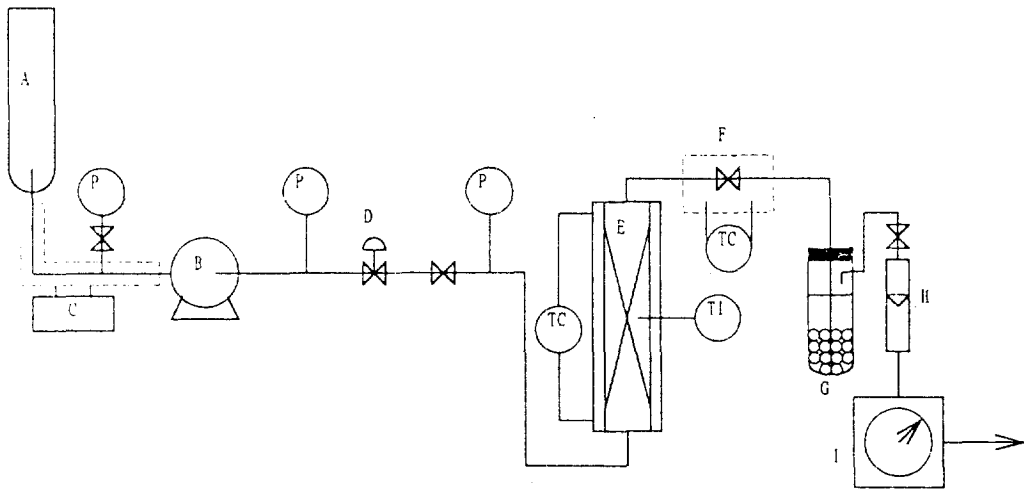
#### 2. 실험 및 장치도

본 실험에서 사용한 이산화탄소는 순도가 99.8% 이상의 것을 사용하였고 폴리에스터 섬유는 삼양사의 DTY 150/48(SD)를 사용하였다. 염료는 C.I Disperse BLUE 79의 분산염료를 분산제 없이 사용하였다. 분산염료는 물에 불용성이지만 분산제를 사용하여 물에 미립자상으로 분산시켜 섬유를 염색하는데 쓰이는 염료이며 1923년에 처음으로 아세테이트용으로 공업화되었으며 제2차 세계대전 이후 폴리에스테르섬유의 급격한 신장에 의하여 현재는 모든 염료중 최대의 생산량을 나타내고있다.

본 실험에서는 초임계상태의 이산화탄소와 폴리에스터 섬유의 Tg 보다 높은 온도 영역에서 압력에 따른 염료의 용해도를 측정하였다. 온도 333.3K - 423.2K, 압력 14.9MPa - 29.7MPa 의 영역에서 Fig.1 과 같은 반유통식의 초임계유체추출장치를 사용하여 초임계상에 용해된 염료의 양을 측정하였다.

실험 절차는 추출조에 염료를 충전한다. 충전하는 방법은 유체의 Channeling현상을 없애기 위해 추출조의 하부에서부터 유리솜을 채우고 그위에 작은 유리구슬과 염료를 교대로 채운다음 윗부분에 다시 유리솜으로 막아서 염료의 비산을

막았다. 여기서 염료를 교대로 충전한 층의 높이는 약 15cm 정도이다. 이산화탄소 고압용의 액체 펌프에 액체상태로 공급되도록 낮은 온도로 유지되는 냉각조에서 냉각이 된다. 펌프에 의해서 가압된 이산화탄소는  $\pm 1\text{bar}$  로 조절되는 압력 조절기를 지나서 추출조에 공급된다. 계의 압력은 사하중 압력계로 미리 보정한 Bourdon형 압력계(P)로 측정한다. 추출조(E) 외부에는  $\pm 0.5^\circ\text{C}$ 로 조절되는 온도 조절기(TC)가 부착되어 추출조에 온도를 제어한다. 일정 온도와 압력에서 염료로 포화된 초임계상의 혼합유체는 미량조절밸브(F)에서 감압·팽창되어 염료와 이산화탄소로 완전히 분리된다. 팽창으로 인한 냉각을 방지하기 위하여 미량조절밸브를 미리 열선으로 보호한다. 에탄올과 유리구슬이 채워진 Trap(G)에 염료는 포집되며 이산화탄소는 유량계(I)를 거쳐 계량된 후 대기 중으로 방출된다. 용매에 녹은 염료의 양을 측정하기 위하여 UV spectrometer를 사용하여 800 - 400nm 까지를 Scanning 하여 이미 확인된 염료의 특성 peak의 값을 구한 뒤 미리 작성한 검량선에 의하여 염료의 양을 계산하여 이산화탄소와 염료의 무게분율관계로 용해도를 계산하였다. 먼저 본 실험에 앞서 충분한 시간을 주어 용질인 염료가 완전히 포화상태에 이르도록 하였으나 초임계상태에 이르지 못할것을 가상하여 유량의 변화에 따른 용해도의 변화를 압력에 따라 평균유속 100ml(STP)/min 에서 300ml(STP)/min까지 변화시키면서 용해도 실험을 수행한 결과 300ml/min 이내에서는 유량이 변화하더라도 용해도는 거의 일정하게 나타났다. 염착량 계산은 염료에 의하여 염착된 섬유를 물로 수세하여 잔류물을 제거하고 chlorobenzene 용액에 녹인 후 UV spectrometer로 흡광도를 측정하여 미리 작성한 검량선을 기준으로 염착량을 추산하였다.



- |                             |                            |                     |
|-----------------------------|----------------------------|---------------------|
| A : Gas cylinder            | B : Liquid pump            | C : Cooling unit    |
| D : Pressure regulator      | E : Equilibrium cell       | F : Expansion valve |
| G : Cold trap               | H : Rotameter              | I : Wet gas meter   |
| TC : Temperature controller | TI : Temperature indicator |                     |

Fig. 1 Schematic Diagram of Experiment Apparatus

3. 실험결과

Fig.1의 실험 장치를 사용하여 333.2, 363.2, 393.2K 의 온도와 14.9, 19.8, 24.8MPa 의 압력 조건에서의 평형염착량을 측정한 결과 압력과 온도가 증가할 수록 평형염착량은 증가하고 평형염착량에 도달하는 시간도 빨라짐을 알 수 있었으며 1시간 이상의 염색 시간이면 거의 전 구간에서 평형염착량에 도달한다는 사실을 알 수 있었다. 이상의 실험결과 압력과 온도가 증가할 수록 염착량이 증가함을 알 수 있었으며 동일 온도에서 압력이 증가할 때보다 동일 압력에서 온도가 증가할 때 색상의 변화가 두드러짐을 보여주고있다. (Fig.2, Fig.3)

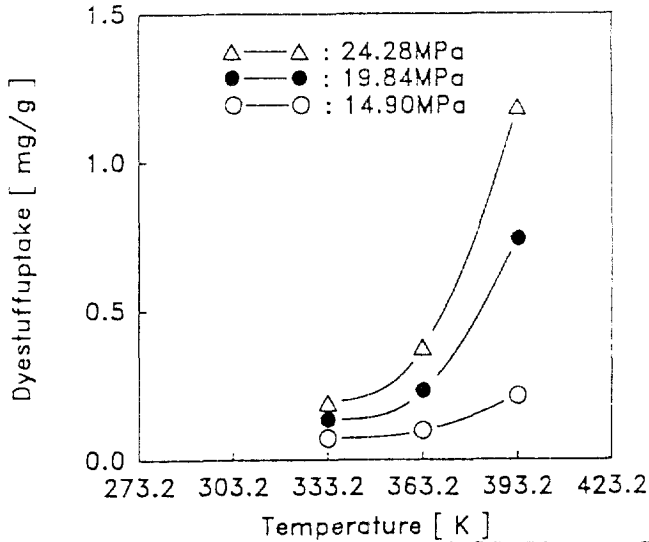


Fig.2 Effect of Pressure on Dyestuff uptake ( C.I. Disperse BLUE 79 )

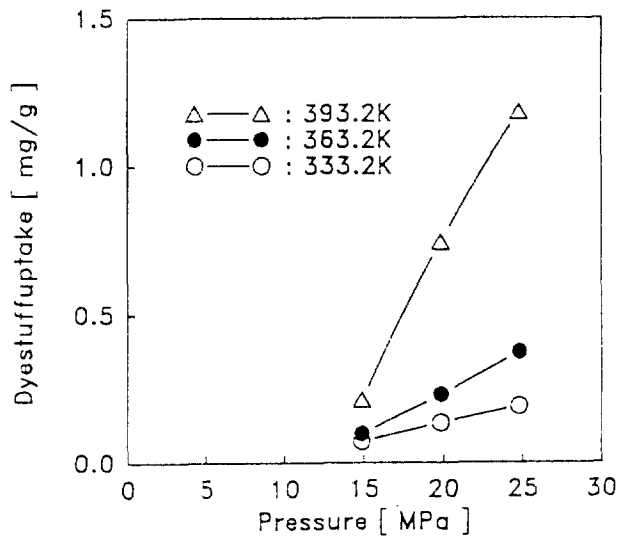


Fig.3 Effect of Temperature on Dyestuff uptake ( C.I. Disperse BLUE 79 )

#### 4. 참고문헌

1. Saus,W., Knittel,D. and Schollmeyer,E. , Textile Res.J., 63(3),135-142(1993)
2. Dhalewadikar,S.V., McHugh,M.A., and Guckes,T.L., J. Appl. Polym. Sci. 33. 521-524(1987)
3. Krishnamurthy,S. and Chem,S.H., Markromol, Chem., 190,1407-1412(1969)
4. Sand,M.L., U.S. Patent 4598006(1986)
5. Berens,A.R.,Huvad,G.S., and Korsmeyer,R.W.,Presented at the 1988 Annual Meeting of AIChE, Washington, DC, Nov, 1988
6. Spalding,B.J., Chem. Week.142,34(1988)
7. Koros,W.J.,Polym.Sci.,Polym.Phys.Ed.23,1611-1628(1985)
8. Stookey,D.J., Patton,C.J. and Malcom,G.L.,Chem.Eng.Prog.,82,36-40(1986)
9. Fleming,G.K., and Koros,W.J., Macromolecules,19,2285-2291(1986)