

**셀룰로오스 카보네이트 유도체로부터
재생 셀룰로오스 섬유 제조
(IV. 재생 셀룰로오스 섬유의 물성분석)**

오상연 · 류동일 · 신윤숙[†] · 김환철[‡] · 김학용[‡]
전남대학교 섬유공학과, [†] 전남대학교 의류학과,
[‡] 전북대학교 섬유공학과

**Preparation of Regenerated Cellulose Fiber
from the Cellulose Carbonate Derivative
(IV. Analysis of Regenerated Cellulose Fiber)**

**Sang Youn Oh, Dong Il Yoo, Younsook Shin[†],
Hwan Chul Kim[‡], and Hak Yong Kim[‡]**

Department of Textile Engineering, Chonnam National University, Gwangju, Korea

[†] Department of Clothing & Textiles, Chonnam National University, Gwangju, Korea

[‡] Department of Textile Engineering, Chonbuk National University, Jeonju, Korea

1. 서론

이산화탄소(CO₂)를 사용한 셀룰로오스 카보네이트 유도체의 제조 및 재생 셀룰로오스 섬유 제조와 관련한 기초 연구성과를 이미 발표한 바 있다[1~4]. 이번 연구에서는 일정한 조건에서 제조된 셀룰로오스 카보네이트 유도체를 10 wt% NaOH 수용액계에 용해시켜 방사용액(spinning dope)을 제조하고 일욕의 습식 방사장치를 이용하여 재생 셀룰로오스 섬유를 제조하였다. 이때 사용된 응고욕으로 황산, 초산, 인산 수용액계를 사용하였으며 제조된 각각의 재생 셀룰로오스 섬유에 대해 물성분석을 하였다.

2. 실험

2.1 시료 및 시약

셀룰로오스는 비스코스 공정에 이용되는 시판 셀룰로오스 펄프(Cellunier-F[®], Rayonier Fernandina Mill, 중합도 850, α-셀룰로오스 함량 92%)를 가로, 세로 1 mm 크기로 분쇄하여 사용하였다. 공업용 탄산가스(> 98%)과 황산, 인산, 초산을 포함한 약품들은 일급시약을 사용하였다.

2.2 셀룰로오스 카보네이트 유도체의 제조

전보[3]의 연구결과를 바탕으로 에틸아세테이트(ethyl acetate)에 침지시킨 셀룰로오스 분말을 저온 고압반응기내에서 이산화탄소와 반응시킨 후 여과하고 최초 셀룰로오스 무게의 1.2배 이하가 되도록 압착한 후 사용하였다. 카보네이션 조건은 이산화탄소 40 bar, $-5\sim 0\text{ }^{\circ}\text{C}$ 에서 2 시간동안 반응을 진행하였다.

2.3 방사용액의 제조

방사용액은 전보[4]의 연구결과를 바탕으로 셀룰로오스 카보네이트 유도체를 10 wt% NaOH:ZnO의 무게비가 100:3(또는 2, 1, 0)인 용매에 상압, $-2\sim 0\text{ }^{\circ}\text{C}$ 에서 용매무게의 4~5%에 해당하는 셀룰로오스 카보네이트를 1시간 교반하여 만들어졌다. 제조된 방사용액은 100 mesh의 철망을 이용하여 여과시킨 후 일정시간 방치하여 기포를 제거한 뒤 사용되었다.

2.4 재생 셀룰로오스 섬유의 제조

방사용액을 단일욕의 습식 방사장치(Fig. 1)를 이용하여 응고욕내에서 응고 및 재생과정을 거쳐 재생 셀룰로오스 섬유를 제조하였다. 지름 0.2 mm인 방사구를 사용하였으며 $\text{H}_2\text{SO}_4:\text{Na}_2\text{SO}_4:\text{H}_2\text{O}$ (1:2:7 무게비), $\text{CH}_3\text{COOH}:\text{CH}_3\text{COONa}:\text{H}_2\text{O}$ (2.5:0.3:1 무게비), $\text{CH}_3\text{COOH}:\text{H}_2\text{O}$ (2.5:1 무게비), $\text{H}_3\text{PO}_4:\text{H}_2\text{O}$ (1:1 무게비)인 응고액을 상온에서 사용하였다. 본 연구에서 사용된 습식 방사장치는 별도의 연신장치 없이 질소압력을 이용하여 방사용액의 토출속도를 조절하고 권취기(take-up roller)의 속도를 조절하여 연신효과를 부여하였다. 제조된 재생 셀룰로오스 섬유는 KSK0323, C.R.E. single strand method를 이용하여 강도 및 신도를 측정하였으며 단면구조의 SEM 분석을 하였다.

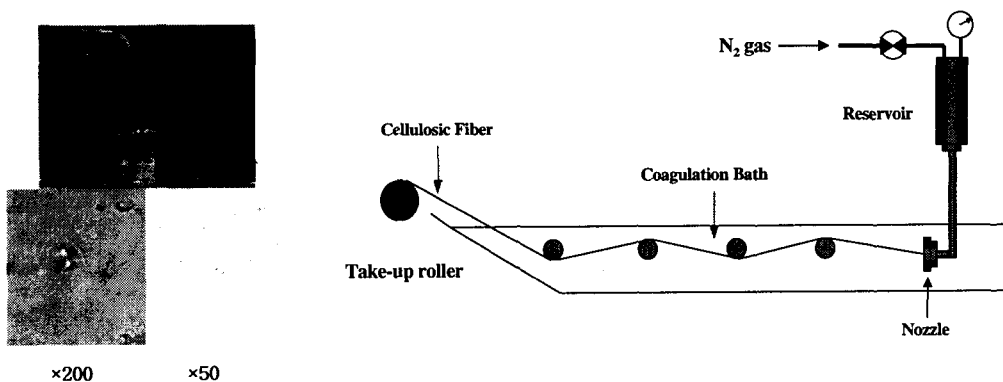


Fig. 1. Optical microphotographs of spinning dope and schematic diagram of wet spinning apparatus.

3. 결과 및 고찰

3.1 응고액 조성에 따른 방사성 평가

보통의 비스코스 레이온 응고액 조성은 $H_2SO_4:Na_2SO_4:H_2O(1:2:7 \text{ weight ratio})$ 인 것을 사용하였으며 본 연구에서도 황산계 응고액 조성을 기본 바탕으로 하여 습식방사를 통해 재생 셀룰로오스 섬유를 제조할 수 있었다. 황산 대신에 초산과 인산으로 변화를 주었을 때 방사를 통해 섬유화가 이루어지는 조성을 알아보기 위한 실험이 진행되었으며 결과는 Table 1과 같다.

Table 1. The estimation of spinnability with the change of coagulant condition.

Coagulant condition	Concentration of acid(wt%)	Spinnability [†]
CH ₃ COOH:H ₂ O	10	○
	5	○
	3	×
	0	×
H ₃ PO ₄ :H ₂ O	10	○
	5	○
	3	×
	0	×

([†] ○: Spinnable, ×: Non spinnable)

3.2 응고액 조성에 따른 재생 셀룰로오스 섬유의 물성분석

Table 2는 응고액 조성변화에 따라 제조된 재생 셀룰로오스 섬유의 강도 및 신도를 측정된 결과이다.

Table 2. Tenacity and elongation of regenerated cellulose fibers with the change of coagulant condition.

Coagulant condition	Tenacity(g/d)	Elongation(%)
$H_2SO_4:Na_2SO_4:H_2O (1:2:7 \text{ weight ratio})$	0.8~1.2	12.0~14.6
$CH_3COOH:CH_3COONa:H_2O (2.5:0.3:1 \text{ "})$	0.5~1	5~13
$CH_3COOH:H_2O (2.5:1 \text{ "})$	"	"
$H_3PO_4:H_2O (1:1 \text{ "})$	"	"

Table 2의 결과를 통해 황산계 응고액의 경우 강도 및 신도가 가장 높았다. 또한 범용의 재생 셀룰로오스 섬유를 제조하기 위해서는 방사시 응고액의 조성이 중요한 역할을 한다는 점을 보여주고 있으며 본 공정에 알맞은 최적 응고액 조성의 결정과제가 남아있다.

그림 2는 응고액 조성 변화에 따라 제조된 재생 셀룰로오스 섬유의 단면 SEM 사진이다. 응고액 조성이 초산/염/물(b)과 초산/물(c)로 이루어진 경우 황산/염/물(a)과 마찬가지로 섬유의 단면이 전형적인 비스코스 레이온의 단면구조와 유사하였다. 반면 응고액 조성이 인산/물로 이루어진 경우 섬유의 단면이 원형에 가까웠으며 응고액 조

성변화에 따라 섬유의 물성에 변화를 줄 수 있음을 알았다. 섬유의 직경은 응고액의 조성파 관계없이 40~50 μm 정도(섬도 평균 20~25 denier)였는데 이는 방사시 연신이 완전히 이루어지지 않았음을 시사하며 결과적으로 낮은 강도를 보였다.

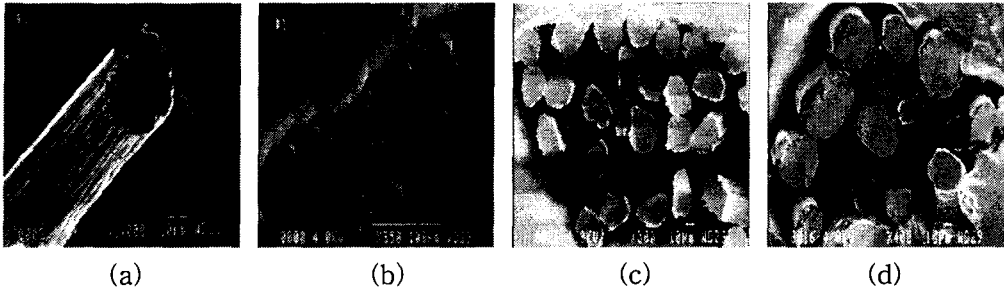


Fig. 2. SEM of regenerated cellulose fiber with the change of coagulant condition[(a) $\text{H}_2\text{SO}_4:\text{Na}_2\text{SO}_4:\text{H}_2\text{O}$, (b) $\text{CH}_3\text{COOH}:\text{CH}_3\text{COONa}:\text{H}_2\text{O}$, (c) $\text{CH}_3\text{COOH}:\text{H}_2\text{O}$, (d) $\text{H}_3\text{PO}_4:\text{H}_2\text{O}$.].

이산화탄소를 이용하여 제조된 셀룰로오스 카보네이트 유도체로부터 범용의 재생 셀룰로오스 섬유를 제조하기 위해서는 최적의 방사용액 제조와 이에 적합한 응고액 조건 결정, 그리고 고 연신이 가능한 방사장치의 개발에 대한 후속연구가 요청된다.

감사의 글: 본 연구는 한국과학재단 목적기초연구(R01-2001-00522)지원으로 수행되었음.

4. 참고문헌

- 1) 오상연, 류동일, 박근후, 최창남, 양갑승, 박원호, 오영세, Development of Viscose Rayon Process(I. Dissolution of Cellulose in CO_2/NaOH System), *Proceedings of the Korean Fiber Society Conference*, 315~319(1998. 4).
- 2) 오상연, 류동일, 신윤숙, 이화섭, 조성무, 셀룰로오스 카보네이트 유도체로부터 재생 셀룰로오스 섬유 제조, *Proceedings of the Korean Fiber Society Conference*, 371~374(2000. 10).
- 3) 오상연, 류동일, 신윤숙, 이화섭, 조성무, 셀룰로오스 카보네이트 유도체로부터 재생 셀룰로오스 섬유 제조(II. 셀룰로오스 카보네이트 유도체의 용해), *Proceedings of the Korean Fiber Society Conference*, 55~58(2001. 4).
- 4) 오상연, 류동일, 신윤숙, 이화섭, 조성무, 셀룰로오스 카보네이트 유도체로부터 재생 셀룰로오스 섬유 제조(III. 셀룰로오스 카보네이트 유도체의 상그림표), *Proceedings of the Korean Fiber Society Conference*, 215~218(2001. 10).