



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2008년01월22일
 (11) 등록번호 10-0797098
 (24) 등록일자 2008년01월16일

(51) Int. Cl.

D06M 11/42 (2006.01) *D06M 11/78* (2006.01)

(21) 출원번호 10-2006-0116543
 (22) 출원일자 2006년11월23일
 심사청구일자 2006년11월23일

(56) 선행기술조사문헌
 JP03113076 A
 JP2005047884 A
 KR1020030070038 A
 KR1020070020367 A

(73) 특허권자

요업기술원

서울 금천구 가산동 233-5

주식회사 휘닉스피디이

경상북도 구미시 공단동 130번지

(72) 발명자

박선민

경기도 광명시 철산3동 주공아파트 1305동 1108호

김명섭

경상북도 구미시 거의동 611-2 캠퍼스아파트 502호

문진수

경상북도 구미시 구평동 454번지 부영아파트 502동 801호

(74) 대리인

유미특허법인

전체 청구항 수 : 총 14 항

심사관 : 이원재

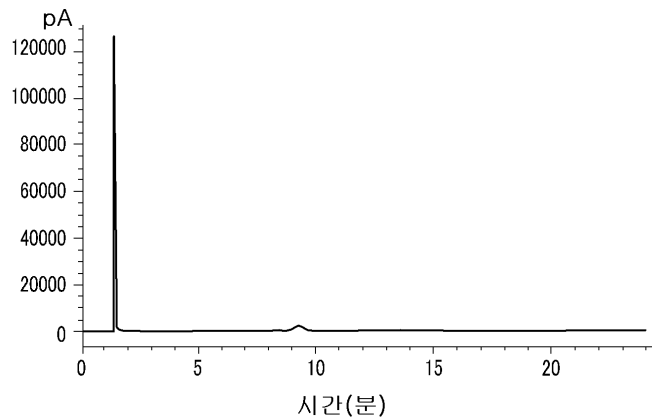
(54) 항균 섬유 가공제 조성물, 및 상기 조성물로 처리된 기능성섬유

(57) 요약

본 발명은 섬유 가공제 조성물 및 상기 조성물로 처리된 기능성 섬유에 관한 것으로서, 상기 조성물은 은 나노졸, 미반응 아민의 함량이 5몰% 이하인 유기 실리콘계 4급 암모늄염 용액 및 바인더를 포함한다.

본 발명의 섬유 가공제 조성물에 의해 처리된 기능성 섬유는 우수한 세탁 내구성 및 항균성을 나타낸다.

대표도 - 도1a



특허청구의 범위

청구항 1

은 나노 졸;

미반응 아민의 함량이 5몰% 이하인 유기 실리콘계 4급 암모늄염 용액; 및

바인더

를 포함하는 섬유 가공제 조성물.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 은 나노 졸은 은 입자를 500 내지 2000ppm의 농도로 포함하는 것인 섬유 가공제 조성물.

청구항 3

제2항에 있어서,

상기 은 입자는 2 내지 30nm의 평균 입자 직경을 갖는 것인 섬유 가공제 조성물.

청구항 4

제2항에 있어서,

상기 은 입자는 이온성 계면활성제에 의해 표면처리된 것인 섬유 가공제 조성물.

청구항 5

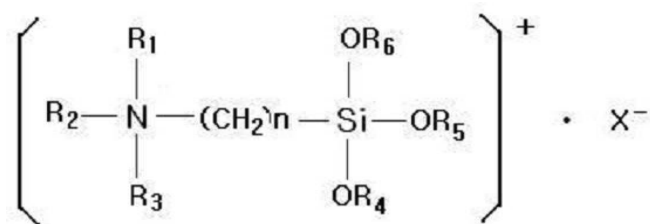
삭제

청구항 6

제1항에 있어서,

상기 유기 실리콘계 4급 암모늄염은 하기 화학식 1의 구조를 갖는 것인 섬유 가공제 조성물:

[화학식 1]



(상기 식에서 R₁, R₂ 및 R₃은 각각 독립적으로 탄소수 1 내지 18의 알킬기이고, R₄, R₅ 및 R₆은 각각 독립적으로 탄소수 1 내지 4의 알킬기이며, X는 염소, 불소, 브롬, 요오드, 카르복실산 및 술폰산으로 이루어진 군에서 선택되며, n은 1 내지 6의 정수이다)

청구항 7

제6항에 있어서,

상기 유기실리콘계 4급 암모늄염은 디알킬옥타데실[(3-트리알콕시실릴)알킬]암모늄 클로라이드인 것인 섬유 가공제 조성물.

청구항 8

제7항에 있어서,

상기 유기실리콘계 4급 암모늄염은 질소 분위기하에서 알킬아민과 할로알킬알콕시실란을 반응시키는 공정을 포함하는 제조방법에 의해 제조된 것인 섬유 가공제 조성물.

청구항 9

제1항에 있어서,

상기 유기 실리콘계 4급 암모늄염은 가공제 조성물 총 부피에 대하여 0.01 내지 10 부피%로 포함되는 것인 섬유 가공제 조성물.

청구항 10

제1항에 있어서,

상기 바인더는 아크릴계, 폴리우레탄계, 이들의 공중합체 및 이들의 혼합물로 이루어진 군에서 선택되는 것인 섬유 가공제 조성물.

청구항 11

제1항에 있어서,

상기 바인더는 섬유 가공제 조성물 총 부피에 대하여 970 내지 998부피%로 포함되는 것인 섬유 가공제 조성물.

청구항 12

제1항에 있어서,

상기 섬유 가공제 조성물은 계면활성제를 더 포함하는 것인 섬유 가공제 조성물.

청구항 13

제12항에 있어서,

상기 계면활성제는 바인더:계면활성제=7:1 내지 5:3의 중량비로 포함되는 것인 섬유 가공제 조성물.

청구항 14

제12항에 있어서,

상기 계면활성제는 폴리옥시에틸렌 알킬에테르, 지방산 알카놀아민, 알킬폴리글루코시드, 아민옥사이드, 알케닐 폴리에틸렌알킬에테르, 슈거 에테르, 및 이들의 혼합물로 이루어진 군에서 선택되는 것인 섬유 가공제 조성물.

청구항 15

제1항 내지 제4항 및 제6항 내지 제14항중 어느 한 항에 따른 섬유 가공제 조성물로 처리하여 제조된 향균성 섬유.

명세서

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

<4> [산업상 이용 분야]

<5> 본 발명은 섬유 가공제 조성물 및 상기 조성물로 처리된 기능성 섬유에 관한 것으로서, 보다 상세하게는 우수한 향균성 및 세탁 내구성을 나타내는 섬유 가공제 조성물 및 상기 조성물로 처리된 기능성 섬유에 관한 것이다.

<6> [종래 기술]

- <7> 내의, 이불지 등의 인체에 직접 접촉하는 직물은 땀이 묻은 후 적절한 온도 및 습도가 제공되면 세균 등의 미생물이 증식하여 악취를 발생시키거나 직물의 변색 및 상하게 되는 문제가 있다. 이에 대해 섬유직물 또는 제품에 항균성과 방취성을 부여하기 위한 방법으로 유기 실리콘 4급 암모늄염이나 방향족 할로젠 화합물 등의 항균제를 포함하는 조성물을 섬유 제조 시에 혼합하거나 직물에 함침시키는 방법들이 제안되고 있다.
- <8> 예를 들면 일본 특개소 51-2737호, 일본 특개소 59-68377호 등에는 유기 알콕시실란을 사용한 코팅용 조성물이 개시되어 있다. 그러나, 상기 유기 알콕시 실란을 사용한 코팅용 조성물은 화장막, 방식막 등의 용도로 사용하기 위해 개발된 것으로, 의료용, 건강용 등 항균성, 탈취성을 필요로 하는 용도에는 사용할 수가 없다.
- <9> 또한 일본 특개소 60-185866호에는 섬유직물 또는 제품을 유기실리콘 4급 암모늄염 항균제 처리액에 전해질 염류와 특정의 불포화 지방산을 공존시킨 채 이온 처리함으로써 항균성 섬유제품을 제조하는 방법이 개시되어 있다. 그러나 이 방법 역시, 유기 실리콘 4급 암모늄계의 항균제가 세탁 내구성과 염소계 세제에 의해 황변되는 문제가 있다.
- <10> 이를 개선하기 위하여 이온 교환성 공중합체를 제조하여 구리염 또는 은 염의 수용액으로 처리하여 섬유표면에 금속 이온을 표출시켜 항균성을 부여하는 방법이 제안되었다. 그러나 이와 같은 방법도 금속이온이 고분자와 반응하여 고분자 물질의 물성이 떨어지고 이로 인해 공정 후, 통과성이 저하되며 최종 섬유의 물성이 저하되는 문제가 있다. 또한, 세탁 후에도 항균력이 지속되는 세탁 내구성 유지에 문제가 있다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

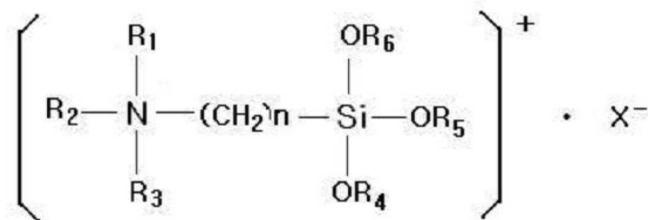
- <11> 본 발명은 상기와 같은 문제점을 개선하여 의료용, 건강용에도 적용이 가능하고, 우수한 항균 작용 및 세탁 내구성을 가져 세탁 후에도 우수한 항균력을 유지할 수 있는 섬유 가공제 조성물을 제공하는 것을 목적으로 한다.
- <12> 본 발명은 또한 상기 섬유 가공제 조성물에 의해 처리된 기능성 섬유를 제공하는 것을 목적으로 한다.

발명의 구성 및 작용

- <13> 상기 목적을 달성하기 위하여, 본 발명은 은 나노 졸, 미반응 아민의 함량이 5몰% 이하인 유기 실리콘계 4급 암모늄염 용액 및 바인더를 포함하는 섬유 가공제 조성물을 제공한다.
- <14> 본 발명은 또한 상기 섬유 가공제 조성물로 처리된 기능성 섬유를 제공한다.
- <15> 이하 본 발명을 더욱 상세하게 설명한다.
- <16> 은 입자는 약 650여종의 유해 세균과 곰팡이류에 대한 강한 살균력을 나타내는 것으로, 상기 은 입자를 섬유에 부착시켜 항균성을 부여하고자 하는 연구가 활발히 진행되고 있다.
- <17> 일반적으로 은 나노 입자의 제조시 은 나노 입자의 제조 및 제조된 나노 입자의 분산성을 유지하기 위하여, 입체 효과에 의해 분산 효과를 일으킬 수 있는 고분자 물질을 분산제를 사용한다. 이에 따라 고분자 분산제를 사용하여 제조된 은 나노 입자를 섬유 등에 적용하기 위해 은 나노 입자와 섬유를 접촉시킬 수 있는 바인더가 필요하게 된다. 그러나 바인더에 의한 물리적인 부착은 세척 내구성이 좋지 않으며, 세척 내구성을 향상시키기 위하여 바인더의 사용을 증가시킬 경우, 섬유의 촉감을 떨어뜨리는 문제가 있다. 또한 섬유에의 부착 과정에서 은 입자가 응집될 우려가 있고, 또한 상온에서 장시간 보관시 변색될 우려가 있다.
- <18> 이에 대해 본 발명에서는 섬유 등에 은 나노 입자를 고착시키는 경우, 분산제를 사용하지 않고, 은 나노 졸 및 상기 은 나노 졸과 최적화된 특성을 갖는 바인더 및 유기 실리콘 4급 암모늄을 사용함으로써 세탁 내구성과 항균성을 개선시킬 수 있다. 뿐만 아니라 바인더의 사용량을 최소화할 수 있어 섬유의 촉감 등 물성을 떨어뜨리지 않고도, 우수한 항균 효과를 나타낼 수 있다.
- <19> 즉, 본 발명의 일 실시예에 따른 섬유 가공제 조성물은, 은 나노 졸; 미반응 아민의 함량이 5몰% 이하인 유기 실리콘계 4급 암모늄염 용액; 및 바인더를 포함한다.
- <20> 상기 은 나노 졸은 은 입자가 분산매인 물에 분산된 것으로, 우수한 분산성을 갖는다. 은 나노 졸 내에 분산된 은 입자의 농도는 500 내지 2000ppm 인 것이 바람직하고, 보다 바람직하게는 1000 내지 1500ppm 인 것이 좋다. 은 입자의 농도가 500ppm 미만이면 조성물 내에 포함되는 은 나노 졸 함량의 증가에 따른 분산매의 함량의 증가로 은 입자의 부착성이 저하될 우려가 있고, 2000ppm을 초과하면 은 나노 졸내 은 입자의 분산성이 저하될 우려

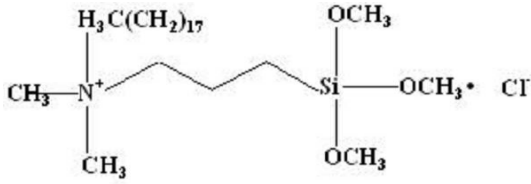
가 있어 바람직하지 않다.

- <21> 섬유 가공제 조성물의 항균성, 내구성 및 안정성을 극대화시키기 위해서 상기 은 나노 입자는 2 내지 30nm의 평균 입자 직경을 갖는 것이 바람직하고, 보다 바람직하게는 5 내지 20 nm의 평균 입자 직경을 갖는 것이 좋다. 은 나노 입자의 크기가 2nm 미만이면 입자간 응집이 발생하여 분산성이 저하될 우려가 있어 바람직하지 않고, 30nm를 초과하면 입자가 커짐에 따라 섬유 표면에 은나노 입자가 고착될 때 세탁 내구성이 떨어질 가능성이 크므로 바람직하지 않다.
- <22> 또한 본 발명의 일 실시예에 따른 은 입자로는 이온성 계면활성제에 의해 표면 처리된 것을 사용하는 것이 보다 바람직하다.
- <23> 상기 이온성 계면활성제로는 통상의 계면 활성제를 사용할 수 있으며, 보다 바람직하게는 음이온성, 양쪽성 계면활성제를 사용할 수 있다. 구체적으로는 소듐 알킬벤젠 설포네이트, 알파-올레핀 설포네이트(AOS), 메틸에스테르 설포네이트, 리그닌 설포네이트, 알킬아미노벤젠 설포산염 또는 이들의 혼합물 등을 사용할 수 있다.
- <24> 은 나노 입자 표면에 형성된 표면 처리층으로 인해 입자 분산이 용이하다. 이에 따라 상기 은 나노 입자의 분산성을 제어함으로써, 응집이 일어나지 않는 균일한 입자 크기를 가질 수 있으며, 결과 콜로이드 상태에서 우수한 분산성을 나타낼 수 있다. 또한 상기 표면 처리층으로 인해 상기 은 나노 입자는 통상의 은나노 입자에 비해 우수한 안정성을 가져 6개월 이상의 상온에서도 응집, 침전 현상이나 변색 등의 우려가 없다. 또한 우수한 내열성을 가져 200℃ 이상의 열에서도 물리적, 화학적 성질이 변하지 않는다.
- <25> 은 입자의 크기가 증가할수록 세탁 내구성에 따른 항균력은 저하되는데 상기 은나노 입자는 우수한 분산성을 가져 나노 수준의 입자 크기를 가지면서 응집이 없기 때문에 비표면적의 증가로 인해 은 입자의 사용량을 감소시킬 수 있으며, 결과 소량의 은 입자를 사용하여도 우수한 항균력을 얻을 수 있다.
- <26> 상기 은 나노 졸은 500 내지 2000ppm의 농도로 은 입자가 분산된 것으로서, 가공제 조성물 총 부피에 대하여 1 내지 30 부피%로 포함되는 것이 바람직하고, 보다 바람직하게는 2 내지 20 부피%, 보다 더 바람직하게는 2 내지 10 부피%로 포함될 수 있다. 본 명세서에서의 %는 천분비를 나타내는 것으로, 가공제 조성물 1000ml중에 포함된 구성성분의 함량(ml)을 의미한다. 은 나노 졸의 함량이 1 부피% 미만이면 은 첨가에 따른 효과가 미미하여 항균 효과가 떨어져 바람직하지 않고, 희석된 은 용액 자체의 색상이 황색을 나타내기 때문에 30 부피%를 초과하면 가공 처리 후, 섬유의 변색 우려가 있어 바람직하지 않다.
- <27> 상기 미반응 아민의 함량이 5몰% 이하인 유기 실리콘계 4급 암모늄염 용액은 세포 표층 구조를 파괴하여 살균성을 나타내는 것으로, 정전기 발생을 방지하는 역할도 한다.
- <28> 상기 유기 실리콘계 4급 암모늄염으로는 하기 화학식 1의 구조를 갖는 화합물을 사용할 수 있다.
- <29> [화학식 1]



- <30>
- <31> 상기 식에서 R₁, R₂ 및 R₃은 각각 독립적으로 탄소수 1 내지 18의 알킬기이고, R₄, R₅ 및 R₆은 각각 독립적으로 탄소수 1 내지 4의 알킬기이며, X는 염소, 불소, 브롬, 요오드, 카르복실산 및 술폰산으로 이루어진 군에서 선택되며, n은 1 내지 6의 정수이다. 바람직하게는 상기 X는 염소, 불소, 브롬, 요오드, 아세트산, 및 토실산으로 이루어진 군에서 선택된다.
- <32> 보다 바람직하게는 디알킬옥타데실[3-(트리알콕시실릴)알킬]암모늄클로라이드를 사용할 수 있으며, 이때 알킬기는 탄소수 1 내지 6의 알킬기를, 알콕시기는 탄소수 1 내지 6의 알콕시기를 의미한다.
- <33> 보다 더 바람직하게는 하기 화학식 2의 구조를 갖는 디메틸옥타데실 [3-(트리메톡시실릴) 프로필] 암모늄 클로라이드를 사용할 수 있다:

<34> [화학식 2]



- <35>
- <36> 상기 유기 실리콘계 4급 암모늄염은 통상의 방법으로 제조될 수 있으며, 바람직하게는 질소 분위기하에서 알킬 아민과 할로알킬알콕시실란을 반응시키는 공정을 포함하는 제조방법에 의해 제조될 수 있다.
- <37> 상기 알킬 아민으로는 N,N-디메틸옥타데실아민 등을 사용할 수 있고, 상기 할로알킬알콕시실란으로는 3-(클로로프로필)트리메톡시실란 등을 사용할 수 있다.
- <38> 상기 알킬아민과 할로알킬알콕시실란의 혼합 반응 결과 얻어진 물질을 메탄올 등의 알코올로 세척하고, 잔류하는 알코올을 제거함으로써 유기 실리콘계 4급 암모늄염을 얻을 수 있다.
- <39> 상기와 같은 제조방법에 의해 제조된 유기 실리콘계 4급 암모늄염은 미반응 아민을 5몰% 이하, 바람직하게는 0.001 내지 4몰%로 포함하는 것이다.
- <40> 상업적으로 입수 가능한 통상의 유기 실리콘계 4급 암모늄염에 비해 미반응 아민의 함량이 낮기 때문에 보다 우수한 항균성 및 내구성 나타낼 수 있다.
- <41> 상기 유기 실리콘계 4급 암모늄염은 물; 탄소수 1 내지 5의 저급 알코올에 용해시킨 용액 상태로 사용된다.
- <42> 이때 유기 실리콘계 4급 암모늄염 함유 용액은 가공제 조성물 총 부피에 대하여 0.01 내지 10부피%로 포함되는 것이 바람직하며, 보다 바람직하게는 0.1 내지 7부피%, 보다 더 바람직하게는 1 내지 5부피%로 포함되는 것이 좋다. 섬유 가공제 조성물에 대한 유기 실리콘계 4급 암모늄염의 함량이 0.01부피% 미만이면 살균제 역할이 미비하여 바람직하지 않고, 10부피%를 초과하면 물과의 영김 현상이 발생할 우려가 있고, 또한 고가의 원료로 인하여 원가의 상승을 가져오기 때문에 바람직하지 않다.
- <43> 또한 상기 용액은 유기 실리콘계 4급 암모늄염을 1 내지 10부피%, 보다 바람직하게는 1 내지 5부피%의 농도로 포함하는 것이 좋다.
- <44> 상기 바인더는 은 나노 입자를 물리적으로 접촉시키는 역할을 하는 것으로, 섬유가공, 부직포 가공, 건축용, 제지 가공용에 사용되어 우수한 접착성, 내세탁성 내마모성을 제공하는 아크릴계 수지, 폴리우레탄계 수지, 이들의 공중합체 및 이들의 혼합물로 이루어진 군에서 선택되는 것을 사용할 수 있다. 보다 바람직하게는 수용성 아크릴계 화합물을 사용하는 것이 좋다.
- <45> 상기 바인더는 계면 활성제와 혼합하여 사용할 수도 있다. 상기와 같이 바인더와 계면활성제를 혼합사용할 경우 섬유에 대한 은 나노 입자의 물리적 접촉력을 증가시켜 내구성을 보다 더 향상시킬 수 있다.
- <46> 상기 계면활성제로는 양이온 계면활성제, 음이온 계면 활성제, 및 비이온성 계면 활성제를 사용할 수 있으며, 보다 바람직하게는 비이온성 계면활성제를 사용할 수 있다.
- <47> 또한, 상기 비이온성 계면활성제로는 폴리옥시에틸렌 알킬에테르, 지방산 알카놀아민, 알킬폴리글루코시드, 아민옥사이드, 알케닐폴리에틸렌알킬에테르, 슈거 에테르, 및 이들의 혼합물을 사용할 수 있으며, 보다 바람직하게는 폴리옥시에틸렌 트리데실에테르와 같이 친수기로서 폴리옥시에틸렌과 히드록시기를 가지며, 탄소수 8 내지 18인 알코올 에톡시레이트를 사용할 수 있다.
- <48> 상기 바인더와 계면 활성제의 혼합량은 7:1 내지 5:3의 중량비로 혼합하는 것이 바람직하고, 보다 바람직하게는 5:1 내지 5:3의 혼합비로 사용할 수 있다. 바인더와 계면활성제의 혼합비가 상기 범위를 벗어나 바인더의 사용량이 계면활성제의 사용량에 비해 지나치게 많을 경우 섬유의 유연성을 저하시켜 바람직하지 않고, 계면활성제의 사용량이 바인더의 사용량에 비해 지나치게 많을 경우, 기능성을 발휘하는 소재의 섬유 부착력을 저하시켜 바람직하지 않다.
- <49> 상기와 같은 바인더는 섬유 가공제 조성물 총 부피에 대하여 970 내지 998부피%로 포함되는 것이 바람직하고, 보다 바람직하게는 980 내지 995부피%로 포함되는 것이 좋다. 섬유 가공제 조성물에 포함되는 바인더의 함량

이 970부피% 미만이면 은 나노 입자의 접착력 저하로 내구성이 저하될 우려가 있어 바람직하지 않으며, 또한 998부피%를 초과하면 섬유층의 촉감이 좋지 않게 될 우려가 있어 바람직하지 않다.

- <50> 상기 성분들 외에도 본 발명의 섬유 가공제 조성물은 통상의 방부제, 살균제, 형광증백제, 색소, 산화방지제, 소포제 및 이들의 혼합물로 이루어진 군에서 선택되는 첨가제를 더 포함할 수 있다.
- <51> 상기 방부제로는 2,4,4'-트리클로로-2'-히드록시디페닐 에테르 등을 사용할 수 있고, 상기 살균제로는 트리클로로카르바닐리드, 디브로모살리실라닐리드, 트리브로모살리실라닐리드, 디클로로트리플루오로메틸카르바닐리드, 염산 클로로헥시딘 등을 사용할 수 있다.
- <52> 상기에서와 같이 본 발명에 따른 섬유 가공용 조성물은 이온성 계면 활성제로 표면 처리된 은 나노 입자를 사용함으로써 바인더에 의한 물리적인 부착과 함께 화학적 작용에 의해 은 나노 입자가 섬유층의 표면에 고착되게 함으로써 세탁 내구성을 현저히 향상시킬 수 있다. 또한, 이온성 계면 활성제로 표면 처리된 은 나노 입자와 최적의 조합을 갖는 바인더 및 유기 실리콘 4급 암모늄을 사용함으로써 세탁 내구성과 항균성을 개선시킬 수 있다. 뿐만 아니라 바인더의 사용량을 최소화함으로써 섬유층의 촉감 등 물성을 떨어뜨리지 않고, 우수한 항균 효과를 나타낼 수 있다.
- <53> 본 발명은 또한 상기와 같은 섬유 가공제로 처리된 기능성 섬유를 제공한다.
- <54> 상기 기능성 섬유는 직접 원사 제조시에 섬유 가공제 조성물을 혼합 방사하여 제조될 수도 있고, 직물 제조 후 후가공시에 상기 섬유 가공제 조성물을 처리하여 제조될 수도 있다.
- <55> 상기 섬유 가공제의 섬유층에의 처리 방법은 특별히 제한되지 않고 통상의 방법에 따라 실시할 수 있다. 상기에서와 같이 회석된 섬유 가공제 조성물에 섬유층 재료를 담그고 100℃ 이상으로 가열하여 본 발명에 따른 가공제의 주성분인 은나노 입자를 섬유층 재료에 흡진시키거나, 20 내지 30℃의 상온에서 섬유층 재료를 담그고, 고온 증기 열처리 등의 가열 처리하여 흡진시킬 수 있다.
- <56> 도 2는 본 발명의 일 실시 예에 따른 기능성 섬유 제조를 위한 후가공 공정을 간략하게 나타낸 공정도이다. 도 2에서 1은 시료 원단을, 2는 후가공제와 섬유유연제의 저장 용기(bath), 3은 망글(mangle), 4는 가열로(heat-setting), 5는 가공 처리된 시료를 나타낸다.
- <57> 도 2의 공정을 참조하여 시료에 대한 후가공 처리를 설명하면, 섬유 가공제 조성물 중에 섬유층 재료를 침지시켜 일정 수준 이상의 팽윤율을 유지하고, 이어 처리 욕조에서 꺼내어 짠 다음 170 내지 180℃에서 열고정을 실시함으로써 세탁내구성 및 항균성이 우수한 기능성 섬유를 제조할 수 있다.
- <58> 상기 섬유 가공제 조성물은 섬유층에의 처리시 물에 희석하여 사용하는 것이 바람직하며, 천연 면 섬유층에 대하여 가공처리를 할 경우, 상기 섬유 가공제 조성물을 1부피%로 희석하여 사용하는 것이 바람직하고, 합성 섬유의 경우에는 3부피%로 희석하여 사용하는 것이 바람직하다.
- <59> 본 발명에 따른 방법에 의해 가공 처리할 수 있는 섬유층 재료의 종류 및 형상은 특별히 한정되지 않는다. 예를 들면 면, 폴리에스테르나 폴리아미드 등의 스테이플 섬유, 연속된 단섬유, 직물, 편물, 습 상태의 섬유 등 어느 섬유층 재료라도 가공할 수 있다. 또한 염색 등 기타 가공 처리된 섬유층 재료와 백색의 섬유층 재료도 가능하다.
- <60> 이하 본 발명의 바람직한 실시예 및 비교예를 기재한다. 그러나 하기의 실시예는 본 발명의 바람직한 일 실시예일 뿐 본 발명이 하기의 실시예에 한정되는 것은 아니다.
- <61> **실시예 1. 섬유 가공제 조성물의 제조**
- <62> 500ml 4구 플라스크에 N,N-디메틸옥타데실아민 45ml 및 3-(클로로프로필)트리메톡시실란 27.35ml를 넣고 N₂ 분위기하에서 혼합 반응을 시켰다. 여과기로 여과하여 얻어진 여과물을 메탄올로 세척한 후 메탄올을 증발시켜 제거하여 디메틸옥타데실[3-(트리메톡시실릴)프로필]암모늄 클로라이드를 제조하였다.
- <63> 제조된 디메틸옥타데실[3-(트리메톡시실릴)프로필]암모늄 클로라이드를 메탄올 100ml중에 용해시켜 10부피%의 디메틸옥타데실[3-(트리메톡시실릴)프로필] 암모늄 클로라이드 용액을 제조하였다.
- <64> 평균 입자 직경 5nm의 은나노 입자가 분산된 1000ppm의 은 나노 졸(나노실버[®], (주)휘닉스PDE 사제, 한국) 4ml, 상기 제조, 희석된 10부피%의 디메틸옥타데실 [3-(트리메톡시실릴)프로필]암모늄 클로라이드 용액 10ml 및 바인더(BIO-PSS5[®], (주)나노엔씨케이 사제, 한국) 986ml를 혼합한 후 30분동안 교반하여 섬유 가공제 조성물을 제

조하였다.

<65> 실시예 2 내지 8. 섬유 가공제 조성물의 제조

<66> 은 나노 졸, 유기 실리콘계 4급 암모늄염 및 바인더의 함량을 하기 표 1에 나타난 대로 변경하여 실시예 2~8에 따른 섬유 가공제 조성물을 제조하였다.

표 1

실시예	바인더(ml)	10부피% 유기실리콘계 4급 암모늄염 용액 (ml)	1000ppm 은 나노 졸 (ml)
실시예 1	986	10	4
실시예 2	990	5	5
실시예 3	992	3	5
실시예 4	994	2	4
실시예 5	995	1	4
실시예 6	996	2	2
실시예 7	997	2	1
실시예 8	998	1	1

<68> 비교예 1 내지 4. 섬유 가공제 조성물의 제조

<69> 은 나노 졸, 유기 실리콘계 4급 암모늄염(디메틸옥타데실[3-(트리메톡시실릴)프로필]암모늄 클로라이드, 미국 ACROS사제) 및 바인더(BIO-PSS5[®], ㈜나노엔씨케이사제, 한국)의 함량을 하기 표 2에 나타난 대로 변경하여 비교예 1-4에 따른 섬유 가공제 조성물을 제조하였다.

표 2

	바인더(ml)	10부피% 유기실리콘계 4급 암모늄염 용액 (ml)	1000ppm 은 나노 졸(ml)
비교예1	995.6	0.4	4
비교예2	995.0	1	4
비교예3	995.0	1	4
비교예4	995.0	1	4

<71> 상기 실시예 1 및 비교예 1에서의 디메틸옥타데실[3-(트리메톡시실릴)프로필]암모늄클로라이드를 가스크로마토 그래피법으로 분석하였다. 그 결과를 도 1a 및 1b에 나타내었다.

<72> 도 1a는 실시예 1에서의 디메틸옥타데실[3-(트리메톡시실릴)프로필]암모늄클로라이드에 대한 가스크로마토 그래피 측정 결과이고, 도 1b는 상업적으로 입수한 비교예 1의 디메틸옥타데실[3-(트리메톡시실릴)프로필]암모늄클로라이드에 대한 가스크로마토 그래피 측정 결과이다.

<73> 도 1a 및 도 1b의 가스크로마토 그래피 측정 결과로부터 정석 분석을 한 결과, 실시예 1에서 제조된 디메틸옥타데실[3-(트리메톡시실릴)프로필]암모늄클로라이드중에 포함된 아민의 함량은 4몰%이었으나, 비교예 1에서 사용된 디메틸옥타데실[3-(트리메톡시실릴)프로필]암모늄클로라이드의 경우 아민 함량이 7몰%이었다. 이로부터 본 발명의 제조방법에 의해 제조된 유기 실리콘계 4급 암모늄염이 섬유 가공시 내구성 및 향균력을 저하시킬 수 있는 미반응 아민을 보다 낮은 함량으로 포함함을 확인할 수 있었다.

<74> 실험예 1

<75> 상기 실시예 1에서 제조된 섬유 가공제 조성물을 10부피%, 5부피%, 1부피%, 0.1부피% 및 0.01부피%의 농도가 되도록 물로 희석한 후, 1시간 동안 정치하여 층 분리 및 침전물 생성 여부를 관찰하였다.

<76> 관찰 결과, 다양한 농도 범위로 희석된 섬유 가공제 조성물에서 층 분리 및 침전물 생성은 없었다.

<77> **실험예 2**

<78> 경사 40's, 위사 40's, 경사밀도 136올/2.54cm, 위사 밀도 72올/2.54cm의 평직이며, 정련 표백, 머서화시킨 100% 면직물을 시료로 사용하였다.

<79> 도 2에 나타난 바와 같은 섬유의 후가공 공정을 통해 시료에 본 발명의 섬유 가공제 조성물을 처리하였다. 상기 실시예 3 내지 7에서 제조된 섬유 가공제 조성물을 3부피%의 농도가 되도록 각각 물로 희석한 후 통상의 섬유 유연제와 혼합한 혼합액 중에 상기 시료를 침지시켜 픽업을 70%를 유지한 다음 처리 옥조에서 꺼내어 짠 다음 170 내지 180℃에서 열 고정을 실시하였다.

<80> 가공 처리된 시료에 대하여 하기에 나타난 바와 같은 방법으로 색상, 촉감 및 항균성을 평가하였다. 결과를 하기 표 3에 나타내었다.

<81> (1) 색상 평가

<82> 가공 처리된 시료에 대하여 육안으로 색상을 관찰하였으며, 하기와 같은 4개 등급으로 나누어 평가하였다.

<83> × 나쁨 △ 보통

<84> ○ 우수함 ◎ 매우 우수함

<85> (2) 촉감 평가

<86> 가공 처리된 시료를 손으로 만져 그 촉감을 평가하였다. 평가는 하기와 같이 4개의 등급으로 나누어 평가하였다.

<87> × 나쁨 △ 보통

<88> ○ 우수함 ◎ 매우 우수함

<89> (3) 항균성 평가

<90> 가공 처리된 시료를 50회 세탁(욕비 30:1, 세제농도 0.2부피%, 상온, 1회 세탁 사이클: 세탁 5분-탈수-헹굼 2분-탈수-헹굼 2분-탈수-건조)한 후 항균성을 평가하였다.

<91> 이때 항균성 평가는 황색 포도상 구균(staphylococcus aureus, American Type Culture collection No. 6538)을 공시균으로 사용하여 한국의류시험연구원(KATRI)에 따라 시험한 후 균 감소율을 계산하였다. 그 결과로부터 하기와 같은 4개의 등급으로 나누어 항균성을 평가하였다.

<92> × 나쁨 △ 보통

<93> ○ 우수함 ◎ 매우 우수함

표 3

<94>	실시에	촉감	색상	50회 세탁후 항균
3		△	△	◎
4		○	○	◎
5		◎	◎	◎
6		○	○	○
7		△	○	△

<95> 상기 표 3에 나타난 바와 같이, 본 발명에 따른 섬유 가공제 조성물로 가공 처리한 시료들은 촉감, 색상 및 항균성 면에서 우수한 효과를 나타내었다.

<96> **실험예 3.**

<97> 상기 실시예 5 및 비교예 1-4에서의 섬유 가공제 조성물을 시료에 대해 후처리 가공한 후 항균력을 평가하였다.

<98> 상기 항균력 평가는 경사 40's, 위사 40's, 경사밀도 136올/2.54cm, 위사 밀도 72올/2.54cm의 평직이며, 정련 표백, 머서화시킨 100% 폴리에스테르를 시료로 사용한 것을 제외하고는 상기 실험예 2의 (3) 항균력 평가시와

동일한 방법으로 실시하였다.

<99> 표 4에서, 세탁:내부, 시험:KATRI이란 세탁 50회를 내부에서 자체적으로 하고, 시험을 KATRI(공인시험기관인 한국의류시험연구원)에서 황색포도상구균을 이용하여 항균력시험을 한 공인시험성적서 결과이고, 세탁:KATRI란 세탁과 항균력시험 둘다 KATRI에서 실시한 결과를 의미한다. 그 결과를 하기 표 4에 나타내었다.

표 4

	비교예1	비교예 2	비교예3	비교예 4	실시에 5	
					세탁:내부, 시험:KATRI	세탁:KATRI 시험:KATRI
항균성(%)	72.5	99.2	95.7	86.5	99.3	99.8

<101> 상기 표 4에 나타난 바와 같이, 본원 발명의 은 나노 졸, 4급 암모늄염 및 바인더를 포함하는 본 발명의 가공제 조성물을 사용한 실시예 5가 비교예 1-4에 비해 우수한 항균력을 나타냄을 알 수 있다.

<102> 이상을 통해 본 발명의 바람직한 실시예에 대하여 설명하였지만, 본 발명은 이에 한정되는 것이 아니고 특허청구범위와 발명의 상세한 설명 및 첨부한 도면의 범위 안에서 여러 가지로 변형하여 실시하는 것이 가능하고 이 또한 본 발명의 범위에 속하는 것은 당연하다.

발명의 효과

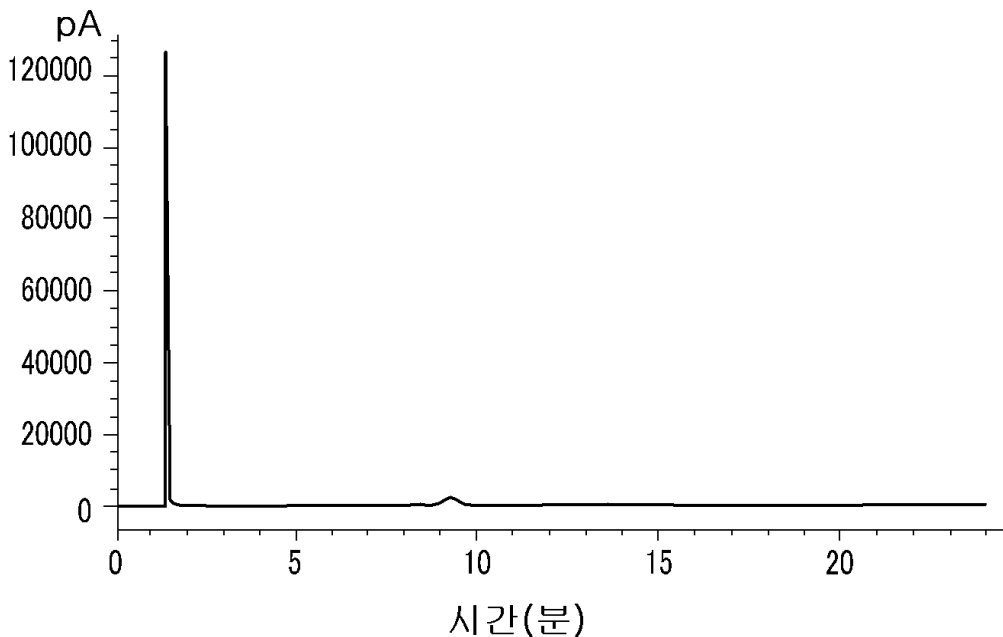
<103> 본 발명의 섬유 가공제 조성물에 의해 처리된 기능성 섬유는 우수한 세탁 내구성 및 항균성을 나타낸다.

도면의 간단한 설명

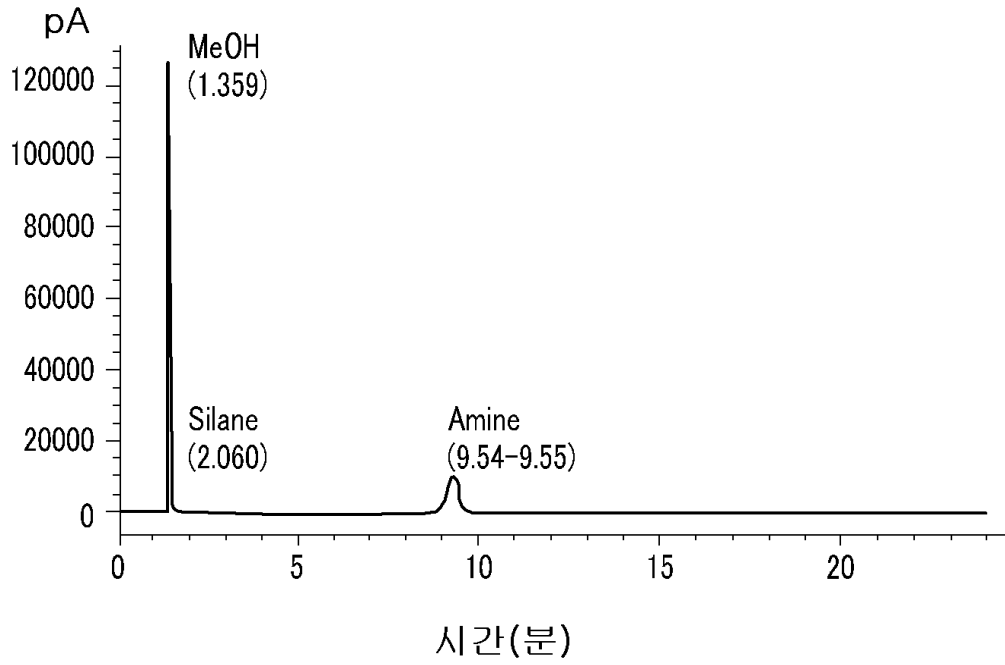
- <1> 도 1a는 참조예 1에서 제조된 디메틸옥타데실[3-(트리메톡시실릴)프로필]암모늄클로라이드에 대한 가스크로마토 그래피 분석 결과를 나타낸 그래프.
- <2> 도 1b는 비교예 1에서 사용된 유기 실리콘계 4급 암모늄염에 대한 가스크로마토 그래피 분석 결과를 나타낸 그래프.
- <3> 도 2는 본 발명의 일 실시예에 따른 기능성 섬유 제조를 위한 후가공 공정을 간략하게 나타낸 공정도.

도면

도면1a



도면1b



도면2

