

## Permanent Press 가공용 실리콘 유연제의 합성과 그의 특성화

박창환 · 김승진\* · 김영근\* · 박홍수

명지대학교 공과대학 화학공학과  
\*한국건설자재 시험연구원

## Synthesis of Silicone Softner for Permanent Press Finish and Its Characterization

Park, Chang-Hwan · Kim, Seung-Jin\*  
Kim, Young-Geun\* · Park, Hong-Soo

*Dept. of Chemical Engineering, Myong Ji University, Yongin, Korea*  
*\*Korea Institute of Construction Materials, Seoul, Korea*

(Received March, 29, 1995)

### ABSTRACT

Silicone softner(SSN-3) for permanent press(PP) finish was prepared by blending beef tallow hardened oil for improving softness, water, the emulsion, which was synthesized from pentaerythritol monostearate as a softening component and silicone oil KF-96 as a lubricating component. The prepared SSN-3 and the PP finishing resin were applied to PP finishing cotton broad cloth and P/C gingham samples using one bath method. The properties such as crease recovery, tear strength, bending resistance test were tested. The samples treated with SSN-3 and PP finishing resin have improved properties, compared with nontreated samples, those treated only with PP finishing resin, those treated with commercial PP finishing softners and PP finishing resin. Also from the bending resistance test, the two kinds of fabric samples treated with SSN-3 of 3% showed grade 5 and these were good enough in feeling.

### I. 서 론

섬유제품의 품질을 고급화하는 방법 중에서 최후의 가공기술로 남아 있는 수지가공 기술개발의 필요성은 그 어느 때 보다도 강력히 요구되고 있다. 특히 permanent press(PP) 가공포의 품질관리에는 수지가공 조건과 함께 처리전 후에 있어서의 직물자체의 충분한 조정도 포함된다.

Durable press(DP)가공<sup>1-3)</sup>이라고 불리어지는 PP 가공은 고도의 wash and wear(W & W)성과 형태보존성을 부여하는 가공법을 말하는데, 다시 언급하면 거듭되는 세탁에도 수지가공효과가 지속될 수 있도록 가공하는 방법이다.

그러나 PP가공은 고도의 W & W성이 요구되므로 수지 사용량도 많아지고 가공포의 강도 저하가 현저하므로 이 결점을 보완코자 PP가공용 특수유연제<sup>4,5)</sup>가 필요하게 되었다. PP가공용 유연제는 수지가공시에

수지고형분에 대하여 5~10wt% 정도 병용하면 인열강도, 내마모성 및 방추성 등을 크게 개선시키며, 또한 유연제 자신이 유연·평활성을 보유하고 있다. 이 계통의 유연제는 보통의 유연제<sup>6~8)</sup> 혹은 내구성 유연제<sup>9, 10)</sup>와는 달리 열처리시에 고온에서 경화시키기 때문에 황변성<sup>11)</sup> 내지는 형광표백의 저해<sup>12)</sup>가 전연 없어야 하고, 가급적 제품자체가 중성이면서 비이온성 이어야 하며, 수지가공포의 인열강도와 마모강도의 저하를 막아줌과 동시에 우수한 유연·평활성을 보유해야 하는 등의 조건이 붙기 때문에, 지금까지 이 특수유연제의 개발에 많은 연구가 진행되었으나 성과가 많지 않은 실정이다.

본 연구에서는 유연성분 모체인 pentaerythritol monostearate(PESt)를 합성하고, 합성품 PESt에 유화제 2종류를 가하여 PESt 에멀전을 얻고서, 별도로 평활성분 모체인 실리콘 오일 KF-96(KF-96)에 실리콘 유화제 3종류를 가하여 KF-96 에멀전을 만든 다음, PESt와 KF-96 에멀전을 유연성 증진제인 우지경화유 및 물을 가하여 블렌드시켜 PP가공용 실리콘 유연제를 제조하였다.

제조된 동 유연제를 PP가공용 수지와 1욕법으로 각종 직물에 PP가공 처리를 한 후, 유연·평활성 및 방추도와 인열강도의 측정과 강연도 시험을 거쳐 제조된 실리콘 유연제의 물성성능 여부를 알아보았다.

## II. 재료 및 방법

### 1. 약품 및 기기

펜타에리스리톨과 스테아르산은 Sigma Chemical 사제, 실리콘 오일 KF-96은 한국신에츠실리콘사제(무색투명 점조액상, 100cs, sp.gr. 0.960~0.970), 우지경화유는 천일곡산사제(mp 53°C) 1급시약 내지는 정제품을 각각 그대로 사용하였다. 유화제는 한국포리올사제로서 Konion OA-20(OA-20)[polyoxyethylene(POE)(20) oleyl ether, paste상, OH value 46.5~51.5, HLB 15.4], Konion EA-11(EA-11)[POE(11) oleylcetyl ether, paste상, OH value 72.5~78.5, HLB 13.0], Konion SA-7(SA-7)[POE(7) stearyl ether, paste상, OH value 93.5~101.5, HLB 10.7] 및 Konion MO-14(MO-14)[POE(14) monooleate, paste상, OH value 59.5~66.5, HLB

13.7] 4종류를 또한 일본 Nikko Chemical사제인 Nikkol BW-10(BW-10)[POE(10) lanoline alcohol, 황색 고상, HLB 13.0]도 별도로 각각 그대로 사용하였다.

한편 기기분석에 있어서 녹는 점 측정은 Central Processor로서 Mettler FP 80을, Printer는 Mettler FP 44 및 MBC cell은 Mettler FP 81을 각각 사용하였고, 점도는 Viscotester 중 VT-02형 회전점도계를 사용하여 25°C에서 측정하였다.

### 2. Pentaerythritol monostearate의 합성

300mL의 4구 플라스크에 펜타에리스리톨 68.1g(0.5mol), 스테아르산 142.4(0.5mol) 및 촉매인 소듐 아세테이트 무수물 2.1g을 가한 후 질소분위기하에 205°C에서 5시간 에스테르 반응을 시켰다. 반응 도중에 수분정량기로 탈수된 물을 제거하였고, 반응종말점은 산가를 측정하여 결정하였으며, 서서히 냉각하여 170°C 이하부터 미반응의 펜타에리스리톨이 반응기 하층부에 침전되는 것을 제거한 후 내용물을 80°C에서 배출하였다.

얻어진 내용물은 다량의 디옥산에 침전시켜 미반응 물질을 제거한 다음 5mmHg하에서 12시간 감압건조시켜 연황갈색 고상물인 pentaerythritol monostearate(PESt) 179g을 얻었다.

수율 : 89%, 탈수량 : 8.8mL, mp 53°C, acid value : 2.24

### 3. 실리콘 유연제의 제조

200mL의 3구 플라스크에 II. 2에서의 합성품 PESt 28g과 PESt의 유화제인 BW-10 15g 및 OA-20.5g을 가하고 95°C로 온도를 올려 내용물을 완전 용융시킨 후, 70°C의 온수 60mL를 균일 교반하에 서서히 가하여 PESt를 유화시켰다. 또한 별도의 200mL 3구 플라스크에 KF-96 30g과 실리콘 오일의 유화제인 EA-11 10g, SA-7 13g 및 MO-15.5g을 넣고 온도 60°C를 유지하면서 60°C의 온수 70mL를 맹렬히 교반하에 서서히 가하여 KF-96을 유화시켰다.

다음 1/의 3구 플라스크에 우지경화유 25g을 넣고서 용융시킨 후, 앞에서 각각 유화시킨 PESt 에멀전 105g과 KF-96 에멀전 126g을 넣고서 50°C의 온수 240mL를 교반하에 60분간 서서히 가하고 계속하여

70분간 균일 교반하여 백색 paste상의 실리콘 유연제 (SSN-3) 476g을 얻었다.

수율 : 96%, 점도 : 6.5 ps, pH(meter) : 6.95

#### 4. 물성 측정용 시료의 처리조건 및 측정기기

본 실험에서 사용된 시료는 정련된 cotton broad cloth(60수), polyester/cotton(P/C) gingham 및 rayon yarn(100%, 21D) 3종류로서 유연제를 PP가공 처리하는 조건은 다음과 같다. Cotton broad cloth와 P/C gingham 시료는 padding법<sup>13)</sup> 즉, 유연제와 PP가공용 수지를 1:1로 하여 30°C의 처리욕에서 2dip, 2nip padder로 2회 패딩하여 2분간 침적시킨 후 wet pick-up<sup>14)</sup>은 cotton broad cloth 70%, P/C gingham 75%로 하였고, rayon yarn 시료는 침적법<sup>15)</sup>으로서 액량비 30:1로 하여 50°C의 처리욕에 시료를 20분간 침적시켰다. 다음 침적된 시료를 80°C에서 5분간 예비건조를 시킨 후 155°C에서 10분간 열경화<sup>16)</sup>하여 물성 측정 시료로 사용하였다.

PP가공용 유연제로 처리된 시료의 방추도(KS K 0550)와 인열강도 (KS K 0535)는 일본 Daiei Kagaku Seiki사제 Crease Recovery Tester와 Elemendorf Textile Tearing Tester로 각각 측정하였고, 유연·평활성은 Stick Slip법<sup>17)</sup>으로서 섬유와 섬유간의 정마찰계수  $\mu_s$ 와 동마찰계수  $\mu_d$ , 또한 섬유와 금속간의  $\mu_s$ 와  $\mu_d$ 를 각각 측정하여 유연성과 평활성을 측정하였다. Stick Slip법은 일본 흥아상사의 Stick Slip machine을 사용하여 20회 측정하여 평균값을 구한 다음 Gralén식<sup>17)</sup>에 대입하여  $\mu_s$ 와  $\mu_d$ 를 각각 구하였는데, 측정시의 실내 온도는 25°C, 상대습도는 70%였다. 또한 강연도 시험은 Handing법<sup>18)</sup>(JIS L-1009)으로 판정하였다.

#### 5. 성능 시험

##### 1) 방추도와 인열강도 측정

PP가공에 있어서 시료는 cotton broad cloth와 P/C gingham 2종류를, 유연제는 II. 3에서 제조한 SSN-3과 시판용 PP가공용 유연제 Eponol T(일본 Ipposha Oil사제, 폴리에틸렌 에멀전, 비이온성)를 각각 선정하고 II. 4에서와 같은 측정조건 및 가공조건과 기기를 사용하여 유연처리를 하였다.

배합량을 살펴 보면 유연제 각 3g과 PP가공용 수

지로서 일본 Sumitomo Chemical사제인 Sumitex Resin 901(에틸렌 우레아계, base resin) 8g, Sumitex Resin M-3(멜라민계, control resin) 3g 및 촉매인 Sumitex Accelerator MX(무기 금속염계) 1g을 취하고 물 85mL를 혼합하여 시료의 처리용액으로 제조 사용하였다.

##### 2) 유연·평활성 측정

시료는 rayon yarn을, 유연제는 SSN-3과 시판용 Eponol T 및 Bicron 88(일본 Ipposha Oil사제, 알킬 폴리아미드계, 양이온성)을 각각 선정하고 기타 처리조건과 방법을 II. 4와 같이 하였으며, 유연제와 수지의 배합량은 II. 5와 같은 조건으로 하였다.

##### 3) 강연도 시험

시료, 유연제 및 수지 종류와 PP가공 조건 등은 모두 II. 5.1과 동일한 방법으로 하여 표준상태에서 시험하였다.

### III. 결과 및 고찰

PESt의 합성에 관하여는 일찍이 Gibbons 등<sup>19)</sup>이 펜타에리스리톨과 linseed fatty acid를 225~300°C에서 반응시켜서 펜타에리스리톨의 테트라에스테르를 얻은 것과, 그외의 자료 등<sup>20)</sup>을 기초로 하였는데, 이미 그 합성법이 알려져 있기 때문에 구조확인 등은 생략하였다.

또한 실리콘 유연제의 제조에 있어서 유연성분 모체인 PESt의 에멀전은 유화제인 BW-10과 OA-20의 혼합 HLB값<sup>21)</sup>을 13.6에 맞추고, 평활성분 모체인 KF-96의 에멀전을 유화제인 EA-11, SA-7 및 MO-14의 혼합 HLB값 12.09에 맞추어 각각 O/W형 유화를 시켜 얻었는데, 원심분리기(일본 Kubota사제, KN-70형)로 2000rpm에서 10분간 2회 내용물을 고속 회전하여도 에멀전 입자의 파괴, 분리 또는 침전 등의 현상이 발생치 않아서 대체로 유화안정성이 양호함을 알 수 있다.

한편 PP가공법<sup>3)</sup>은 두꺼운 직물에 알맞는 post cure법과 얇은 직물에 적당한 pre cure법으로 구분되는데, 본 실험에서는 실험실적 방법을 택하여 II. 4에서와 같은 조작으로 하여 PP가공을 행하였다.

#### 1. 방추도 및 인열강도

유연제로서 PP가공 처리한 cotton broad cloth와 P/C gingham으로 방추도와 인열강도를 측정된 결과를 Table 1에 표시하였다. 2종류 시료의 경·위사 각 측정치를 비교해 볼 때 방추도는 시판의 Eponol T가 제조된 SSN-3보다 양호하게, 인열강도는 반대로 SSN-3이 Eponol T보다 더 좋게 나타났으며, 방추도와 인열강도의 값이 서로 반비례 함을 알았다.

Rosenbaum<sup>22)</sup>의 보고에 의하면 폴리에틸렌 에멀전을 열경화성 수지와 병용하여 방추가공, 방축가공 및 광태가공시에 방추도, 방축도, 광택도의 효능이 뛰어난 것을 밝혔고, 그 반면 내세탁성은 저하된다고 하였다. 따라서 Table 1에서 폴리에틸렌 에멀전을 주성분으로 한 Eponol T의 방추도가 크게 증가됨을 볼 때 위의 이론과 잘 일치함을 알 수 있었고, 그 반대로 SSN-3은 촉감을 좋게하는 유연·평활성 성분이 많이 함유된 때문에 인열강도가 급격히 향상되었다고 생각된다.

대체적으로 SSN-3으로서 PP가공한 시료의 방추도와 인열강도 값이 원시료인 B-1과 PP가공용 수지만을 사용한 B-2와 비교하여 많이 향상되었음을 알

수 있었다.

## 2. 유연·평활성

Tak 등<sup>23)</sup>은 유연·평활성을 실리콘 유연제가 가장 많이 보유함을 밝혔으며, 또한 Röder<sup>24)</sup>은 유연·평활성에 대한 마찰계수와 촉감에 대한 이론을 정립한 바 있다. Table 2에 rayon yarn을 시료로 한 각종 유연제의 유연·평활성 측정값을 나타냈는데, 유연성은 Bicron 88>SSN-3>Eponol T순으로, 평활성은 SSN-3>Bicron 88>Eponol T 순으로 각각 나타났

다. 유연성 면에서 볼 때 Bicron 88이 가장 좋게 나타났는데, 이는 Bicron 88이 양이온계 유연제이기 때문에 양이온계의 독특한 강력 유연효과로 인하여 SSN-3보다 유연성이 신장되었다고 생각되며, 평활성은 실리콘계인 SSN-3이 가장 좋게 나타났다.

한편 위의 결과로부터 유연성과 평활성은 서로 상반관계에 있음을 알았는데, 이러한 현상은 Röder의 마찰계수와 촉감에 대한 이론에서 밝힌 유연성과 평활성

Table 1. Crease recovery and tear strength of two fabrics treated by prepared silicone softner

Fabrics	Cotton Broad cloth(#60)				P/C gingham			
	Crease recovery(%)		Tear Strength(g)		Crease recovery(%)		Tear Strength(g)	
Kinds of Tests	W <sup>e)</sup>	F <sup>e)</sup>	W	F	W	F	W	F
Softners								
B-1 <sup>1)</sup>	65.0	65.0	1100	830	76.7	76.0	1390	1320
B-2 <sup>2)</sup>	80.9	78.7	960	790	84.1	82.7	1310	1280
SSN-3 <sup>3)</sup>	80.2	74.5	1350	1050	84.8	80.3	1700	1670
Eponol T <sup>4)</sup>	82.6	81.7	1300	960	86.5	82.9	1680	1600

a) Original fiber not treated with softner and resin  
b) Fiber treated with resin only  
c) Prepared silicone softner

d) Emulsified polyethylene softner  
e) W and F refer to warp and filling, respectively

Table 2. Softening and lubrication effects of the softners by the friction coefficient test

Frictional coefficient	Between yarn and steel			Between each yarn		
	$\mu_s$ <sup>a)</sup>	$\mu_d$ <sup>b)</sup>	$\Delta\mu$ <sup>c)</sup>	$\mu_s$	$\mu_d$	$\Delta\mu$
Blank	0.7454	0.6523	0.0931	0.8245	0.6582	0.1663
SSN-3	0.6801	0.5521	0.1280	0.7371	0.5554	0.1817
Eponol T	0.7363	0.6036	0.1327	0.7566	0.6106	0.1460
Bicron 88 <sup>d)</sup>	0.6794	0.5589	0.1205	0.7208	0.5665	0.1543

a)  $\mu_s$ : Static friction coefficient  
b)  $\mu_d$ : Dynamic friction coefficient

c)  $\Delta\mu$ : Difference between  $\mu_s$  and  $\mu_d$   
d) Cationic softner

의 서로 상반관계와 Δμ값의 범위를 볼 때 잘 일치하였다.

3. 강연도

태(handle)는 직물을 만졌을 때의 촉감과, 보았을 때의 시각 및 미적 감각, 여기에 더하여 드레이프성과 굽힘성 등을 종합해서 품질과 품위를 표현하는 뜻인데,<sup>25, 26)</sup> 태의 인자에서 강연성, 압축성, 신장성, 반발성, 밀도, 마찰성 및 냉온성 등이 포함된다. 따라서 태의 평가는 인간의 감각에 의해 사물의 평가 및 검사를 행하는 전문가에 의한 관능검사법(sensory test)이 의외로 가장 정확하다.

따라서 관능검사법으로 태에 관한 강연도 시험결과를 Table 3에 표시하였다. Table 3에서 SSN-3은 2종류 직물 모두 유연제 처리농도 1%에서 3~4급, 농도 3%에서 5급을 각각 나타내어 SSN-3은 촉감도 양호한 것으로 나타났다.

Table 3. Effects on the feeling of two fabrics treated by prepared silicone softner

Fabrics concentration Softners	Cotton broad cloth(#60)		P/C gingham	
	1%	3%	1%	3%
B-1	-	-	-	-
B-2	1~2	2~3	1~2	1~2
SSN-3	3~4	5	3	5
Eponol T	2~3	4~5	2~3	4~5

IV. 결 론

유연성분 모체인 pentaerythritol monostearate의 에멀전과 평활성분 모체인 실리콘 오일 KF-96의 에멀전을 각각 합성하고, 이들에 유연성 증진제인 우지 경화유 및 물 등을 블렌드하여 PP가공용 실리콘 유연제(SSN-3)를 제조하였다.

제조된 SSN-3을 PP가공용 수지와 1육법으로 2종류의 직물 시료에 PP가공 처리를 한 후 방추도, 인열 강도 및 유연·평활성 측정 및 강연도 시험을 통하여 제조된 SSN-3의 물성성능 여부를 검토한 결과 다음의 결론을 얻었다.

1. SSN-3으로서 PP가공한 시료의 방추도와 인열

강도 값이 원시료 또는 PP가공용 수지만을 처리한 시료의 값보다 훨씬 향상되었다.

2. SSN-3의 유연·평활성 측정 결과에서도 양호한 유연성과 평활성을 얻었다.

3. 강연도 시험에서 SSN-3의 농도 3%로 처리한 2종류 직물시료 모두 5급을 나타내어 촉감도 양호한 것으로 나타났다.

문 헌

1. Goldstein, H. B. : *Text. Chem. Colorist*, 11, 148 (1979).
2. Nordan, P. T. : *Am. Dyest. Repr.*, 69, 35(1980).
3. Joarder, G. K., Brannan, M. A. F., Rowland, S. P. and Guthrie, J. D. : *Text. Res. J.*, 39, 49 (1969).
4. Nippon Mektron KK. : *Jap. Kokai* 89, 40677 (1989).
5. Mooney, W. : *Text. Asia*, 11, 62(1980).
6. Salvi, A. S. : *Colourage*, 27, 27(1980).
7. Fukuda, H. : *Senehoku Kogyo*, 31, 74(1983).
8. KAO Soap KK. : U. S. Patent, 4,277,350 (1981).
9. Park, H. S., Kim, Y. G. and Pyoun, M. S. : *J. Korean Ind. & Eng. Chem.*, 1, 197(1990).
10. Kim, Y. G., Park, H. S. and Song, K. J. : *J. Korean Ind & Eng. Chem.*, 1, 168(1990).
11. Achwal, W. B. and Kaduskar, P. S. : *Colourage*, 31, 81(1984).
12. Bacon, O. C. Smith, J. E. and Hughes, L. E. : *Am. Dyest. Repr.*, 47, 259(1958).
13. Park, H. S. : *J. Korean Fiber Soc.*, 30, 928 (1993).
14. Jones, B. W., Turner, J. D. and Snyder, L. G. : *Text. Ind.*, 148, 25(1984).
15. Jung, C. H., Park, H. S. and Kim, Y. K. : *J. Korean Ind. & Eng. Chem.* 4, 54(1993).
16. Marsh, J. T. : "An Introduction to Textile Finishing", p. 247, Chapman & Hall Ltd, New York(1950).
17. Gralén, N. and Oloffson, B. : *Text. Res. J.*, 17,

- 488(1947).
18. Kindou, I. H. : "Senshoku Kako Kankei JIS Kigakushu", 3rd ed., pp. 402~403, Sen-I Kenkyu Co., Tokyo(1972).
19. Gibbons, J. P. and Gordon, K. M. : *Ind. Eng. Chem.*, **42**, 1591(1950).
20. Falbe, J. : "Surfactants in Consumer Products", pp. 99~101, Springer-Verlag, Heidelberg(1987).
21. Park, H. S. : *J. Korean Ind. & Eng. Chem.*, **3**, 670(1992).
22. Rosenbaum, R. : *Am. Dyest. Repr.*, **48**, 46 (1959).
23. Tak, T. P. and Bae, D. G. : *J. Korean Soc. of Text Eng. and Chem.*, **23**, 258(1986).
24. Röder, H. L. : *J. Text. Inst.*, **44**, T247(1953).
25. Brand, R. H. : *Text. Res. J.*, **34**, 791(1964).
26. Hoffman, R. M. : *Text Res. J.*, **35**, 429(1965).