(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2025-0012382
(43) 공개일자 2025년01월24일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
D04H 1/4326 (2012.01) *D06M 10/00* (2006.01)
D06M 11/59 (2006.01) *D06M 13/372* (2006.01)
D06M 23/06 (2006.01)
(52) CPC특허분류
D04H 1/4326 (2013.01)
D06M 10/001 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2023-0092572
(22) 출원일자 2023년07월17일
심사청구일자 2023년07월17일

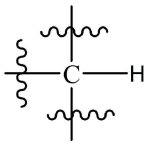
(71) 출원인
세종대학교산학협력단
서울특별시 광진구 능동로 209 (군자동, 세종대학교)
(72) 발명자
홍성철
서울특별시 강남구 선릉로 120, 13동 301호
오세빈
서울특별시 광진구 능동로43길 38-19
(74) 대리인
이수열

전체 청구항 수 : 총 20 항

(54) 발명의 명칭 **항바이러스 성능을 가진 부직포 복합체 및 그의 제조방법**

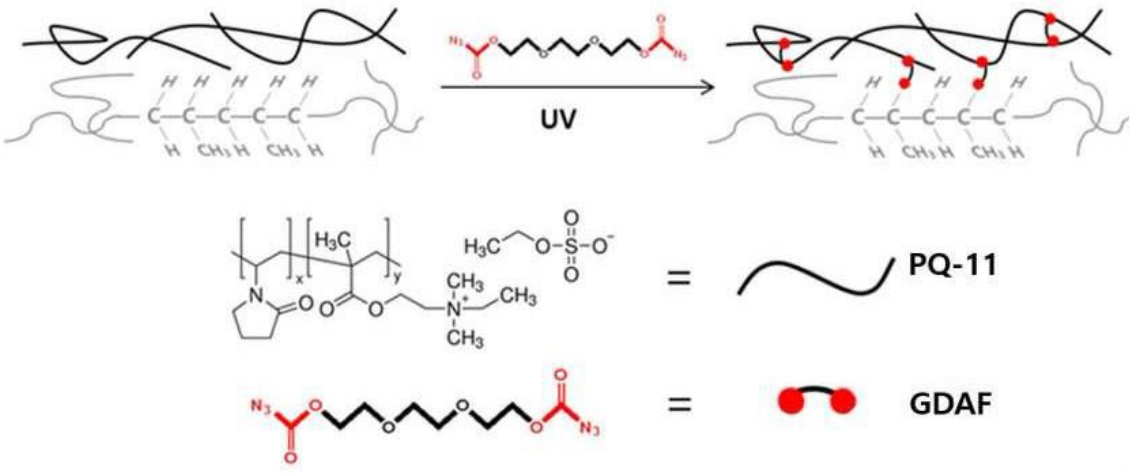
(57) 요 약

항바이러스 성능을 가진 부직포 복합체 및 그의 제조방법이 개시된다. 상세하게는 α-올레핀 중합체를 포함하는



부직포; 4가 암모늄 기능기 및 를 갖는 4가 암모늄 화합물; 및 상기 α-올레핀 중합체와 4가 암모늄 화합물을 공유 결합으로 연결시켜주는 모이어티;를 포함하는 부직포 복합체가 제공된다. 본 발명의 항바이러스 성능을 가진 부직포 복합체는 항바이러스 성능을 가진 4가 암모늄 화합물의 용출이 적고 세정 이후에도 항바이러스성을 유지하며 복수회 재사용할 수 있다.

대 표 도



실시예 1

(52) CPC특허분류
D06M 11/59 (2013.01)
D06M 13/372 (2013.01)
D06M 23/06 (2013.01)
D10B 2401/13 (2013.01)

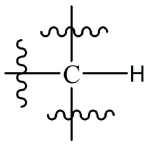
이 발명을 지원한 국가연구개발사업
과제고유번호 1711187858
과제번호 2022R1A2C1009063
부처명 과학기술정보통신부
과제관리(전문)기관명 한국연구재단
연구사업명 개인기초연구(과기정통부)
연구과제명 Azidoformate 기반 고효율 무촉매 C-H 결합 삽입을통한 고분자 “중합 후 개질” 플랫폼 기술의 고부가가치응용
기 여 율 1/2
과제수행기관명 세종대학교
연구기간 2022.03.01 ~ 2024.02.29
이 발명을 지원한 국가연구개발사업
과제고유번호 1711183297
과제번호 2022M3H4A1A03076498
부처명 과학기술정보통신부
과제관리(전문)기관명 한국연구재단
연구사업명 나노소재기술개발
연구과제명 고내구성 항바이러스/항균 친환경 고분자 및 고분자복합 소재 개발
기 여 율 1/2
과제수행기관명 서울대학교
연구기간 2022.04.21 ~ 2023.12.31

명 세 서

청구범위

청구항 1

α-올레핀 중합체를 포함하는 부직포;



4가 암모늄 기능기 및 를 갖는 4가 암모늄 화합물; 및

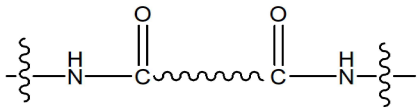
상기 α-올레핀 중합체와 4가 암모늄 화합물을 공유 결합으로 연결시켜주는 모이어티;를 포함하는 부직포 복합체.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 모이어티가 아래 구조식 1로 표시되는 것을 특징으로 하는 부직포 복합체.

[구조식 1]



청구항 3

제2항에 있어서,

상기 모이어티의 질소 중 어느 하나가 상기 α-올레핀 중합체의 C-H 결합의 수소와 치환되어 공유결합되고,

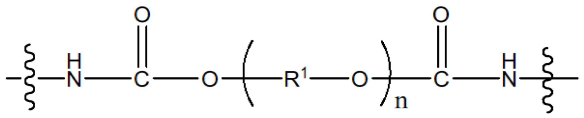
상기 모이어티의 질소 중 다른 하나가 상기 4가 암모늄 중합체의 C-H 결합의 수소와 치환되어 공유결합된 것을 특징으로 하는 부직포 복합체.

청구항 4

제2항에 있어서,

상기 구조식 1이 아래 구조식 2로 표시되는 것을 특징으로 하는 부직포 복합체.

[구조식 2]



상기 구조식 2에서,

R^1은 C1-C6 알킬렌이고,

n은 1 내지 30의 정수이다.

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 4가 암모늄 화합물이 상기 α-올레핀 중합체에 그라프팅됨으로써 상기 α-올레핀 중합체가 개질되는 것을

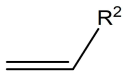
특징으로 하는 부직포 복합체.

청구항 6

제1항에 있어서,

상기 α-올레핀 중합체가 아래 구조식 3으로 표시되는 α-올레핀 단량체가 중합된 것을 특징으로 하는 부직포 복합체.

[구조식 3]



상기 구조식 3에서,

R^2는 수소원자, C1-C18 알킬, C2-C18 알케닐, C6-C20 아릴, C3-C20 헤테로아릴, C5-C20 시클로알킬, C3-C20 헤테로시클로알킬, C7-C20 아르알킬, C7-C20 알크아릴(alkaryl), 또는 공유 결합된 이들의 조합이다.

청구항 7

제6항에 있어서,

상기 α-올레핀 중합체가 폴리프로필렌, 고밀도 폴리에틸렌, 중밀도 폴리에틸렌, 저밀도 폴리에틸렌, 초고분자 폴리에틸렌, 폴리1-부텐, 폴리부타디엔, 폴리스티렌, 폴리이소프렌, 폴리이소부틸렌, 폴리클로로프렌, 폴리1-펜텐, 폴리이소펜텐, 폴리1-헥센, 폴리1-헵텐, 폴리이소헵텐, 폴리1-노넨, 폴리1-데켄, 폴리비닐시클로헥산, 폴리터부틸에틸렌 및 폴리다이엔으로 이루어진 군으로부터 선택된 1종 이상을 포함하는 것을 특징으로 하는 부직포 복합체.

청구항 8

제1항에 있어서,

상기 4가 암모늄 화합물이 Poly[(2-ethyldimethylammonioethyl methacrylate ethyl sulfate)-co-(1-vinylpyrrolidone)], 벤잘코늄 염화물(benzalkonium chloride), 벤제토늄 염화물(benzethonium chloride), 폴리옥시에틸렌 트리메틸 암모늄 클로라이드(polyoxyethylene trimethyl ammonium chloride), 폴리옥시알킬 트리알킬 암모늄 클로라이드(polyoxyalkyl trialkyl ammonium chloride), 폴리디알릴디메틸암모늄 클로라이드(polydiallyldimethylammonium chloride 및 [(아크릴로일옥시)에틸]트리메틸암모늄 클로라이드((Acryloyloxy)ethyl]trimethylammonium chloride)로 이루어진 군으로부터 선택된 1종 이상을 포함하는 것을 특징으로 하는 부직포 복합체.

청구항 9

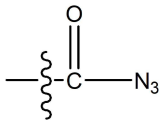
제1항에 있어서,

상기 부직포가 항바이러스성 및 항균성을 갖는 것을 특징으로 하는 부직포 복합체.

청구항 10

제1항에 따른 부직포 복합체를 포함하는 항바이러스성 및 항균성 마스크.

청구항 11

(a) 양 말단에 아지도포르메이트기()를 갖는 아지도포르메이트 화합물, 4가 암모늄 화합물 및 용매를 혼합하여 용액을 제조하는 단계;

(b) α-올레핀 중합체를 포함하는 부직포를 상기 용액과 접촉시켜 상기 용액이 함침된 부직포를 제조하는 단계;

(c) 상기 용액이 함침된 부직포를 건조하여 아지도포르메이트 화합물 및 4가 암모늄 화합물이 코팅된 부직포를 제조하는 단계; 및

(d) 상기 아지도포르메이트 화합물 및 4가 암모늄 화합물이 코팅된 부직포를 광 조사하여 상기 아지도포르메이트 화합물, 4가 암모늄 화합물 및 상기 부직포의 α-올레핀 중합체를 반응시켜 부직포 복합체를 제조하는 단계;를

포함하는 부직포 복합체의 제조방법.

청구항 12

제11항에 있어서,

상기 단계 (b)의 접촉이 스프레이 방식에 의해 수행되는 것을 특징으로 하는 부직포 복합체의 제조방법.

청구항 13

제11항에 있어서,

상기 용액이

상기 아지도포르메이트 화합물 100 중량부;

상기 4가 암모늄 화합물 5 내지 50 중량부; 및

상기 용매 100 내지 3,000 중량부;를 포함하는 것을 특징으로 하는 부직포 복합체의 제조방법.

청구항 14

제13항에 있어서,

상기 용매가 물과 에탄올을 포함하고,

물(w)에 대한 에탄올(e)의 중량비(e/w)가 1 내지 5인 것을 특징으로 하는 부직포 복합체의 제조방법.

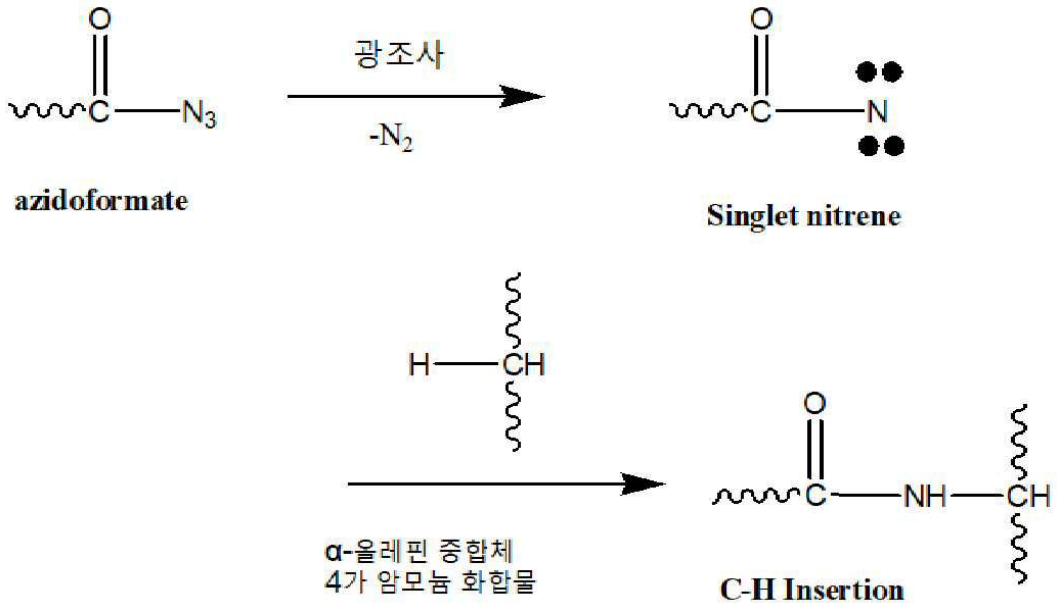
청구항 15

제11항에 있어서,

단계 (d)의 상기 반응이 C-H 삽입 반응으로 수행되고,

상기 C-H 삽입 반응이 하기 반응식 1과 같이 아지도포르메이트기의 질소가 싱글릿의 나이트렌(singlet nitrene)이 되고, 상기 싱글릿 나이트렌이 α-올레핀 중합체의 C-H 결합의 수소 및/또는 4가 암모늄 화합물의 C-H 결합의 수소와 치환되어 공유결합되는 것을 특징으로 하는 부직포 복합체의 제조방법.

[반응식 1]



청구항 16

제11항에 있어서,

상기 부직포 복합체의 제조방법이 단계 (d) 후에,

(e) 상기 부직포 복합체를 에탄올과 물을 포함하는 에탄올 수용액으로 세척하고 건조하는 단계;를 추가로 포함하는 것을 특징으로 하는 부직포 복합체의 제조방법.

청구항 17

제11항에 있어서,

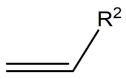
상기 단계 (d)에서 광 조사가 자외선을 조사하여 수행되는 것을 특징으로 하는 부직포 복합체의 제조방법.

청구항 18

제11항에 있어서,

상기 α-올레핀 중합체가 아래 구조식 3으로 표시되는 α-올레핀 단량체가 중합된 것을 특징으로 하는 부직포 복합체의 제조방법.

[구조식 3]



상기 구조식 3에서,

R^2는 수소원자, C1-C18 알킬, C2-C18 알케닐, C6-C20 아릴, C3-C20 헤테로아릴, C5-C20 시클로알킬, C3-C20 헤테로시클로알킬, C7-C20 아르알킬, C7-C20 알크아릴(alkaryl), 또는 공유 결합된 이들의 조합이다.

청구항 19

제18항에 있어서,

상기 α-올레핀 중합체가 폴리프로필렌, 고밀도 폴리에틸렌, 중밀도 폴리에틸렌, 저밀도 폴리에틸렌, 초고분자 폴리에틸렌, 폴리1-부텐, 폴리부타디엔, 폴리스티렌, 폴리이소프렌, 폴리이소부틸렌, 폴리클로로프렌, 폴리1-펜텐, 폴리이소펜텐, 폴리1-헥센, 폴리1-헵텐, 폴리이소헵텐, 폴리1-노넨, 폴리1-데켄, 폴리비닐시클로헥산, 폴리

터부틸에틸렌 및 폴리다이엔으로 이루어진 군으로부터 선택된 1종 이상을 포함하는 것을 특징으로 하는 부직포 복합체의 제조방법.

청구항 20

제11항에 있어서,

상기 4가 암모늄 화합물이 Poly[(2-ethyldimethylammonioethyl methacrylate ethyl sulfate)-co-(1-vinylpyrrolidone)], 벤잘코늄 염화물(benzalkonium chloride), 벤제토늄 염화물(benzethonium chloride), 폴리옥시에틸렌 트리메틸 암모늄 클로라이드(polyoxyethylene trimethyl ammonium chloride), 폴리옥시알킬 트리알킬 암모늄 클로라이드(polyoxyalkyl trialkyl ammonium chloride), 폴리디알릴디메틸암모늄 클로라이드(polydiallyldimethylammonium chloride 및 [(아크릴로일옥시)에틸]트리메틸암모늄 클로라이드((Acryloyloxy)ethyl]trimethylammonium chloride)로 이루어진 군으로부터 선택된 1종 이상을 포함하는 것을 특징으로 하는 부직포 복합체의 제조방법.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 항바이러스 성능을 가진 부직포 복합체 및 그의 제조방법에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 플라스틱에는 바이러스가 24시간에서 최장 3일까지도 생존하고, 마스크에는 최대 7일 이상 생존할 수 있다. 바이러스의 장기 생존 가능성은 감염된 개인에 의해 축적된 바이러스가 확산될 우려를 낳으며, 감염경로와 과정을 파악하기 어렵게 만든다. 마스크, 공기필터, 손이 닿는 기판의 표면에 축적된 바이러스는 접촉으로 인한 바이러스 전파의 원인이 될 수 있으며 특히 장기간 착용하는 마스크는 마스크 표면에 바이러스가 분포함에 따라 감염 매개체가 되어 눈, 코, 입으로의 감염을 유발할 수 있다.

[0003] 매개 감염을 억제하기 위해 물리적인 방법(자외선, 증기, 마이크로파)와 화학적인 방법(알코올, 과산화수소, 계면활성제) 등의 표면 살균이 제안되고 있지만 낮은 접근성, 재료 자체 성능의 한계, 프로토콜 수행의 불편함 등으로 인해 비효율적이며 바이러스를 비활성화하기 위한 일부 물리적 접근법은 바이러스 스파이크의 유연성과 빠른 움직임으로 인해 장기적으로 효과적이지 않을 수 있다. 또한, 나노스케일의 다공성 구조, 무기 나노입자, 수집된 바이러스의 영구적인 손상을 위한 감광성의 나노화합물로 코팅된 마스크가 도입되었지만, 이러한 조치를 적용하는 데에는 독성 및 나노 화합물 생산을 현장으로 변환하기 위한 다수의 과정이 요구된다.

[0004] 개인보호장비 등에 첨가되는 첨가물형 항바이러스 물질들은 대부분 용출 기반 항바이러스 메카니즘을 가져 용출 및 휘발로 인해 성능의 지속 시간이 짧으며, 일정 농도 이상에서 작동하기 때문에 생체 세포 독성 또한 높을 수 있다. 또한 내구성이 낮아 사용 환경/세척/재사용 등에 취약하다.

[0005] 한편, 일회용 마스크는 2020년 기준 국내에서 약 67억 개가 사용되었으며, 이는 일반 쓰레기로 분류되어 약 38억 개 소각 및 약 21억 개 매립되어 온실가스 및 미세플라스틱 등 환경 문제를 발생시키고 있다. 재활용 수거 과정에서 2차 감염의 우려로 인하여 재활용 또한 현실적으로 불가능하며 철심 및 끈 제거의 비용으로 인해 수익성 또한 낮다.

[0006] 또한, 의료시설에서 활용되는 의복, 수술용 마스크, 위생용 타올 등에 항바이러스 부직포 섬유가 활용되면 감염의 위험성을 줄일 수 있고 이를 통해 항생제 사용, 감염 치료, 인건비, 세탁비, 의료폐기물 등을 감소시킬 수 있다.

[0007] 따라서, 여러 번 세척하여 재사용이 가능하고, 항바이러스 성능을 갖는 부직포 복합체에 관한 연구가 필요하다.

발명의 내용

해결하려는 과제

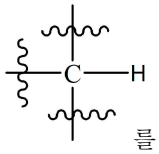
[0008] 본 발명의 목적은 상기 문제점들을 해결하기 위한 것으로, 항바이러스 성능을 지닌 고분자와 부직포 간의 무촉매 C-H 삽입 반응으로 공유결합을 형성하여 표면 개질된 부직포 복합체를 제공하는데 있다.

[0009] 본 발명의 또 다른 목적은 비교적 온화한 조건에서 부직포의 간단한 표면처리 공정만으로 부반응을 최소화하고,

화장품 원료로 사용되는 고분자를 항바이러스 물성 부여 성분으로 이용함에 따라 세포독성위험을 최소화한 부직포 복합체를 제공하는데 있다.

[0010] 본 발명의 또 다른 목적은 부직포 복합체의 공유결합형 고내구성 항바이러스 소재로의 전환으로 유기물을 안정화시키고 용출 및 휘발성을 방지하여 세척 및 재사용이 가능한 항바이러스 부직포 복합체를 제공하는데 있다.

과제의 해결 수단

[0011] 본 발명의 일 측면에 따르면, α-올레핀 중합체를 포함하는 부직포; 4가 암모늄 기능기 및  를 갖는 4가 암모늄 화합물; 및 상기 α-올레핀 중합체와 4가 암모늄 화합물을 공유 결합으로 연결시켜주는 모이어티;를 포함하는 부직포 복합체가 제공된다.

[0012] 또한, 상기 모이어티가 아래 구조식 1로 표시될 수 있다.

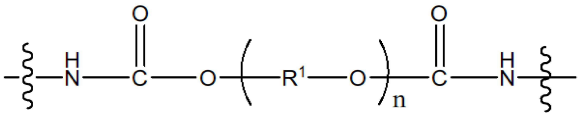
[0013] [구조식 1]

[0014] 

[0015] 또한, 상기 모이어티의 질소 중 어느 하나가 상기 α-올레핀 중합체의 C-H 결합의 수소와 치환되어 공유결합되고, 상기 모이어티의 질소 중 다른 하나가 상기 4가 암모늄 화합물의 C-H 결합의 수소와 치환되어 공유결합될 수 있다.

[0016] 또한, 상기 구조식 1이 아래 구조식 2로 표시될 수 있다.

[0017] [구조식 2]

[0018] 

[0019] 상기 구조식 2에서,

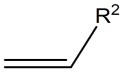
[0020] R^1은 C1-C6 알킬렌이고,

[0021] n은 1 내지 30의 정수이다.

[0022] 또한, 상기 4가 암모늄 화합물이 상기 α-올레핀 중합체에 그라프팅됨으로써 상기 α-올레핀 중합체가 개질될 수 있다.

[0023] 또한, 상기 α-올레핀 중합체가 아래 구조식 3으로 표시되는 α-올레핀 단량체가 중합된 것일 수 있다.

[0024] [구조식 3]

[0025] 

[0026] 상기 구조식 3에서,

[0027] R^2는 수소원자, C1-C18 알킬, C2-C18 알케닐, C6-C20 아릴, C3-C20 헤테로아릴, C5-C20 시클로알킬, C3-C20 헤테로시클로알킬, C7-C20 아르알킬, C7-C20 알크아릴(alkaryl), 또는 공유 결합된 이들의 조합이다.

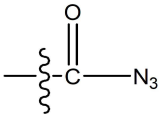
[0028] 또한, 상기 α-올레핀 중합체가 폴리프로필렌, 고밀도 폴리에틸렌, 중밀도 폴리에틸렌, 저밀도 폴리에틸렌, 초고분자 폴리에틸렌, 폴리1-부텐, 폴리부타디엔, 폴리스티렌, 폴리이소프렌, 폴리이소부틸렌, 폴리클로로프렌, 폴리1-펜텐, 폴리이소펜텐, 폴리1-헥센, 폴리1-헵텐, 폴리이소헵텐, 폴리1-노넨, 폴리1-데켄, 폴리비닐시클로헥

산, 폴리터부틸에틸렌 및 폴리다이엔으로 이루어진 군으로부터 선택된 1종 이상을 포함할 수 있다.

[0029] 또한, 상기 4가 암모늄 화합물이 Poly[(2-ethyldimethylammonioethyl methacrylate ethyl sulfate)-co-(1-vinylpyrrolidone)], 벤잘코늄 염화물(benzalkonium chloride), 벤제토늄 염화물(benzethonium chloride), 폴리옥시에틸렌 트리메틸 암모늄 클로라이드(polyoxyethylene trimethyl ammonium chloride), 폴리옥시알킬 트리알킬 암모늄 클로라이드(polyoxyalkyl trialkyl ammonium chloride), 폴리디알릴디메틸암모늄 클로라이드(polydiallyldimethylammonium chloride 및 [(아크릴로일옥시)에틸]트리메틸암모늄 클로라이드((Acryloyloxy)ethyl]trimethylammonium chloride)로 이루어진 군으로부터 선택된 1종 이상을 포함할 수 있다.

[0030] 또한, 상기 부직포 복합체가 항바이러스성 및 항균성을 가질 수 있다.

[0031] 본 발명의 다른 하나의 측면에 따르면, 상기 부직포 복합체를 포함하는 항바이러스성 마스크가 제공된다.

[0032] 본 발명의 또 다른 하나의 측면에 따르면, (a) 양 말단에 아지도포르메이트기()를 갖는 아지도포르메이트 화합물, 4가 암모늄 화합물 및 용매를 혼합하여 용액을 제조하는 단계; (b) α-올레핀 중합체를 포함하는 부직포를 상기 용액과 접촉시켜 상기 용액이 함침된 부직포를 제조하는 단계; (c) 상기 용액이 함침된 부직포를 건조하여 아지도포르메이트 화합물 및 4가 암모늄 화합물이 코팅된 부직포를 제조하는 단계; 및 (d) 상기 아지도포르메이트 화합물 및 4가 암모늄 화합물이 코팅된 부직포를 광 조사하여 상기 아지도포르메이트 화합물, 4가 암모늄 화합물 및 상기 부직포의 α-올레핀 중합체를 반응시켜 부직포 복합체를 제조하는 단계;를 포함하는 부직포 복합체의 제조방법이 제공된다.

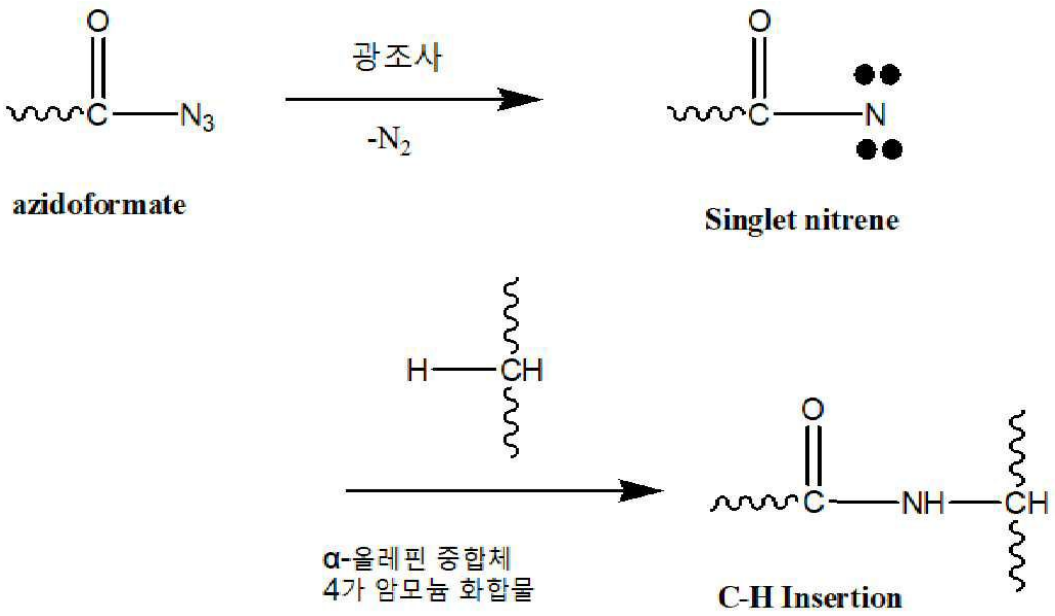
[0033] 또한, 상기 단계 (b)의 접촉이 스프레이 방식에 의해 수행될 수 있다.

[0034] 또한, 상기 용액이 상기 아지도포르메이트 화합물 100 중량부; 상기 4가 암모늄 화합물 5 내지 50 중량부; 및 상기 용매 100 내지 3,000 중량부;를 포함할 수 있다.

[0035] 또한, 상기 용매가 물과 에탄올을 포함하고, 물(w)에 대한 에탄올(e)의 중량비(e/w)가 1 내지 5일 수 있다.

[0036] 또한, 단계 (d)의 상기 반응이 C-H 삽입 반응으로 수행되고, 상기 C-H 삽입 반응이 하기 반응식 1과 같이 아지도포르메이트기의 질소가 싱글릿의 나이트렌(singlet nitrene)이 되고, 상기 싱글릿 나이트렌이 α-올레핀 중합체의 C-H 결합의 수소 및/또는 4가 암모늄 화합물의 C-H 결합의 수소와 치환되어 공유결합될 수 있다.

[0037] [반응식 1]



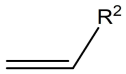
[0038]

[0039] 또한, 상기 부직포 복합체의 제조방법이 단계 (d) 후에, (e) 상기 부직포 복합체를 에탄올과 물을 포함하는 에탄올 수용액으로 세척하고 건조하는 단계;를 추가로 포함할 수 있다.

[0040] 또한, 상기 단계 (d)에서 광 조사가 자외선을 조사하여 수행될 수 있다.

[0041] 또한, 상기 α-올레핀 중합체가 아래 구조식 3으로 표시되는 α-올레핀 단량체가 중합될 수 있다.

[0042] [구조식 3]

[0043] 

[0044] 상기 구조식 3에서,

[0045] R^2는 수소원자, C1-C18 알킬, C2-C18 알케닐, C6-C20 아릴, C3-C20 헤테로아릴, C5-C20 시클로알킬, C3-C20 헤테로시클로알킬, C7-C20 아르알킬, C7-C20 알크아릴(alkaryl), 또는 공유 결합된 이들의 조합이다.

[0046] 또한, 상기 α-올레핀 중합체가 폴리프로필렌, 고밀도 폴리에틸렌, 중밀도 폴리에틸렌, 저밀도 폴리에틸렌, 초고분자 폴리에틸렌, 폴리1-부텐, 폴리부타디엔, 폴리스티렌, 폴리이소프렌, 폴리이소부틸렌, 폴리클로로프렌, 폴리1-펜텐, 폴리이소펜텐, 폴리1-헥센, 폴리1-헵텐, 폴리이소헵텐, 폴리1-노넨, 폴리1-데켄, 폴리비닐시클로헥산, 폴리터부틸에틸렌 및 폴리다이엔으로 이루어진 군으로부터 선택된 1종 이상을 포함할 수 있다.

[0047] 또한, 상기 4가 암모늄 화합물이 Poly[(2-ethyldimethylammonioethyl methacrylate ethyl sulfate)-co-(1-vinylpyrrolidone)], 벤잘코늄 염화물(benzalkonium chloride), 벤제토늄 염화물(benzethonium chloride), 폴리옥시에틸렌 트리메틸 암모늄 클로라이드(polyoxyethylene trimethyl ammonium chloride), 폴리옥시알킬 트리알킬 암모늄 클로라이드(polyoxyalkyl trialkyl ammonium chloride), 폴리디알릴디메틸암모늄 클로라이드(polydiallyldimethylammonium chloride 및 [(아크릴로일옥시)에틸]트리메틸암모늄 클로라이드((Acryloyloxy)ethyl]trimethylammonium chloride)로 이루어진 군으로부터 선택된 1종 이상을 포함할 수 있다.

발명의 효과

[0048] 본 발명의 부직포는 항바이러스 성능이 우수한 효과가 있다.

[0049] 또한, 본 발명은 항바이러스 성능을 가진 고분자를 부직포 표면에 공유결합으로 연결하여 용출이 적고 세정 이후에도 복수회 재사용할 수 있다.

[0050] 또한, 본 발명은 항바이러스 성능을 가진 고분자를 부직포 표면에 공유결합으로 연결하여 복수회 재사용하여도 항바이러스 성능이 우수한 효과가 있다.

도면의 간단한 설명

[0051] 이 도면들은 본 발명의 예시적인 실시예를 설명하는데 참조하기 위함이므로, 본 발명의 기술적 사상을 첨부한 도면에 한정해서 해석하여서는 아니 된다.

도 1은 본 발명의 실시예 1의 부직포 복합체의 제조과정 및 부직포 복합체 내의 화합물 간의 결합 구조를 나타낸 도면이다.

도 2a는 제조예 1에 따라 제조된 GDAF의 FT-IR 분석 결과를 나타낸 것이다.

도 2b는 제조예 1에 따라 제조된 GDAF의 ^{1}H-NMR 분석 결과를 나타낸 것이다.

도 2c는 제조예 1에 따라 제조된 GDAF의 Q-TOF MS 분석 결과를 나타낸 것이다.

도 3은 본 발명의 실시예에 사용된 PQ-11의 FT-IR 분석 결과를 나타낸 것이다.

도 4a는 본 발명의 실시예 1, 실시예 2-1, 2-2, 2-3 및 비교예 1의 부직포 복합체에 대한 FT-IR 분석 결과를 나타낸 것이다.

도 4b는 본 발명의 비교예 1의 부직포 복합체의 표면을 보여주는 광학현미경 사진이다.

도 4c는 본 발명의 실시예 1의 부직포 복합체의 표면을 보여주는 광학현미경 사진이다.

도 4d는 본 발명의 실시예 2-3의 부직포 복합체의 표면을 보여주는 광학현미경 사진이다.

도 5는 본 발명의 실시예 2-3 및 비교예 1의 부직포 복합체의 항바이러스 성능을 보여주는 도면이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0052] 이하, 본 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자가 용이하게 실시할 수 있도록 첨부된 도면을 참조하여 본 발명의 실시예를 상세히 설명하도록 한다.

[0053] 그러나, 이하의 설명은 본 발명을 특정한 실시 형태에 대해 한정하려는 것이 아니며, 본 발명을 설명함에 있어서 관련된 공지 기술에 대한 구체적인 설명이 본 발명의 요지를 흐릴 수 있다고 판단되는 경우 그 상세한 설명을 생략한다.

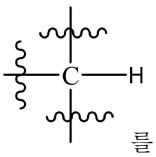
[0054] 본원에서 사용한 용어는 단지 특정한 실시예를 설명하기 위해 사용된 것으로, 본 발명을 한정하려는 의도가 아니다. 단수의 표현은 문맥상 명백하게 다르게 뜻하지 않는 한, 복수의 표현을 포함한다. 본 출원에서, "포함하다" 또는 "가지다" 등의 용어는 명세서상에 기재된 특징, 숫자, 단계, 동작, 구성요소, 또는 이들을 조합한 것이 존재함을 지정하려는 것이지, 하나 또는 그 이상의 다른 특징들이나 숫자, 단계, 동작, 구성요소, 또는 이들을 조합한 것들의 존재 또는 부가 가능성을 미리 배제하지 않는 것으로 이해되어야 한다.

[0055] 또한, 이하에서 사용될 제1, 제2 등과 같이 서수를 포함하는 용어는 다양한 구성요소들을 설명하는데 사용될 수 있지만, 상기 구성요소들은 상기 용어들에 의해 한정되지는 않는다. 상기 용어들은 하나의 구성요소를 다른 구성요소로부터 구별하는 목적으로만 사용된다. 예를 들어, 본 발명의 권리 범위를 벗어나지 않으면서 제1 구성요소는 제2 구성요소로 명명될 수 있고, 유사하게 제2 구성요소도 제1 구성요소로 명명될 수 있다.

[0056] 또한, 어떤 구성요소가 다른 구성요소 상에 "형성되어" 있다거나 "적층되어" 있다고 언급된 때에는, 그 다른 구성요소의 표면 상의 전면 또는 일면에 직접 부착되어 형성되어 있거나 적층되어 있을 수도 있지만, 중간에 다른 구성요소가 더 존재할 수도 있다고 이해되어야 할 것이다.

[0057] 이하, 본 발명의 항바이러스 성능을 가진 부직포 복합체 및 그의 제조방법에 대하여 상세히 설명하기로 한다. 다만, 이는 예시로서 제시되는 것으로, 이에 의해 본 발명이 제한되지는 않으며 본 발명은 후술할 청구범위의 범주에 의해 정의될 뿐이다.

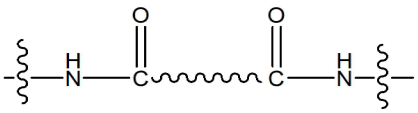
[0058] 도 1은 본 발명의 실시예 1의 부직포 복합체의 제조과정 및 부직포 복합체 내의 화합물 간의 결합 구조를 나타낸 도면이다.



[0059] 도 1을 참조하면, 본 발명은 α-올레핀 중합체를 포함하는 부직포; 4가 암모늄 기능기 및 를 갖는 4가 암모늄 화합물; 및 상기 α-올레핀 중합체와 4가 암모늄 화합물을 공유 결합으로 연결시켜주는 모이어티;를 포함하는 부직포 복합체가 제공된다.

[0060] 또한, 상기 모이어티가 아래 구조식 1로 표시될 수 있다.

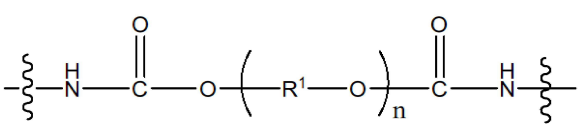
[0061] [구조식 1]

[0062] 

[0063] 또한, 상기 모이어티의 질소 중 어느 하나가 상기 α-올레핀 중합체의 C-H 결합의 수소와 치환되어 공유결합되고, 상기 모이어티의 질소 중 다른 하나가 상기 4가 암모늄 화합물의 C-H 결합의 수소와 치환되어 공유결합될 수 있다.

[0064] 또한, 상기 구조식 1이 아래 구조식 2로 표시될 수 있다.

[0065] [구조식 2]

[0066] 

[0067] 상기 구조식 2에서,

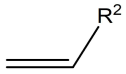
[0068] R^1은 C1-C6 알킬렌이고,

[0069] n은 1 내지 30의 정수이다.

[0070] 또한, 상기 4가 암모늄 화합물이 상기 α-올레핀 중합체에 그라프팅됨으로써 상기 α-올레핀 중합체가 개질될 수 있다.

[0071] 또한, 상기 α-올레핀 중합체가 아래 구조식 3으로 표시되는 α-올레핀 단량체가 중합된 것일 수 있다.

[0072] [구조식 3]

[0073] 

[0074] 상기 구조식 3에서,

[0075] R^2는 수소원자, C1-C18 알킬, C2-C18 알케닐, C6-C20 아릴, C3-C20 헤테로아릴, C5-C20 시클로알킬, C3-C20 헤테로시클로알킬, C7-C20 아르알킬, C7-C20 알크아릴(alkaryl), 또는 공유 결합된 이들의 조합이다.

[0076] 또한, 상기 α-올레핀 중합체가 폴리프로필렌, 고밀도 폴리에틸렌, 중밀도 폴리에틸렌, 저밀도 폴리에틸렌, 초고분자 폴리에틸렌, 폴리1-부텐, 폴리부타디엔, 폴리스티렌, 폴리이소프렌, 폴리이소부틸렌, 폴리클로로프렌, 폴리1-펜텐, 폴리이소펜텐, 폴리1-헥센, 폴리1-헵텐, 폴리이소헵텐, 폴리1-노넨, 폴리1-데켄, 폴리비닐시클로헥산, 폴리터부틸에틸렌 및 폴리다이엔으로 이루어진 군으로부터 선택된 1종 이상을 포함할 수 있다.

[0077] 한편, 본 발명의 부직포의 소재로 α-올레핀 중합체를 예로 들었으나, 부직포의 소재로 가능한 고분자 소재라면 어떤 종류든 가능하다. 예를 들어 폴리에스테르(Polyester), 나일론(Nylon), 비스코스 레이온(viscose rayon), 폴리에틸렌테레프탈레이트, 폴리에테르이미드, 폴리락타이드(polylactide) 및 폴리메틸 메타크릴레이트[Poly(methyl methacrylate)] 등도 본 발명의 부직포 소재로 사용될 수 있다.

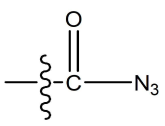
[0078] 또한, 상기 모이어티가 양 말단에 아지도 포르메이트기 뿐만 아니라 양 말단에설포닐 아자이드기를 갖는 1,3-벤젠 디술포닐아자이드(1,3-benzene diSulfonylazide, BDSA) 또는 글리시딜 디아자이드기를 포함할 수 있고, 양 말단에 기능기를 포함하고 항바이러스를 갖는 기능기를 α-올레핀 중합체를 포함하는 부직포에 공유결합으로 연결시킬 수 있는 것은 어느 것이든 가능하다.

[0079] 또한, 상기 4가 암모늄 화합물이 Poly[(2-ethyldimethylammonioethyl methacrylate ethyl sulfate)-co-(1-vinylpyrrolidone)], 벤잘코늄 염화물(benzalkonium chloride), 벤제토늄 염화물(benzethonium chloride), 폴리옥시에틸렌 트리메틸 암모늄 클로라이드(polyoxyethylene trimethyl ammonium chloride), 폴리옥시알킬 트리알킬 암모늄 클로라이드(polyoxyalkyl trialkyl ammonium chloride), 폴리디알릴디메틸암모늄 클로라이드(polydiallyldimethylammonium chloride 및 [(아크릴로일옥시)에틸]트리메틸암모늄 클로라이드((Acryloyloxy)ethyl]trimethylammonium chloride)로 이루어진 군으로부터 선택된 1종 이상을 포함할 수 있다.

[0080] 또한, 4가 암모늄 화합물뿐 아니라 항바이러스 기능을 갖는 기능기를 포함하고 상기 모이어티에 의해 C-H 삽입 반응으로 α-올레핀 중합체 부직포에 공유결합할 수 있는 어떤 화합물이라도 본 발명에 사용될 수 있다.

[0081] 또한, 상기 부직포 복합체가 항바이러스성 및 항균성을 가질 수 있다.

[0082] 본 발명의 다른 하나의 측면에 따르면, 상기 부직포 복합체를 포함하는 항바이러스성 마스크가 제공된다.

[0083] 본 발명의 또 다른 하나의 측면에 따르면, (a) 양 말단에 아지도포르메이트기()를 갖는 아지도포르메이트 화합물, 4가 암모늄 화합물 및 용매를 혼합하여 용액을 제조하는 단계; (b) α-올레핀 중합체를 포함하는 부직포를 상기 용액과 접촉시켜 상기 용액이 함침된 부직포를 제조하는 단계; (c) 상기 용액이 함침된 부직포를 건조하여 아지도포르메이트 화합물 및 4가 암모늄 화합물이 코팅된 부직포를 제조하는 단계; 및 (d) 상기 아지도포르메이트 화합물 및 4가 암모늄 화합물이 코팅된 부직포를 광 조사하여 상기 아지도포르메이트 화합물, 4가 암모늄 화합물 및 상기 부직포의 α-올레핀 중합체를 반응시켜 부직포 복합체를 제조하는 단계;를 포함

하는 부직포 복합체의 제조방법이 제공된다.

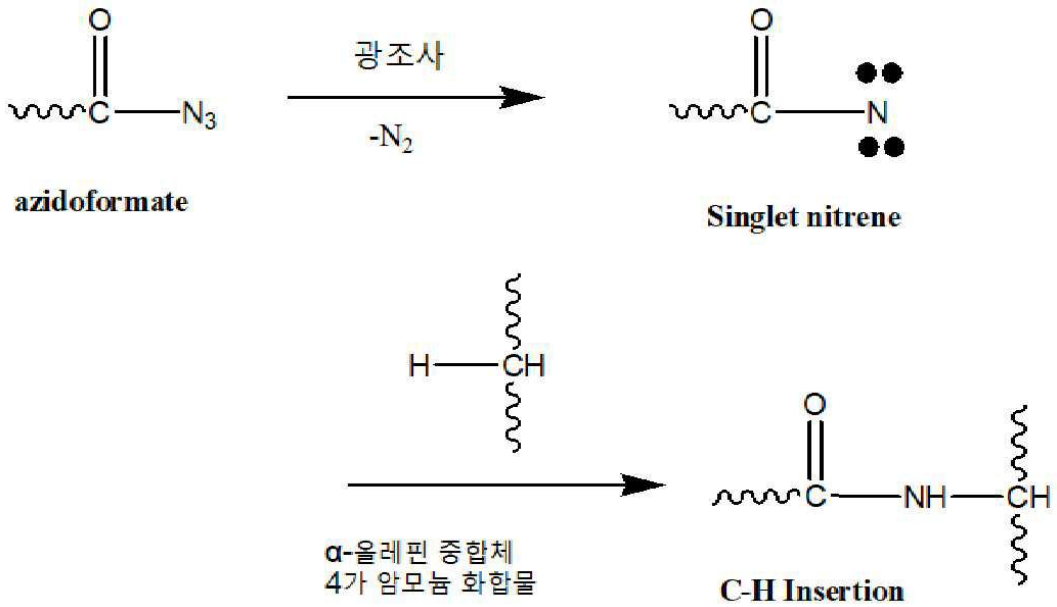
[0084] 또한, 상기 단계 (b)의 접촉이 스프레이 방식에 의해 수행될 수 있다.

[0085] 또한, 상기 용액이 상기 아지도포르메이트 화합물 100 중량부; 상기 4가 암모늄 화합물 5 내지 50 중량부; 및 상기 용매 100 내지 3,000 중량부;를 포함할 수 있다.

[0086] 또한, 상기 용매가 물과 에탄올을 포함하고, 물(w)에 대한 에탄올(e)의 중량비(e/w)가 1 내지 5일 수 있다.

[0087] 또한, 단계 (d)의 상기 반응이 C-H 삽입 반응으로 수행되고, 상기 C-H 삽입 반응이 하기 반응식 1과 같이 아지도포르메이트기의 질소가 싱글릿의 나이트렌(singlet nitrene)이 되고, 상기 싱글릿 나이트렌이 α-올레핀 중합체의 C-H 결합의 수소 및/또는 4가 암모늄 화합물의 C-H 결합의 수소와 치환되어 공유결합될 수 있다.

[0088] [반응식 1]



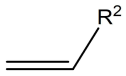
[0089]

[0090] 또한, 상기 부직포 복합체의 제조방법이 단계 (d) 후에, (e) 상기 부직포 복합체를 에탄올과 물을 포함하는 에탄올 수용액으로 세척하고 건조하는 단계;를 추가로 포함할 수 있다.

[0091] 또한, 상기 단계 (d)에서 광 조사가 자외선을 조사하여 수행될 수 있다.

[0092] 또한, 상기 α-올레핀 중합체가 아래 구조식 3으로 표시되는 α-올레핀 단량체가 중합될 수 있다.

[0093] [구조식 3]

[0094] 

[0095] 상기 구조식 3에서,

[0096] R^2는 수소원자, C1-C18 알킬, C2-C18 알케닐, C6-C20 아릴, C3-C20 헤테로아릴, C5-C20 시클로알킬, C3-C20 헤테로시클로알킬, C7-C20 아르알킬, C7-C20 알크아릴(alkaryl), 또는 공유 결합된 이들의 조합이다.

[0097] 또한, 상기 α-올레핀 중합체가 폴리프로필렌, 고밀도 폴리에틸렌, 중밀도 폴리에틸렌, 저밀도 폴리에틸렌, 초고분자 폴리에틸렌, 폴리1-부텐, 폴리부타디엔, 폴리스티렌, 폴리이소프렌, 폴리이소부틸렌, 폴리클로로프렌, 폴리1-펜텐, 폴리이소펜텐, 폴리1-헥센, 폴리1-헵텐, 폴리이소헵텐, 폴리1-노넨, 폴리1-데켄, 폴리비닐시클로헥산, 폴리터부틸에틸렌 및 폴리다이엔으로 이루어진 군으로부터 선택된 1종 이상을 포함할 수 있다.

[0098] 도 3은 본 발명의 실시예에 사용된 PQ-11의 FT-IR 분석 결과를 나타낸 것이다.

[0099] 또한, 상기 4가 암모늄 화합물이 Poly[(2-ethyldimethylammonioethyl methacrylate ethyl sulfate)-co-(1-vinylpyrrolidone)], 벤잘코늄 염화물(benzalkonium chloride), 벤제토늄 염화물(benzethonium chloride), 폴리옥시에틸렌 트리메틸 암모늄 클로라이드(polyoxyethylene trimethyl ammonium chloride), 폴리옥시알킬 트리

알킬 암모늄 클로라이드(polyoxyalkyl trialkyl ammonium chloride), 폴리디알릴디메틸암모늄 클로라이드(polydiallyldimethylammonium chloride 및 [(아크릴로일옥시)에틸]트리메틸암모늄 클로라이드((Acryloyloxy)ethyl]trimethylammonium chloride)로 이루어진 군으로부터 선택된 1종 이상을 포함할 수 있다.

[0100] 또한, 4가 암모늄 화합물뿐 아니라 항바이러스 기능을 갖는 기능기를 포함하고 상기 모이어티에 의해 C-H 삽입 반응으로 α-올레핀 중합체 부직포에 공유결합할 수 있는 어떤 화합물이라도 본 발명에 사용될 수 있다.

[0101] 본 발명의 부직포 복합체는 항바이러스 성능을 가진 4가 암모늄 화합물을 포함하는 고분자 화합물을 α-올레핀 중합체 부직포 복합체 표면에 공유결합으로 연결하여 용출이 없으며 복수회 세정 이후에도 재사용이 가능하다.

[0102] 본 발명의 다른 하나의 측면에 따르면, 상기 부직포 복합체를 포함하는 마스크, 스펀본드 부직포, 방호복 등의 의료용 의복, 카펫, 포장재, 다회용 와이퍼, 환자용 침상, 침구 커버 및 생활자재를 포함할 수 있으나, 이에 제한되지 않는다.

[0103] 상기 단계 (c)에서, 건조 시간은 1 내지 60분, 바람직하게는 25 내지 35분 동안 건조시킬 수 있다.

[0104] 또한, 상기 단계 (d)에서, 상기 광 조사가 1분 내지 2 시간 동안, 바람직하게는 3분 내지 1 시간 동안, 더욱 바람직하게는 5분 내지 30분 동안 UV에 노출시키는 것일 수 있다. 노출 시간을 1분 미만으로 노출하는 경우, nitrene으로의 전환율이 낮을 수 있어 바람직하지 않고, 2 시간을 초과하는 경우, 광조사에 의한 부직포 자체의 물성이 저하될 수 있어 바람직하지 않다.

[0105] 본 발명의 부직포 복합체는 항바이러스 성능을 가진 4가 암모늄 기능기를 포함하는 고분자 화합물을 폴리프로필렌 부직포 복합체 표면에 공유결합으로 연결하여 용출이 없으며 복수회 세정 이후에도 재사용이 가능하다.

[0106] [실시예]

[0107] 이하, 본 발명의 바람직한 실시예를 들어 설명하도록 한다. 그러나 이는 예시를 위한 것으로서 이에 의하여 본 발명의 범위가 한정되는 것은 아니다.

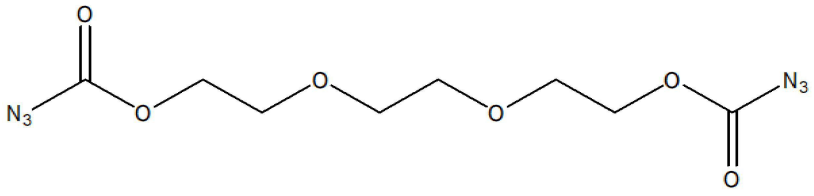
[0108] 양 말단에 아자이드기를 갖는 diazide 화합물 제조

[0109] 제조예 1: tri(ethylene glycol) diazidoformate(GDAF) 제조

[0110] deionized water 65.0 mL에 녹인 sodium azide (2.0 g, 0.031 mol) 용액을 acetone 120.0 mL에 녹인 tri(ethylene glycol) bis(chloroformate) (4.0 g, 0.015 mol) 용액에 첨가하고 ice-bath에서 2 시간 동안 반응을 진행하였다. 반응 혼합물을 DCM(100 mL × 2)으로 추출하고, 유기 층을 $MgSO_4$로 건조시켰다. $MgSO_4$를 여과한 후, 분해를 방지하기 위해 저온에서 진공 증류하여 용매를 증발시켰다. 옅은 노란색 오일 형태의 GDAF를 얻었다(3.5 g, 87.1 %).

[0111] 상기 제조예 1에 따라 제조된 GDAF의 구조를 아래 구조식 4에 나타내었다.

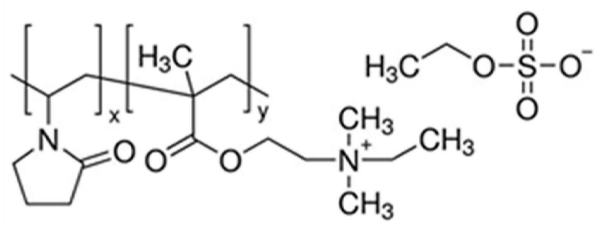
[0112] [구조식 4]

[0113] 

[0114] 실시예 1: 개질된 부직포 복합체 제조(GDAF의 C-H 삽입 반응으로 개질된 부직포 복합체)

[0115] 구조식 5로 표시되는 4가 암모늄 화합물인 상용화된 화학 물질 poly[(2-ethyldimethylammonioethyl methacrylate ethyl sulfate)-co-(1-vinylpyrrolidone)] (PQ-11, Sigma-Aldrich, Mw < 10^6 g/mol, 20 wt.% in H_2O)를 구입하였다. 수용액 상태의 PQ-11는 별도의 탈수 작업을 거치지 않고 사용하였다. 물 4.290 g과 에탄올 11.525 g이 포함된 수용액에 상기 PQ-11 0.2684 g과 제조예 1에 따라 제조된 GDAF 0.9153 g을 넣어 stock solution으로 준비하였다. 폴리프로필렌 부직포는 정사각형 형태(2 cm x 2 cm)로 잘라 준비하였다.

[0116] [구조식 5]

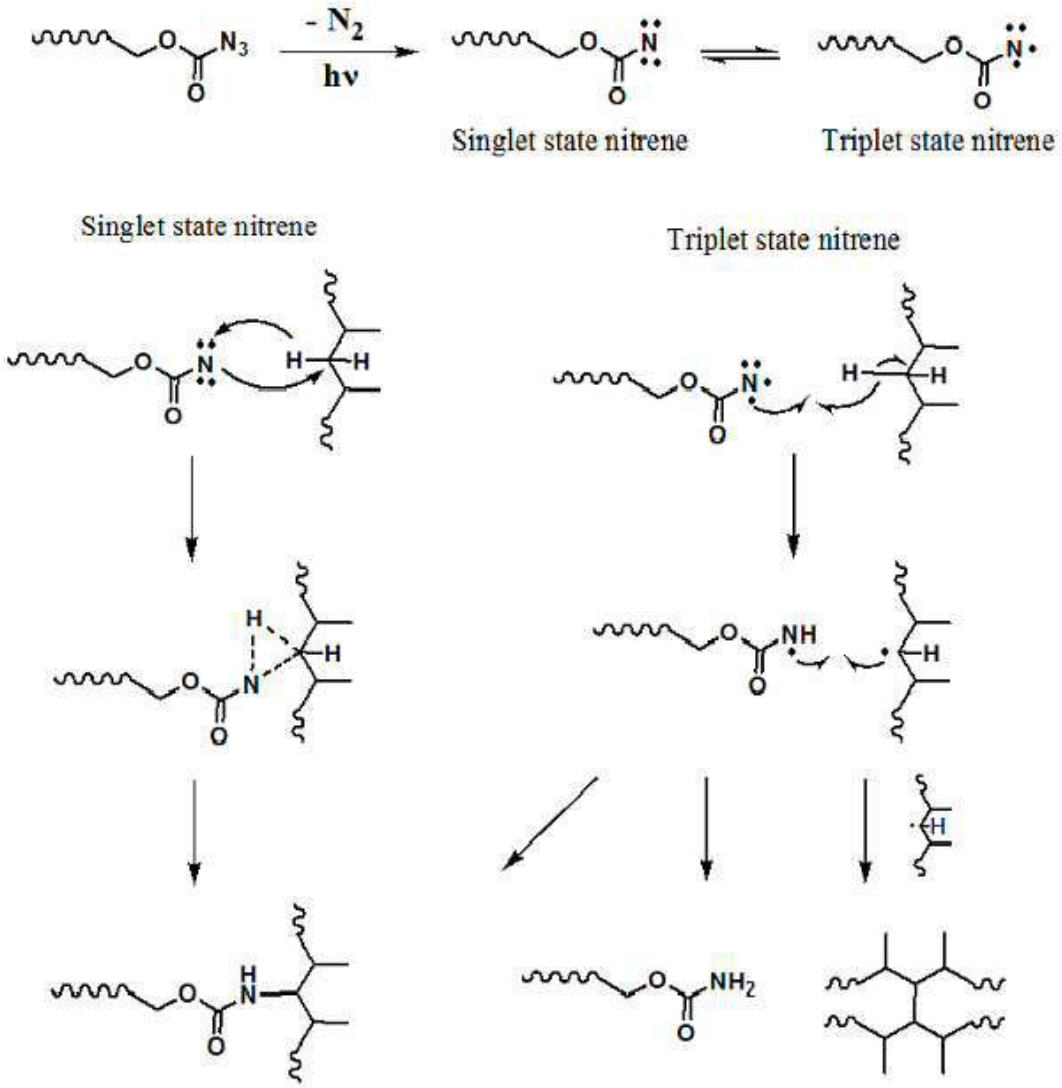


[0117]

[0118] 준비된 stock solution은 폴리프로필렌 위 스프레이 방식을 이용하여 분사시켰으며, 상온의 그늘진 곳에서 약 30분 간 건조시켜 물과 에탄올을 제거하였다. 건조된 PP는 UV(254 nm)에서 15분 동안 반응시켜 GDAF의 C-H insertion 반응을 유도하여 최종적으로 부직포 복합체를 제조하였다.

[0119] 아래 반응식 2는 상기 C-H 삽입 반응으로 아지도 포메이트기의 질소 원자가 싱글릿 나이트렌(singlet nitrene) 및/또는 트리플렛 나이트렌이 되고, 상기 싱글릿 나이트렌 및/또는 트리플렛 나이트렌이, 상기 폴리프로필렌 및 상기 4가 암모늄 화합물의 C-H 결합의 수소와 치환되어 공유결합하는 것을 보여준다.

[0120] [반응식 2]



[0121]

[0122] 실시예 2: 개질 후 세척을 수행한 부직포 복합체

[0123] 실시예 2-1: 1회 세척한 부직포 복합체

[0124] 실시예 1에 따라 제조된 부직포 복합체를 에탄올 수용액(에탄올 0.25 mol과 물 0.25 mol)에서 약 3분 간 흔들어

주며 1회 세척하고 건조시켜 물과 에탄올을 제거하였다.

[0125] 실시예 2-2: 2회 세척한 부직포 복합체

[0126] 실시예 1에 따라 제조된 부직포 복합체를 에탄올 수용액(에탄올 0.25 mol과 물 0.25 mol)에서 약 3분 간 흔들어 주며 세척하였고, 이를 2회 반복하고 건조시켜 물과 에탄올을 제거하였다.

[0127] 실시예 2-3: 3회 세척한 부직포 복합체

[0128] 실시예 1에 따라 제조된 부직포 복합체를 에탄올 수용액(에탄올 0.25 mol과 물 0.25 mol)에서 약 3분 간 흔들어 주며 세척하였고, 이를 3회 반복하고 건조시켜 물과 에탄올을 제거하였다.

[0129] 비교예 1: GDAF를 넣지 않고 제조된 부직포 복합체(개질 전 부직포 복합체)

[0130] 제조예 1에 따라 제조된 GDAF를 넣지 않은 것을 제외하고, 실시예 1과 동일하게 부직포 복합체를 제조하였다.

[0131] 아래 표 1은 제조예 1, 실시예 1 내지 실시예 2-3 및 비교예 1에 따른 부직포 복합체에 사용된 화합물 종류 및 세척 횟수를 정리하여 나타낸 것이다.

표 1

[0132]

구분	아자이드계 화합물	세척 횟수
제조예 1	GDAF	-
실시예 1	GDAF	-
실시예 2-1	GDAF	1회
실시예 2-2	GDAF	2회
실시예 2-3	GDAF	3회
비교예 1	-	-

[0133] [시험예]

[0134] 시험예 1: GDAF의 합성 확인

[0135] 도 2a는 제조예 1에 따라 제조된 GDAF의 FT-IR 분석 결과를 나타낸 것이고, 도 2b는 제조예 1에 따라 제조된 GDAF의 ^{1}H-NMR 분석 결과를 나타낸 것이고, 도 2c는 제조예 1에 따라 제조된 GDAF의 Q-TOF MS 분석 결과를 나타낸 것이다. 도 2a 내지 도 2c를 참조하면, 제조예 1에 따라 GDAF가 성공적으로 합성되었음을 확인할 수 있었다.

[0136] 도 2a를 참조하면, 2160 cm^{-1}에서 GDAF의 N=N=N(azide)에 해당하는 신축진동이 나타났고, 1700 cm^{-1}에서 C=O(carbonyl)에 해당하는 강한 신축진동을 관찰할 수 있었다.

[0137] 도 2b를 참조하면, ^{1}H-NMR에서 chemical shift의 위치, proton peak의 적분 값, split pattern이 예상 화합물과 일치하는 것을 확인하였다.

[0138] 도 2c를 참조하면, 제조예 1에 따라 제조된 GDAF의 분자량이 289.089 g/mol으로 확인하여 GDAF가 성공적으로 합성되었음을 알 수 있었다.

[0139] 시험예 2: 개질 후 세척한 부직포 복합체에 존재하는 화합물의 양 분석

[0140] 개질 후 세척을 수행하지 않은 실시예 1의 부직포 복합체와 개질 후 3회 세척을 수행한 실시예 2-3의 부직포 복합체 위에 존재하는 화합물(PQ-11 및 GDAF 혼합물)의 양을 무게 측정을 통해 3회 반복 측정하고, 화합물의 부직포로의 grafting efficiency를 구하여 표 2에 나타내었다.

표 2

[0141]

실시예 1(세척 전)	실시예 2-3(3회 세척 후)	grafting efficiency(%)
0.0099 ± 0.0012	0.0074 ± 0.0002	74.855 ± 7.5504

[0142] 상기 표 2를 참조하면, 세척 전(실시예 1)과 비교하여 3회 세척 후(실시예 2-3)에도 PQ-11 및 GDAF 혼합물이 부직포 복합체 표면에 상당 부분 남아 있음을 확인하였다. 이를 통해, 본 발명의 부직포 복합체는 항바이러스 성

능을 가진 4가 암모늄 기능기를 포함하는 고분자 화합물을 폴리프로필렌 부직포 복합체 표면에 공유결합으로 연결하여 용출이 적고 여러 번의 세정 이후에도 재사용이 가능함을 확인할 수 있었다.

[0143] 시험예 3: 개질 전, 개질 후 및 개질 후 세척한 부직포 복합체의 FT-IR 분석

[0144] 도 4a는 본 발명의 실시예 1, 실시예 2-1, 2-2, 2-3 및 비교예 1의 부직포 복합체에 대한 FT-IR 분석 결과를 나타낸 것이다.

[0145] 도 4a를 참조하면, 개질 후 세척한 실시예 2-1, 2-2 및 2-3에서도 3100 내지 3700 cm^{-1}에서 PQ-11의 polyquarternium peak에 해당하는 신축진동이 관찰되었다. 2720 cm^{-1}에서 폴리프로필렌의 C-H stretch peak의 세기를 기준으로 3100 내지 3700 cm^{-1}의 polyquarternium peak 세기 또한 세척 3회 이후에도 상당히 강하게 유지되는 것을 확인하였다.

[0146] 이를 통해, 본원발명은 항바이러스 성능을 가진 고분자를 폴리프로필렌 부직포 복합체 표면에 공유결합으로 연결하여 여러 번 세척하고 재사용하여도 항바이러스 성능을 갖는 화합물이 상당 부분 남아 있음을 확인할 수 있었다.

[0147] 시험예 4: 개질 전, 개질 후 및 개질 후 세척한 부직포 복합체의 표면 분석

[0148] 도 4b는 본 발명의 비교예 1의 부직포 복합체의 표면을 보여주는 광학현미경 사진이고, 도 4c는 본 발명의 실시예 1의 부직포 복합체의 표면을 보여주는 광학현미경 사진이고, 도 4d는 본 발명의 실시예 2-3의 부직포 복합체의 표면을 보여주는 광학현미경 사진이다.

[0149] 도 4b 내지 4d를 참조하면, PQ-11이 기존 부직포 복합체 표면의 물성을 헤치지 않고 고르게 분사 및 결합된 것을 확인하였다.

[0150] 시험예 5: 부직포 복합체의 항바이러스 성능 확인

[0151] 도 5는 본 발명의 실시예 2-3 및 비교예 1의 부직포 복합체의 항바이러스 성능을 보여주는 도면이다.

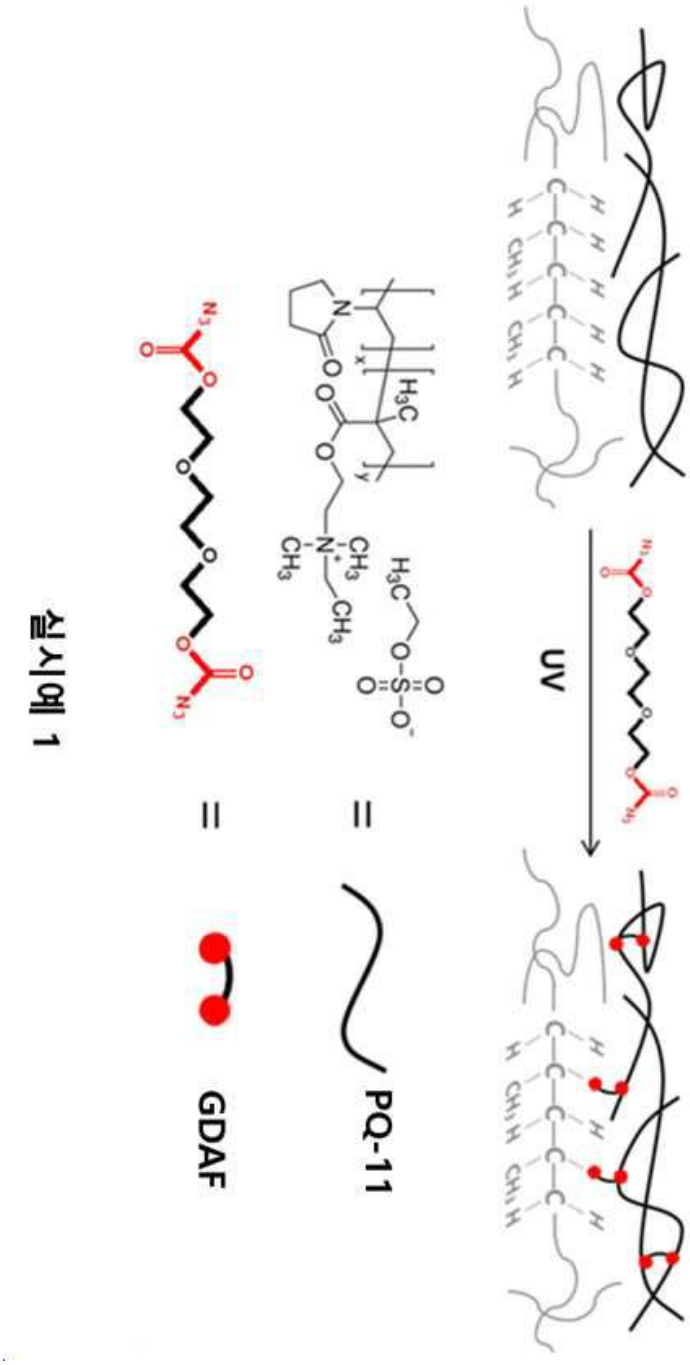
[0152] 도 5를 참조하면, 폴리프로필렌 부직포 복합체의 PQ-11과 GDAF를 이용한 개질 전과 후의 항바이러스 성능을 비교하였다. 개질 후 부직포 복합체는 세척 3회를 수행한 실시예 2-3의 부직포 복합체를 항바이러스 테스트에 사용하였으며, 시편은 모두 정사각형 형태(2 cm x 2 cm)로 시험 진행하였다. 각 시편 위에 고농도(~10^{8} PFU/mL)의 바이러스(MS2 bacteriophage) 용액 로딩 후 클리어 필름으로 덮어 필름이 바이러스가 로딩된 표면과 밀착될 수 있도록 하였다. 이후 적정 습도 하 37 ℃의 온도에서 24 시간 동안 바이러스를 배양한 후 Phosphate buffer solution으로 세척하여 바이러스의 불활성화 효율을 분석하였다. 배양 전 바이러스 수(N0)와 24 시간 배양 후 바이러스 수(N)를 log(N/N0)의 함수로 비교한 결과, 개질 전 부직포 복합체(비교예 1)는 약 -0.06, 개질 후 부직포 복합체(실시예 2-3)는 -1.99의 값을 얻었다. 이를 배양 후 불활성화된 바이러스/배양 전 바이러스의 백분율로 환산할 시, 개질 전 부직포 복합체(비교예 1)는 약 13.4 %로 항바이러스 성능이 거의 없는 반면, 개질 후 부직포 복합체(실시예 2-3)는 약 99.0 %의 항바이러스 성능을 나타냄을 확인하였다.

[0153] 이를 통해, 본 발명은 항바이러스 성능을 가진 고분자를 폴리프로필렌 부직포 복합체 표면에 공유결합으로 연결하여 복수회 재사용하여도 항바이러스 성능이 우수한 효과가 있음을 확인할 수 있었다.

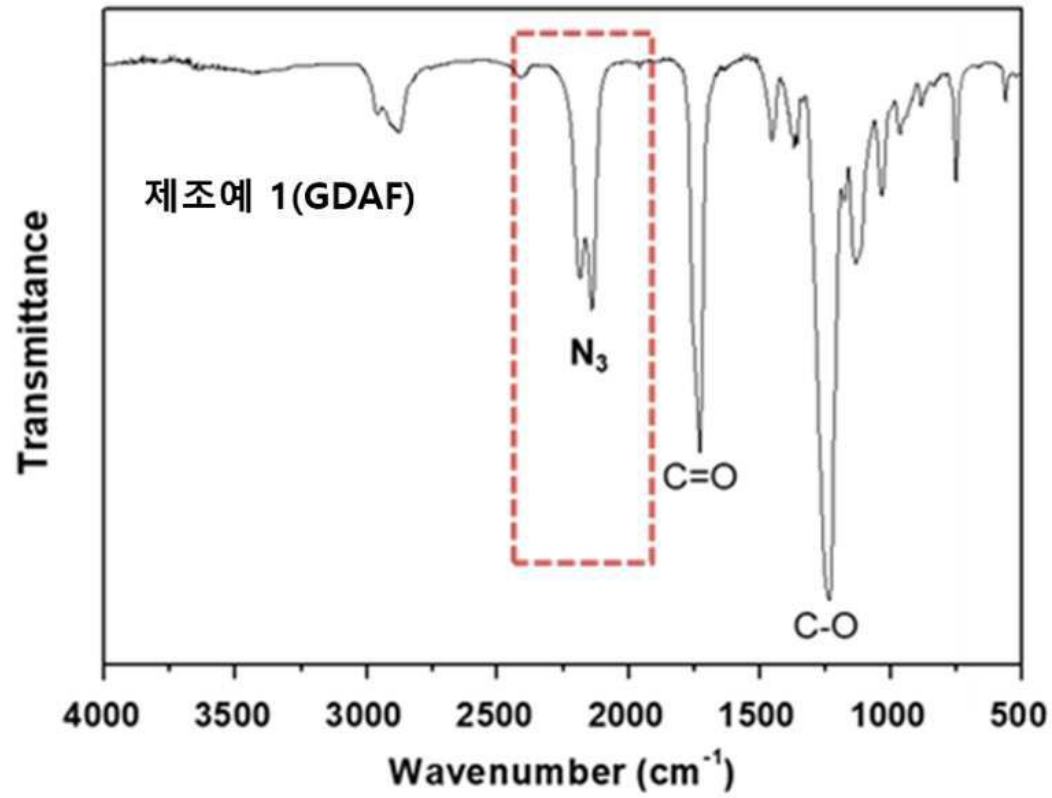
[0154] 본 발명의 범위는 상기 상세한 설명보다는 후술하는 특허청구범위에 의하여 나타내어지며, 특허청구범위의 의미 및 범위 그리고 그 균등 개념으로부터 도출되는 모든 변경 또는 변형된 형태가 본 발명의 범위에 포함되는 것으로 해석되어야 한다.

도면

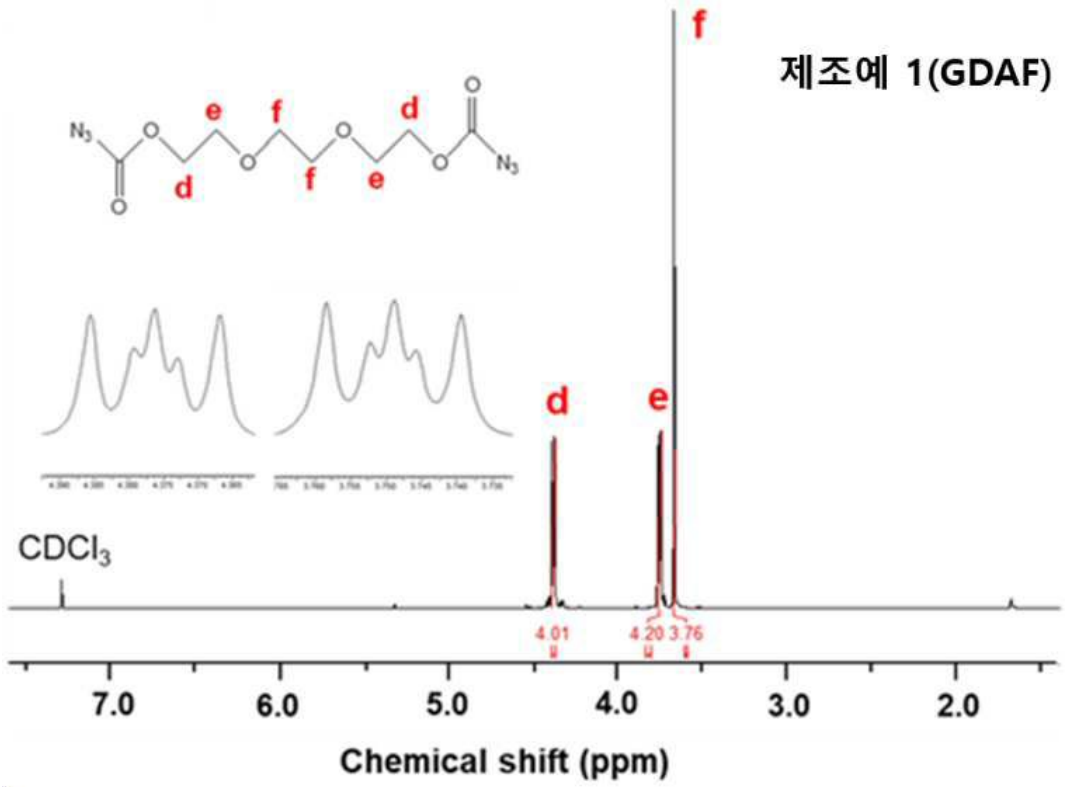
도면1



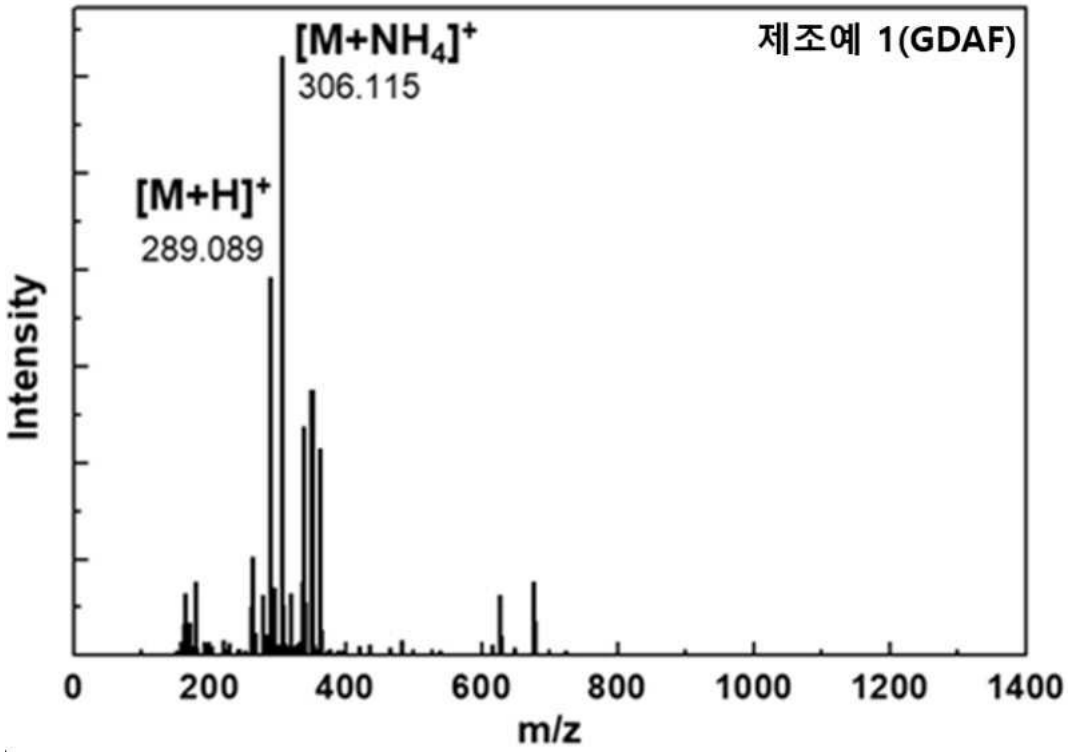
도면2a


제조예 1(GDAF)
Transmittance
N3
C=O
C-O
4000
3500
3000
2500
2000
1500
1000
500
Wavenumber (cm-1)

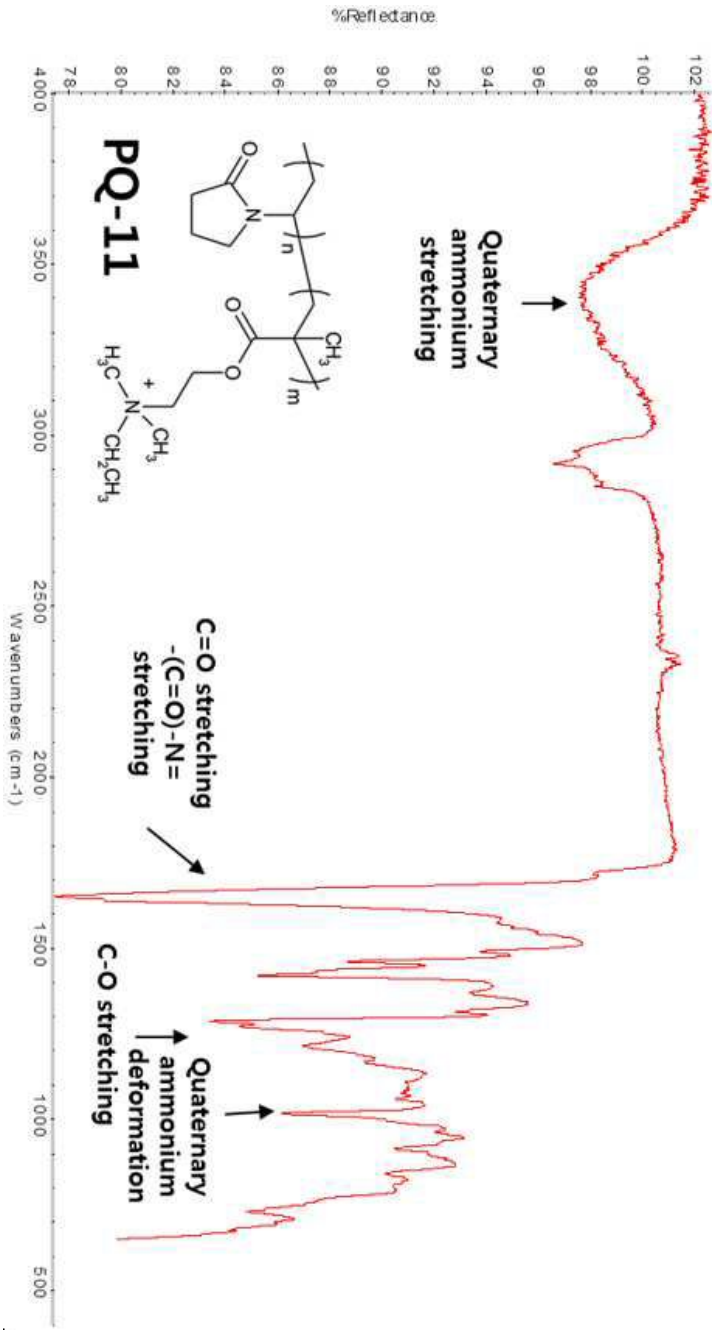
도면2b


제조예 1(GDAF)
f
e
f
d
d
f
e
d
e
CDCl3
4.01
4.20
3.76
7.0
6.0
5.0
4.0
3.0
2.0
Chemical shift (ppm)

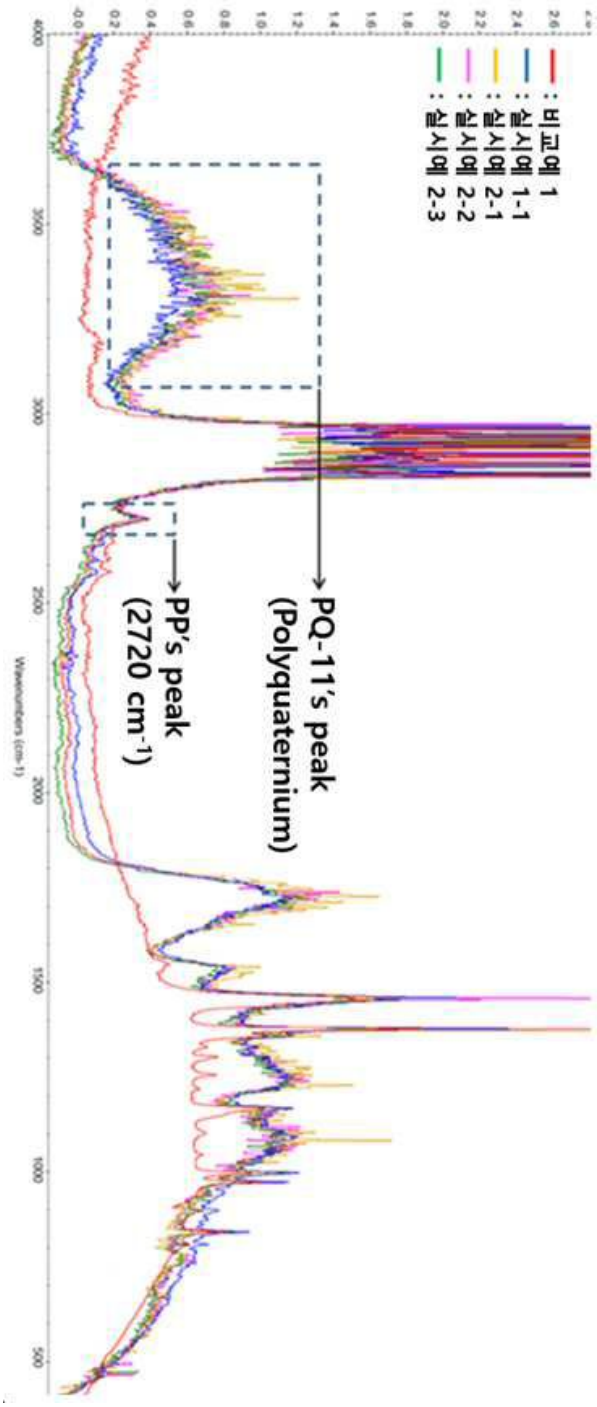
도면2c


[M+NH4]+
306.115
제조예 1(GDAF)
[M+H]+
289.089
Intensity
0
200
400
600
800
1000
1200
1400
m/z

도면3


%Reflectance
Wavenumbers (cm-1)
PQ-11
Quaternary ammonium stretching
C=O stretching -(C=O)-N= stretching
Quaternary ammonium deformation
C-O stretching

도면4a

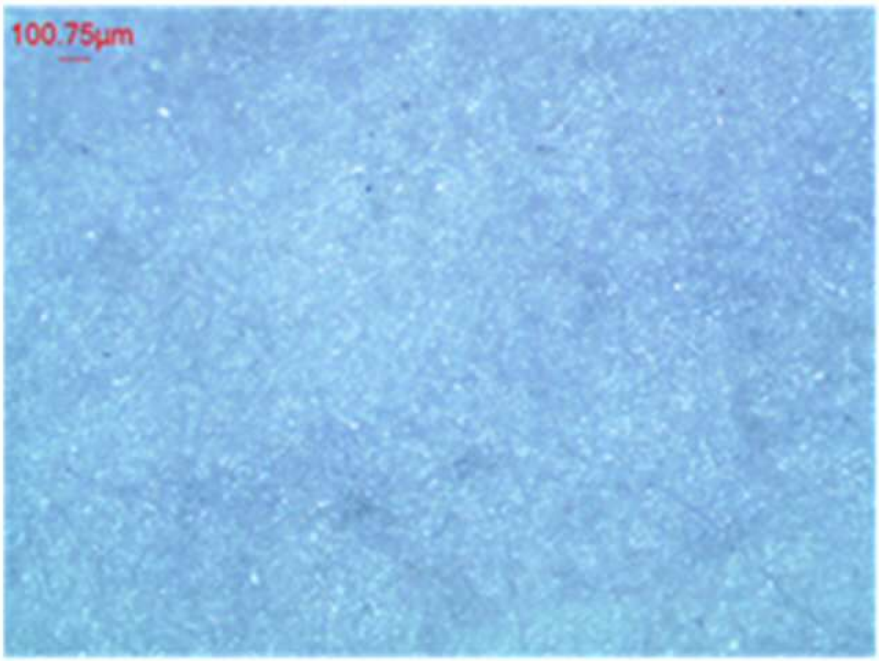

: 비교예 1
: 실시예 1-1
: 실시예 2-1
: 실시예 2-2
: 실시예 2-3
PQ-11's peak
(Polyquaternium)
PP's peak
(2720 cm-1)
Wavenumbers (cm-1)

도면4b



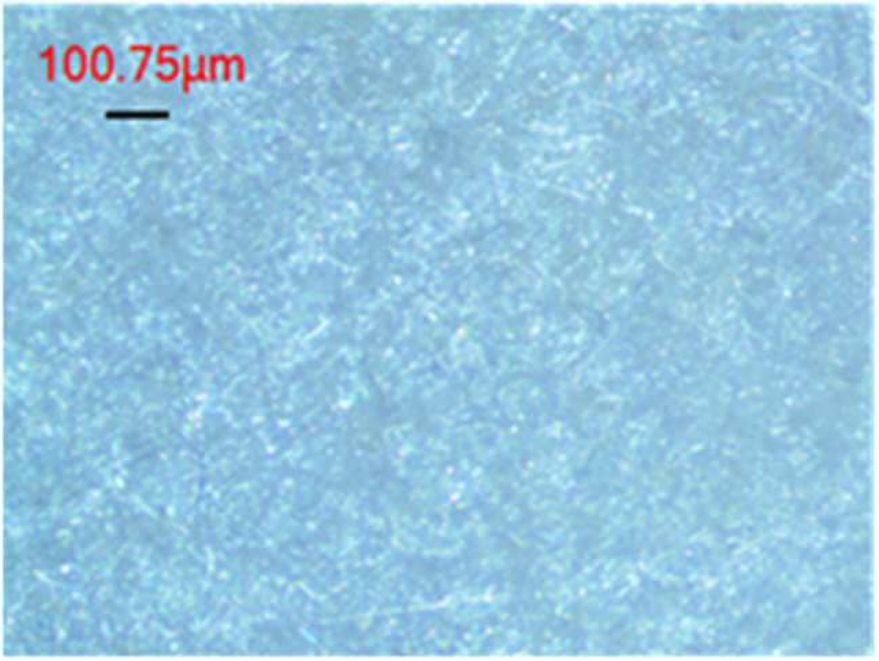
비교예 1

도면4c



실시예 1-1

도면4d



실시예 2-3

도면5

