

## PP 가공용 실리콘 유연제의 제조와 물성연구

임완빈\* · 양인모 · 정충호 · 함현식 · 박홍수

\*기술표준원

명지대학교 공과대학 화학공학과

(2002년 3월 22일 접수 ; 2002년 5월 17일 채택)

### Preparation and Physical Properties of Silicone Softner for PP Finish

Wan-Bin Im\* · In-Mo Yang · Choong-Ho Jung  
Hyun-Sik Hahm · Hong-Soo Park

\*Agency for Technology and Standards, Kwacheon 427-010, Korea

Department of Chemical Engineering, Myongji University, Yongin 449-728, Korea

(Received March 22, 2002 ; Accepted May 17, 2002)

**Abstract** : A silicone softner (SS-5), a permanent press (PP) finish, was prepared by blending silicone oil KF-96 (as a lubricating component) and beef tallow hardened oil (as a softening component) which was synthesized from fatty polyamide salts. The prepared SS-5 and the PP finishing resin were applied to PP finishing cotton cloth and P/C gingham sample by one-bath method. The properties such as crease recovery, tear strength, and bending resistance were tested. The samples treated with SS-5 and PP finishing resin showed improved properties when comparing with the untreated ones, with the ones treated only with PP finishing resin, with ones treated with commercial PP finishing softners and PP finishing resin. The grades of fabric samples treated with 3% SS-5 were fifth grade in the bending resistance test.

**Keywords** : silicone softner, PP finish, fatty polyamide salt, one-bath method.

### 1. 서 론

Permanent press (PP) 가공[1]이란 봉제품에 수지가공하여 고온고압에서 열처리하면 다림질이 필요없고, 구겨지지 않으며, 주름잡은 것이 풀어지지 않는 특징을 갖는 가공법을 말한다.

PP 가공의 열처리는 post cure법 또는 pre cure법에 의해 행해지는데, post cure법은 150~180℃, pre cure법은 200~240℃로서 처리시에 일반의 범용 유연제[2-4] 혹은 내구성 유연제

[5-7]를 사용하면 대부분의 경우 염색물의 변색, 황변성 및 백도저해[8]등의 원인이 되는 것이다. 따라서 PP 가공용에는 특수한 유연제를 사용하게 되는데, PP 가공용 유연제는 고온에서 경화시키기 때문에 위에서 언급한 황변성 내지는 형광표백의 저해가 전혀 없어야 될 뿐만 아니라 가급적 제품자체의 pH가 중성이면서 비이온성이어야 하며, 수지가공포의 인열강도와 마모강도의 저하를 막아줌과 동시에 우수한 유연·평활성을 보유해야 되는 등의 까다로운 제반 조건

이 불기 때문에, 지금까지 이 특수유연제의 개발에 많은 연구가 진행되었으나 소기의 큰 성과를 얻지 못하고 있다.

본 연구에서는 유연성분 모체인 지방산 폴리 아마이드염(DDDT)을 합성하고, 합성품 DDDT에 유화제 2종을 가하여 DDDT 에멀전을 얻고서, 별도로 평활성분 모체인 실리콘 오일 KF-96(KF-96)에 실리콘 유화제 3종을 가하여 KF-96 에멀전을 만든 다음, DDDT와 KF-96 에멀전을 유연성 증진제인 우지경화유 및 물을 가하여 혼합시켜 PP가공용 실리콘 유연제를 제조하였다.

제조된 유연제를 PP 가공용 수지와 1육법으로 각종 직물에 PP 가공처리를 한 후, 유연·평활성 및 방추도와 인열강도의 측정과 강연도 시험을 실시하여 제조된 실리콘 유연제의 PP 가공용 유연제로서의 적합성을 타진 해 보았다.

## 2. 실험

### 2.1. 시약 및 기기

우레아는 국산 동양화학사제, Hexadecanoic acid (HDA)와 hydroxyethylethylenediamine (HEED)은 Tokyo Kasei사제, 우지경화유는 천일곡산사제(mp 53°C), 실리콘 오일 KF-96(KF-96)은 한국신에츠실리콘사제(무색투명 점조액상, 100cs, sp. gr. 0.960~0.970) 1급시약 또는 정제품을 각각 그대로 사용하였다. 유화제는 한국포리올사제로서 Konion EA-11 (EA-11) [polyoxyethylene(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 OA-20 (OA-20) [POE(20) oleyl ether, paste상, OH value 46.5~51.5, HLB 15.4]의 3종을, 또한 일본 Nikko Chemical사제로서 Nikkol BWA-5 (BWA-5) [POE(5) lanoline alcohol, 황색 paste상, HLB 12.5]와 Nikkol MYO-10 (MYO-10) [POE(10) mono oleate, 담황색 오일상 액체, HLB 11.0]의 2종을 각각 사용하였다.

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

측정하였다.

### 2.2. 지방산 폴리아미드염의 합성

기계식 교반기, 적하깔때기, 질소 기류관, 온도계 및 환류냉각기를 부착한 500mL 4구 플라스크에 HDA 195.4g (0.76mol)을 넣고 70°C로 용융한 후에 HEED 36.8g (0.35mol)을 30분간에 걸쳐 적하시켰다. 80°C부터 질소가스를 통과시키고 220°C에서 3시간 반응시킨 다음 산가를 측정하여 중간생성물의 반응을 종결하였다(산가 2.1, 탈수량 12.1mL).

이어서 온도를 160°C로 맞춘 다음, 생성된 담황색 긴사슬의 지방산 아미드인 중간생성물에 우레아 21.2g (0.35mol)을 50분간 서서히 첨가하였다. 이때 암모니아 가스가 발생하기 시작하였으며, 동 온도에서 4시간 반응을 계속 진행하여 암모니아 가스의 발생이 완전히 없어지는 시점을 반응의 종말점으로 하였다.

제조된 최종생성물을 메탄올에 용해시킨 후, 10배량의 노르말헥산에 적하시켜 침전물을 얻은 다음, 이 침전을 회수하여 50°C, 6mmHg하에서 감압건조하여 담황색 고체상인 1,3-dihexadecanoyl-2,7-dioxy-6,8-di(2-hexadecanoyloxyethyl)-1,3,6,8-tetraazacyclodecane (DDDT)을 얻었다(수득율 87%).

### 2.3. 실리콘 유연제의 제조

200mL의 3구 플라스크에 2.2절에서의 합성품인 DDDT 5.5g과 DDDT의 유화제인 BWA-5 5.4g 및 OA-20 1.1g을 가하고 95°C로 승온시켜 내용물을 완전 용융한 후, 70°C의 온수 15mL를 균일 교반하에 서서히 가하여 DDDT를 에멀전화 하였다. 또한 별도의 200mL의 3구 플라스크에 KF-96 6.2g과 KF-96의 유화제인 EA-11 1.8g, SA-7 2.3g 및 MYO-10 1.5g을 넣고 온도를 60°C로 유지하면서 60°C의 온수 12mL를 맹렬히 교반하에 서서히 가하여 KF-96을 에멀전화 하였다.

다음 250mL의 3구 플라스크에 우지경화유 6.0g을 넣고 용융시킨 후, 앞에서 각각 유화시킨 DDDT 에멀전 액 27g과 KF-96 에멀전 액 24g을 넣고서 50°C의 온수 43mL를 교반하에 60분간 서서히 가하고 계속하여 80분간 균일 교반하여 백색 paste상의 실리콘 유연제 (SS-5) 95g을 얻었다[수득율 95%, 점도 6.4ps, pH (meter) 6.89].

## 2.4. 물성 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 PP 가공처리하는 조건은 다음과 같다. Cotton broad cloth와 P/C gingham 시료 시는 padding법[9] 즉, 유연제와 PP 가공용 수지를 1욕법으로 하여 30℃의 처리욕에서 2dip, 2nip padder로 2회 패딩하여 2분간 침적시킨 후 wet pick-up[10]은 cotton broad cloth 70%, P/C gingham 75%로 하였고, rayon yarn 시료는 침적법[7]으로서 액량비 30 : 1로 하여 50℃의 처리욕에 시료를 20분간 침적시켰다. 다음 침적된 시료를 80℃에서 5분간 예비건조를 시킨 후 155℃에서 10분간 열경화하여 물성 측정 시료로 사용하였다.

PP 가공용 유연제로 처리된 시료의 방추도 (KS K 0550)와 인열강도 (KS K 0535)는 일본 Daiei Kagaku Seiki사제 Crease Recovery Tester 와 Elemendorf Textile Tearing Tester 로 각각 측정하였고, 유연·평활성은 Stick Slip 법[11]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 홍야상사의 Stick Slip machine을 사용하여 20회 측정하여 평균값을 구한 다음 Galén식[11]에 대입하여  $\mu_s$ 와  $\mu_d$ 를 각각 구하였는데, 측정시의 실내 온도는 25℃, 상대습도는 70%였다. 또한 강연도 시험은 Handing법[12](JIS L-1009)으로 판정하였다.

## 2.5. 물성 시험

### 2.5.1. 방추도와 인열강도 측정

PP 가공에 있어서 시료는 cotton broad cloth 와 P/C gingham 2종류를, 유연제는 앞에서 제조한 SS-5와 시판용 PP 가공용 유연제 Eponol T(일본 Ipposha Oil사제, 폴리에틸렌 에멀전, 비이온성)를 각각 선정하고 2.4절에서와 같은 측정조건 및 가공조건과 기기를 사용하여 유연처리를 하였다.

배합량을 살펴 보면, 유연제 각 3g과 PP 가공용 수지로서 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.

### 2.5.2. 유연·평활성 측정

시료는 rayon yarn을, 유연제는 SS-5와 시판용 Eponol T 및 Bicron 88(일본 Ipposha Oil사제, 알킬 폴리아미드계, 양이온성)을 각각 선정하고 기타 처리 조건과 방법을 2.4절과 같이 하였으며, 유연제와 수지의 배합량은 위와 같은 조건으로 하였다.

### 2.5.3. 강연도 시험

시료, 유연제 및 수지 종류와 PP 가공조건 등은 모두 2.5.1과 동일한 방법으로 하여 표준상태에서 시험하였다.

## 3. 결과 및 고찰

지방산 폴리아미드염인 DDDT의 합성에 관해서는 이미 Shin 등[13]의 합성법이 알려져 있기 때문에 그의 구조확인 등을 생략하였다.

실리콘 유연제의 구성성분 중 유연성분 모체인 DDDT의 에멀전은 유화제인 BWA-5와 OA-20의 혼합 HLB값을 13.0에 맞추고, 평활성분 모체인 KF-96의 에멀전은 유화제인 EA-11, SA-7 및 MYO-10의 혼합 HLB값 11.5에 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 일어나지 않으므로써 유화안정성이 양호함을 알았다.

한편 PP 가공법[14]은 두꺼운 직물에 알맞은 post cure법과 얇은 두께의 직물에 적당한 pre cure법으로 구분되는데, 본 실험에서는 실험실적인 방법을 택하여 2.4절에서와 같은 조작을 통하여 PP 가공을 수행하였다.

### 3.1. 방추도 및 인열강도

Cotton broad cloth와 P/C gingham의 2종의 직물을 선정하여 유연제로서 PP 가공 처리한 후, 방추도 및 인열강도의 물성을 측정하였는데, 그 결과를 Table 1에 나타내었다. 2종 시료의 경·위사의 측정값을 비교해 볼 때 방추도는 시

판의 Eponol T가 제조된 SS-5보다 양호하게, 인열강도는 반대로 SS-5가 Eponol T보다 더 좋게 나타났으며, 방추도와 인열강도의 값들은 서로 반비례하는 경향을 보여주었다.

Rosenbaum[15]의 보고에 의하면 폴리에틸렌 에멀전을 열경화성 수지와 병용하여 방추가공, 방축가공 및 광택가공시에 방추도, 방축도 광택도의 효능이 뛰어난을 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 좋게 하는 유연·평활성 성분이 많이 함유된 때문에 인열강도가 급격히 향상되었다고 해석되었다.

대체로 SS-5로 PP 가공한 시료의 방추도와 인열강도 값이 원시료인 B-5와 PP 가공용 수지만을 사용한 B-6과 비교하여 많이 향상되었음을 알 수 있었다.

### 3.2. 유연·평활성

Oh[16]는 유연·평활성을 실리콘 유연제가 가장 많이 보유함을 밝혔으며, 또한 Röder[17]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>SS-5>Eponol T 순으로, 평활성은 SS-5>Bicron 88>Eponol T 순으로 각각 나타났다.

유연성 면에서 볼 때 Bicron 88이 가장 좋게 나타났는데, 이는 Bicron 88이 양이온계 유연제이기 때문에 양이온계의 독특한 강력 유연효과로 인하여 SS-5보다 유연성이 향상되었다고 생각되며, 평활성은 실리콘계인 SS-5가 가장 좋게 나타났다.

한편 위의 결과로부터 유연성과 평활성은 서로 상반 관계에 있음을 알았는데, 이러한 현상은 Röder의 마찰계수와 촉감에 대한 이론에서 밝힌 유연성과 평활성의 서로 상반관계와  $\Delta\mu$  값의 범위를 볼 때 잘 일치함을 알 수 있었다.

### 3.3. 강연도

태(handle)는 직물을 만졌을 때의 촉감과, 보았을 때의 시각 및 미적 감각, 여기에 더하여 드레이프성과 굽힘성 등을 종합해서 품질과 품위를 표현하는 뜻인데[18], 태의 인자에서 강연성, 압축성, 신장성, 반발성, 밀도, 마찰성 및 냉온성 등이 포함된다. 따라서 태의 평가는 인간

Table 1. Crease Recovery and Tear Strength of Two Fabrics Treated by Prepared Softner

Fabrics	Cotton broad cloth <sup>(#60)</sup>				P/C gingham			
	crease	recovery(%)	tear	strength(g)	crease	recovery(%)	tear	strength(g)
	W <sup>a</sup>	F <sup>a</sup>	W	F	W	F	W	F
B-5 <sup>b</sup>	63.8	76.3	1100	910	75.9	77.7	1420	1360
B-6 <sup>c</sup>	80.1	80.4	950	800	85.0	83.0	1360	1230
SS-5 <sup>d</sup>	82.4	73.3	1280	1180	85.3	79.2	1720	1690
Eponol T <sup>e</sup>	82.5	84.2	1320	830	87.1	83.7	1690	1560

<sup>a</sup> W and F refer to warp and filling, respectively

<sup>b</sup> Original fiber not treated with softner and resin

<sup>c</sup> Fiber treated with resin only

<sup>d</sup> Prepared silicone softner

<sup>e</sup> Emulsified polyethylene softner

Table 2. Softening and Lubrication Effects of the Softners by the Friction Coefficient Test

Frictional Coefficient	Between yarn and steel			Between each yarn		
	$\mu_s^a$	$\mu_d^b$	$\Delta\mu^c$	$\mu_s$	$\mu_d$	$\Delta\mu$
Blank	0.7416	0.6558	0.0858	0.8251	0.6357	0.1894
SS-5	0.6907	0.5520	0.1387	0.7405	0.5990	0.1415
Eponol T	0.7235	0.6145	0.1090	0.7532	0.5950	0.1582
Bicron 88 <sup>d</sup>	0.7031	0.5789	0.1242	0.7289	0.5986	0.1303

<sup>a</sup>  $\mu_s$  : Static friction coefficient, <sup>b</sup>  $\mu_d$  : Dynamic friction coefficient,

<sup>c</sup>  $\Delta\mu$  : Difference between  $\mu_s$  and  $\mu_d$ , <sup>d</sup> Bicron 88 : Cationic softner

Table 3. Effects on the Feeling of Two Fabrics Treated by Prepared Silicone Softner

Fabrics Concentration	Cotton broad cloth(#60)		P/C gingham	
	1%	3%	1%	3%
B-5	-	-	-	-
B-6	1~2	2~3	1~2	2~3
SS-5	3~4	5	3	5
Eponol T	2~3	4~5	2~3	3~4

의 감각에 의해 사물의 평가 및 검사를 행하는 전문가에 의한 관능검사법(sensory test)이 의외로 가장 정확하다.

따라서 관능검사법에 의거한 강연도 시험을 행하였는데, 그 결과를 Table 3에 표시하였다. 표에서 SS-5는 2종의 직물 모두 유연제 처리농도 1%와 3%에서 강연도 3~4급 및 5급 각각 나타내어 태에 의한 촉감도 비교적 좋은 것으로 나타났다.

#### 4. 결 론

유연성분 모체인 지방산 폴리아미드염의 에멀전과 평활성분 모체인 실리콘 오일 KF-96의 에

멀전을 각각 합성하고, 이들에 유연성 증진제인 우지경화유 등을 블렌드하여 PP 가공용 실리콘 유연제 (SS-5)를 제조하였다. 제조된 SS-5를 PP 가공용 수지와 1육법으로 2종의 직물 시료에 PP 가공처리를 한 후, 유연제와 연관성을 가진 물성시험을 실시하여 그 성능을 시험한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

유연제 SS-5로서 PP 가공한 시료의 방추도와 인열강도 값이 원시료 또는 PP 가공용 수지만을 처리한 시료의 값보다 훨씬 좋아짐을 확인하였으며, SS-5의 유연·평활성도 상당한 수준인 것으로 나타났다. 또한 강연도 시험에서 SS-5의 농도 3%로 처리한 2종의 직물 시료 모두 5급을 나타내어 양호한 태의 촉감을 보여주었다.

## 참고문헌

1. M. Edward, *J. Text. Assoc.*, **62**, 107 (2001).
2. Q. F. An, L. S. Li, L. X. Hwang, and K. C. Chen, *Gongneng Gaofenzi Xuebao*, **14**, 163 (2001).
3. H. Benoit and E. Russ, *Soap Cosmet.*, **77**, 34 (2001).
4. C. Anna, U. S. Patent 5807956A (1998).
5. Y. G. Kim, H. S. Park, and K. J. Song, *J. Kor. Ind. Eng. Chem.*, **1**, 168 (1990).
6. H. S. Park, Y. G. Kim, and M. S. Pyoun, *J. Kor. Ind. Eng. Chem.*, **1**, 197 (1990).
7. C. H. Jung, H. S. Park, and Y. K. Kim, *J. Kor. Ind. Eng. Chem.*, **4**, 54 (1993).
8. O. C. Bacon, J. E. Smith, and L. E. Hughes, *Am. Dyest. Repr.*, **47**, 259 (1958).
9. J. H. Keun, Y. G. Kim, and H. S. Park, *J. Kor. Fiber Soc.*, **28**, 715 (1991).
10. B. W. Jones, J. D. Turner, and L. G. Snyder, *Text. Ind.*, **148**, 25 (1984).
11. N. Gralén and B. Oloffson, *Text. Res. J.*, **17**, 488 (1947).
12. I. H. Kindou, "Senshoku Kako Kankei JIS Kigakushu", 3rd ed., pp. 402-403, Sen-I Kenkyu Co., Tokyo (1972).
13. J. H. Shin, S. G. Kim, and H. S. Park, *J. Kor. Oil Chem. Soc.*, **15**, 17 (1998).
14. G. K. Joarder, M. A. F. Brannan, S. P. Rowland, and J. D. Guthrie, *Text. Res. J.*, **39**, 49 (1969).
15. R. Rosenbaum, *Am. Dyest. Repr.*, **48**, 46 (1959).
16. K. W. Oh, *J. Kor. Fiber Soc.*, **33**, 761 (1996).
17. H. L. Röder, *J. Text. Inst.*, **44**, T247 (1953).
18. M. Raheel and J. Liu, *Text. Res. J.*, **61**, 31 (1991).