

Tencel A100 및 기타 재생셀룰로스 섬유제품의 정성분석

1. 서언

최근 재생셀룰로스 섬유제품의 개발 및 사용에 대한 관심이 크게 높아지고 있다. 섬유 혼용률은 섬유제품의 수입과 수출 등의 상거래에 있어 반드시 필요한 정보이며, 재생셀룰로스 섬유에 따라 착용 쾌적감과 가격 등이 크게 다르기 때문에, 재생셀룰로스 섬유에 대한 정성 및 정량분석법의 개발에 대한 필요성이 증가하고 있다.

현재 KS K 0210, KS K 0210-1, ISO 1833, ASTM D629, AATCC Test Method(TM) 20A, GB/T 2910, GB/T 2911, SN/T 3315 및 FZ/T 01057 등 섬유제품의 정성 및 정량분석에 대한 표준 시험법에서도 셀룰로스 섬유간의 정량 및 정성분석법은 부족한 상황이다.

재생셀룰로스 섬유들은 모두 β -D-glucose의 중합체인 셀룰로스의 구조를 지녀 화학적 특성은 매우 유사하지만, 일반적으로 중합도(n)는 상이하다. 예를 들어 일반적으로 면섬유는 2,000, 리오셀 및 모달은 900 이하, 비스코스 레이온은 250~500 정도의 중합도를 갖는다. 셀룰로스 섬유의 용해는 산성용매에 의해 1,4-글리코시드 결합(glycosidic bonds)이 절단되어 셀룰로스의 긴 분자 사슬이 짧아지면서 일어난다. 이 과정에서 분자량은 용해가 가능해질 때까지 작아지게 된다. 본 연구에서는 이러한 점을 착안하여 텐셀 A100 섬유와 다른 재생셀룰로스 섬유 사이의 중합도에 따른 용해도의 차이를 섬유 감별에 활용하고자 하였다.

본 연구에서는 적합한 산성 용매 및 시험 조건을 선택하여, 텐셀 A100 섬유 및 기타 재생셀룰로스 섬유에 대한 정성적인 감별 방법을 개발하였다.

2. 실험

(1) 재료 및 시약

텐셀 A100, 텐셀 LF, 텐셀 G100 및 모달 섬유는 렌징(Lenzing Co.)사의 제품을 사용하였고, 대나무를 원료로 한 레이온 섬유(Hebei Jigao Chemical Fiber Co.Ltd.)과 비스코스 레이온 섬유(Shanghai Textile Institute)도 함께 시험하였다.

염산(36~38 %)과 포름산/염화아연 용액(20 g의 무수 염화아연(질량 분율 > 98 %) 및 68 g의 무수 포름산)에 물을 가해 100 g으로 무게를 맞춤을 사용하였으며, 368 mL의 물에 343 mL의 진한 황산($p = 1.84$ g/mL)을 천천히 추가하여 $p = 1.4988$ g/mL 또는 $p = 1.4948$ g/mL(20 °C)의 밀도가 되게 하여 60 % 황산 수용액을 제조하고 1/2 염산(1:1 (v/v) 염산 및 물) 및 1/4 염산(1:3 (v/v) 염산 및 물)을 제조하였다.

(2) 실험 방법

분석 작업을 단순화하기 위해 앞서 제시한 재생셀룰로스 섬유 샘플과 이들 섬유의 혼합한 샘플을 실험에 사용하였다. 모든 시료의 무게는 수분율의 일관성을 위해 같은 날에 칭량하였다.

- 정성분석

섬유 샘플(0.5 g)을 삼각 플라스크에 담긴 포름산/염화아연 용액 (50 mL)에 첨가하고, 70 °C의 수조에 방치하였다. 샘플은 20 분 동안 100 rpm으로 교반하였으며, 용액의 액비는 1:100이다.

용해액을 스테인리스 메쉬에 여과하고 남은 불용물은 현미경 분석으로 텐셀 A100 섬유임을 확인하였다.

- 재생셀룰로스 섬유의 용해 특성

불용성 물질을 물로 세척하고 건조기에서 건조 후 하

루 동안 방치하여 수분율이 고려된 무게를 칭량하였다.

3. 결과 및 고찰

(1) 일반적인 산성 용액에 대한 용해 특성

정성분석은 가능한 간단하고 신속하며 신뢰할 수 있어야 한다. 재생셀룰로스 섬유 분석에는 일반적으로 산성 용액을 이용한다. 본 연구에서는 시험에 사용한 재생셀룰로스 섬유들이 포름산에 용해되지 않아, <표 1>에 나타낸 용액들을 사용하였다.

염산(70 ℃)은 모든 섬유를 신속하고 격렬하게 용해시켰다. 염산(실온, 30 분) 및 60 % 황산(실온, 30 분) 또한 유사한 결과를 보인다. 포름산/염화아연 용액은 서로 다른 실험 조건 하에서 재생셀룰로스 섬유의 용해도가 상이하게 나타났기 때문에, 이 용액으로 추가적인 연구를 진행하였다.

(2) 포름산/염화아연에 대한 용해 특성

서로 다른 조건에서의 포름산/염화아연에 대한 재생셀룰로스 섬유의 용해도와 용해 과정을 분석하기 위한 실험을 진행하였다. 실험 결과를 <표 2>에 나타내었으

며, 아래의 실험 결과는 20~150 분에 걸쳐 40~70 ℃에서 얻어진 것이다.

포름산/염화아연 용액에 대한 재생셀룰로스 섬유의 용해도는 A100 < LF < G100 < 비스코스 레이온 < 모달 및 대나무 레이온 순이었다.

온도는 포름산/염화아연을 이용한 재생셀룰로스 섬유의 용해 시험에서 중요한 요소 중 하나이다. 텐셀 A100 섬유 이외에 다른 재생셀룰로스 섬유들이 완전히 용해될 때까지 70 ℃에서 20 분, 50 ℃에서 2 시간이 소요되었다. 텐셀 A100 섬유의 손실량은 온도 상승에 따라서 증가하였다.

<표 2>의 데이터는 다양한 조건 하에서 시험된 재생셀룰로스 섬유의 용해 특성을 나타낸다. G100 섬유는 용해시간(1.0, 1.5, 2.0, 1.5 시간)이 경과됨에 따라서 1.5 시간 후부터 용해가 시작되어 2.5 시간 후 거의 완전히 용해되었다. 한편 45 ℃에서는 1 시간 후부터 용해가 시작되어 1.5 시간에 거의 완전히 용해되었다.

(3) 시험 방법 확립

분석 시간을 줄이기 위해, 재생셀룰로스 섬유에 대한 정성분석 온도를 70 ℃로 하여 시험한 데이터를 <표 3>

<표 1> 일반적으로 사용되는 산성 용액에 대한 재생셀룰로스 섬유의 용해도

용액/조건	시험된 섬유					
	Tencel A100	Tencel LF	Tencel G100	Viscose rayon	Modal	Bamboo Rayon
HCl (70 ℃)	빠르게 용해	빠르게 용해	빠르게 용해	빠르게 용해	빠르게 용해	빠르게 용해
HCl, 교반 (상온, 30 분)	용해	용해	용해	용해	용해	용해
60 % 황산, 교반 (상온, 30 분)	용해	용해	용해	용해	용해	용해
1/2 HCl, 교반 (40 ℃, 3.5 시간)	—	—	—	—	—	—
1/4 HCl, 교반 (70 ℃, 2 시간)	—	—	—	—	—	—
포름산/염화아연, 교반 (70 ℃, 20 분)	많은 잔여물	용해	용해	용해	용해	용해
포름산/염화아연, 교반 (40 ℃, 2.5 시간)	많은 잔여물	많은 잔여물	약간의 잔여물	용해	용해	용해

〈표 2〉 포름산/염화아연 용액에 대한 셀룰로스 재생 섬유의 용해도

조건	섬유 종류					
	Tencel A100	Tencel LF	Tencel G100	Viscose rayon	Modal	Bamboo Rayon
70 °C×20 분	잔여물 (0.210 g/0.505 g)	용해	용해	용해	용해	용해
65 °C×40 분	잔여물 (0.202 g/0.505 g)	용해	용해	용해	용해	용해
60 °C×50 분	잔여물 (0.336 g/0.507 g)	용해	용해	용해	용해	용해
55 °C×2 시간	잔여물 (0.249 g/0.505 g)	용해	용해	용해	용해	용해
55 °C×1.5 시간	잔여물 (0.350 g/0.508 g)	용해	용해	용해	용해	용해
55 °C×1 시간	잔여물 (0.403 g/0.502 g)	약간의 잔여물 (0.008 g/0.501 g)	용해	용해	용해	용해
50 °C×2 시간	잔여물 (0.410 g/0.507 g)	용해	용해	용해	용해	용해
50 °C×1.5 시간	잔여물 (0.435 g/0.505 g)	용해 (약간의 잔여물)	용해	용해	용해	용해
50 °C×1 시간	잔여물 (0.458 g/0.504 g)	잔여물 (0.202 g/0.501 g)	약간의 잔여물 (0.009 g/0.505 g)	용해	용해	용해
45 °C×2 시간	잔여물 (0.461 g/0.503 g)	잔여물 (0.245 g/0.503 g)	용해 (약간의 잔여물)	용해	용해	용해
45 °C×1.5 시간	잔여물 (0.476 g/0.505 g)	잔여물 (0.335 g/0.506 g)	약간의 잔여물 (0.014 g/0.502 g)	용해	용해	용해
45 °C×1 시간	잔여물 (0.473 g/0.501 g)	잔여물 (0.384 g/0.505 g)	잔여물 (0.257g/0.504 g)	용해 (약간의 잔여물)	용해	용해
40 °C×2.5 시간	잔여물 (0.491 g/0.505 g)	잔여물 (0.377 g/0.501 g)	약간의 잔여물 (0.017 g/0.505 g)	용해	용해	용해
40 °C×2 시간	잔여물 (0.496 g/0.504 g)	잔여물 (0.398 g/0.505 g)	잔여물 (0.131 g/0.505 g)	용해	용해	용해
40 °C×1.5 시간	잔여물 (0.504 g/0.507 g)	잔여물 (0.428 g/0.508 g)	잔여물 (0.310 g/0.508 g)	약간의 잔여물 (채취 어려움)	용해	용해
40 °C×1 시간	잔여물 (0.499 g/0.501 g)	잔여물 (0.465 g/0.505 g)	잔여물 (0.357 g/0.503 g)	약간의 잔여물 (0.039 g/0.505 g)	약간의 잔여물 (채취 어려움)	약간의 잔여물 (채취 어려움)

〈표 3〉 포름산/염화아연을 이용한 재생셀룰로스 섬유의 정성분석 조건

조건	섬유 종류					
	Tencel A100	Tencel LF	Tencel G100	Viscose rayon	Modal	Bamboo Rayon
65 °C×20 분	잔여물	잔여물	용해	용해	용해	용해
70 °C×30 분	거의 모두 용해 (약간의 잔여물)	용해	용해	용해	용해	용해
70 °C×20 분	잔여물	용해	용해	용해	용해	용해
70 °C×15 분	잔여물	거의 모두 용해 (약간의 잔여물)	용해	용해	용해	용해
75 °C×20 분	거의 모두 용해 (약간의 잔여물)	용해	용해	용해	용해	용해

〈표 4〉 다양한 재생셀룰로스 섬유 혼합물의 용해 시험 후 잔여물

구분	섬유 및 혼합물(%)						결과 ^a
	Tencel A100	Tencel LF	Tencel G100	Viscose rayon	Modal	Bamboo Rayon	
시험 1	100	—	—	—	—	—	Y
시험 2	—	20	20	20	20	20	N
시험 3	50	50	—	—	—	—	Y
시험 4	50	—	50	—	—	—	Y
시험 5	50	—	—	50	—	—	Y
시험 6	50	—	—	—	50	—	Y
시험 7	50	—	—	—	—	50	Y

^aY-residue after experiment, N-no residue after experiment

에 나타내었다.

이전에 확립된 시험 조건으로부터 순수한 또는 혼합된 섬유들의 시험 결과를 〈표 4〉에 나타내었다. 시험 1과 시험 2는 불용성 물질이 텐셀 A100 섬유임을 나타낸다. 시험 3-7은 모든 경우에서 텐셀 A100 섬유의 잔여물이 50 %인 다섯 가지의 섬유들에 대한 결과를 보여준다. 이러한 결과는 위의 시험 방법이 텐셀 A100 섬유와 다른 재생셀룰로스 섬유를 구별할 수 있음을 의미한다.

실험은 〈표 3〉에 나타난 바와 같이 65 ℃(20 분), 70 ℃(15, 20, 30 분) 및 75 ℃(20 분)에서 진행되었다. 텐셀 A100 섬유는 70 ℃(30 분) 및 75 ℃(20 분)에서 거의 완전히 용해되었다. LF 섬유는 65 ℃(20 분) 또는 70 ℃(15 분)에서 완전히 용해되지 않았다. 따라서 텐셀 A100 섬유와 다른 재생셀룰로스 섬유의 정성

분석에는 70 ℃의 포름산/염화아연 용액에서 20 분 동안 처리하는 것이 가장 적합하였다. 반응 온도를 높이면 반응 시간이 단축 될 수 있지만, 온도가 증가함에 따라 잔류 텐셀 A100 섬유의 손실이 함께 증가하여 검출 한계에 영향을 미친다.

(4) 재현성

세 가지 요인(용액 온도, 용해 시간 및 교반 주파수)을 포함한 방법의 재현성을 검토하기 위해 〈표 5〉와 같은 실험을 설계하였다. 시험 결과에 의하면 70 ℃의 용액 온도, 20 분의 용해 시간 및 100 rpm의 교반 속도를 포함하는 조건이 재현성이 있음을 보여준다. 텐셀 A100 섬유 함유량의 검출 한계는 1 % 이상, 검출 범위는 텐셀 A100 섬유의 1~100 %의 함유량이다. 이후 다양한 용액 및 실험자를 적용하여 동일한 결과를 얻었다.

〈표 5〉 재생셀룰로스 섬유 정성분석의 재현성

조건		실험 번호								
		1	2	3	4	5	6	7	8	9
용해 온도(℃)		69	69	69	70	70	70	71	71	71
용해 시간(분)		19	20	21	19	20	21	19	20	21
교반 주파수(rpm)		90	100	110	100	110	90	110	90	100
결과	실험 후의 A100 섬유	Y	Y	Y	Y	Y	Y	Y	Y	Y
	실험 후 다른 섬유	N	N	N	N	N	N	N	N	N
	Tencel A100 섬유의 검출 한계(%)	1	1	1	1	1	1	1	1	1

^aY-residue, N-dissolved (no residue)

4. 결론

본 연구에서는 일반적으로 사용되는 산성 용액에 대한 다양한 재생셀룰로스 섬유의 용해도를 검토하고, 이를 근거로 텐셀 A100과 기타 재생셀룰로스의 정성적인 감별 방법을 개발하였다. 본 연구는 다양한 재생셀룰로스 혼용제품의 정성 및 정량분석을 위한 용해법을 확립하는데 기초적인 자료로서 제공될 수 있을 것으로 생각된다.

AATCC Journal of Research (Vol.4, No.2, 2017)

한국산업규격(KS)