

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2017年11月23日(23.11.2017)



(10) 国際公開番号

WO 2017/199420 A1

(51) 国際特許分類:
D06M 11/44 (2006.01) *D06M 15/643* (2006.01)

(21) 国際出願番号: PCT/JP2016/065001

(22) 国際出願日: 2016年5月20日(20.05.2016)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(71) 出願人: K B ツ ツ キ 株 式 会 社 (**KB TSUZUKI K.K.**) [JP/JP]; 〒4600008 愛知県名古屋市中区栄三丁目1番31号 Aichi (JP).

(72) 発明者: 宮 本 博 (**MIYAMOTO Hiroshi**); 〒4870033 愛知県春日井市岩成台9丁目9番地5 Aichi (JP). 野間基久 (**NOMA Motohisa**); 〒7940066 愛媛県今治市高橋甲107番地2 Ehime (JP). 廣末睦 (**HIROSUE Atsushi**); 〒7014233 岡山県瀬戸内市邑久町向山246番地6 Okayama (JP).

(74) 代理人: 千葉剛宏, 外 (**CHIBA Yoshihiro et al.**); 〒1510053 東京都渋谷区代々木2丁目1番1号 新宿マインズタワー 16階 Tokyo (JP).

(81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU,

RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告 (条約第21条(3))

(54) **Title:** ANTIVIRAL FIBER MATERIAL AND MANUFACTURING METHOD THEREOF

(54) 発明の名称: 抗ウイルス性繊維材及びその製造方法

(57) **Abstract:** This antiviral fiber material exhibits antiviral properties against viruses of various types. The surface of this fiber material retains at least aluminum-doped zinc oxide particles (Al-ZnO particles). Further, it is preferable that particles of silver-retaining zeolite (Ag zeolite particles) be retained. The Al-ZnO particles and the Ag zeolite particles are retained on the surface of the fiber material with a silicone film interposed therebetween. The silicone film is formed from silicone which has polyoxyethylene alkyl ethers of 12-15 carbon atoms as the main component and has a siloxane backbone.

(57) 要約: 様々な種類のウイルスに対して抗ウイルス能を示す抗ウイルス性繊維材を得る。繊維材は、その表面に、少なくとも、アルミニウムがドーパされた酸化亜鉛の粒子 (Al-ZnO粒子) を保持する。さらに、銀を保持したゼオライトの粒子 (Agゼオライト粒子) が保持されていることが好ましい。Al-ZnO粒子ないしAgゼオライト粒子は、シリコン膜を介して繊維材の表面に保持される。シリコン膜は、炭素数12~15のポリオキシエチレンアルキルエーテルを主成分とし、且つシロキサン骨格を有するシリコンからなる。



WO 2017/199420 A1

明 細 書

発明の名称：抗ウイルス性繊維材及びその製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、抗ウイルス性繊維材及びその製造方法に関する。

背景技術

[0002] ウイルスは、周知の通り、感染によって疾病を引き起こす微生物である。疾病罹患予防にはワクチン接種が効果的であるが、特に、インフルエンザウイルスに対して有効なワクチンは、冬季において供給量が不足することが間々ある。このため、ウイルスに感染すること自体を防止することが可能な抗ウイルス材が求められている。特に、被服は長時間身につけることから、被服を抗ウイルス材とすることが想起される。

[0003] 特開２０１３－６７６１８号公報、特表２００９－５２６８２８号公報には、顔面マスク、帽子、フード、ズボン、シャツ、手袋、スカート、ボイラー suits、手術衣（スクラブ）等の繊維材の表面に無機物質からなるナノ粒子をコーティングした抗ウイルス材が提案されている。無機物質としては、Ca、Al、Zn、Ni、W、Cu等の酸化物、窒化物、炭化物等が例示されている。

[0004] この場合、ナノ粒子の粒径がウイルスと同程度であるか若干小さいので、繊維材の表面のナノ粒子同士の間にはウイルスが侵入することは困難であると考えられる。換言すれば、ナノ粒子は、ウイルスを堰き止めるフィルタ作用（ブロック作用）を営む。その結果、前記繊維材を身につけたユーザが、ウイルスに起因する疾病に罹患することが防止される可能性がある、とのことである。

[0005] なお、特開２０１３－６７６１８号公報、特表２００９－５２６８２８号公報には、ウイルスに接触したナノ粒子が、該ウイルスを不活性化する可能性があることが示唆されている。

発明の概要

- [0006] 特開 2013-67618 号公報、特表 2009-526828 号公報には、ナノ粒子を、噴霧、電気噴霧、ディッピング、プラズマ処理等の手法によって繊維材にコーティングする、との記載がある。この記載に鑑み、特開 2013-67618 号公報、特表 2009-526828 号公報記載の技術では、ナノ粒子を溶媒ないし分散媒に添加した溶液又は分散液を調製し、この調製液を介して繊維材の表面にナノ粒子を付着させた後、該調製液を蒸発させる作業が行われると推察される。
- [0007] しかしながら、この場合、ナノ粒子が繊維材の表面に十分な力で付着するとは言い難い。すなわち、ナノ粒子が繊維材から脱落する懸念がある。勿論、このような状況下では、上記したブロック作用を営むことは困難である。
- [0008] また、被服を抗ウイルス材とする場合、1 着で様々な種類のウイルスに対する抗ウイルス能を示すことが求められるが、特開 2013-67618 号公報、特表 2009-526828 号公報を参照しても、例えば、エンベロープを有するウイルスと、エンベロープを有しないウイルスの双方に効果的であるか否かを明確に認識することができない。
- [0009] 本発明の主たる目的は、様々な種類のウイルスに対して抗ウイルス能を示す抗ウイルス性繊維材を提供することにある。
- [0010] 本発明の別の目的は、動植物の健康障害を引き起こす物質を放出する懸念のない抗ウイルス性繊維材を提供することにある。
- [0011] 本発明のまた別の目的は、上記した抗ウイルス性繊維材の製造方法を提供することにある。
- [0012] 本発明の一実施形態によれば、繊維材の表面に、アルミニウムがドーパされた酸化亜鉛（以下、「 Al-ZnO 」と表記することもある）粒子が、炭素数 12～15 のポリオキシエチレンアルキルエーテルを主成分とし、且つシロキサン骨格を有するシリコンからなるシリコン膜を介して保持され、抗ウイルス性を示す抗ウイルス性繊維材が提供される。
- [0013] Al-ZnO 粒子により、抗ウイルス能が得られる。従って、上記した抗ウイルス性繊維材を身につけることにより、ウイルスに起因する疾病に罹患

することを予防し得ると期待される。しかも、 $Al-ZnO$ 粒子は無害であるので、抗ウイルス性繊維材から、動植物の健康障害を引き起こす物質が放出される懸念がない。このため、ウイルスに起因する疾病罹患を回避しつつ、抗ウイルス性繊維材に起因する健康障害を回避することが可能である。

[0014] なお、シリコン膜は、繊維材の変形に追従して容易に伸縮する。このため、繊維材の表面に強固に固着した状態を維持することができる。従って、たとえ、洗濯や染色等の際に水中や薬剤中で抗ウイルス性繊維材に摩擦力等が加わった場合であっても、シリコン膜が繊維材の表面から離脱することが抑制される。従って、シリコン膜に保持された $Al-ZnO$ 粒子も繊維材の表面から離脱し難くなる。このため、抗ウイルス能が長期間にわたって持続する。

[0015] また、シリコン膜は、主にアンカー効果等の機械的な作用によって繊維材に固着している。このため、繊維材を構成する繊維中の大多数の官能基が、シリコン膜と共有結合等の化学結合を生じていない状態で存在する。このため、改質繊維を染色する際、官能基と染料とが十分に反応可能であり、色ムラを回避しつつ染料を良好に染着することができる。従って、この抗ウイルス性繊維材は染色性に優れ、後染めすることも容易である。

[0016] さらに、シリコン膜は複数のマイクロポーラスを有する多孔質体であり、その表面は鱗片形状をなしている。このような形状のシリコン膜の表面では、水分が容易に延展する。また、前記マイクロポーラスによって水分が吸収される。従って、抗ウイルス性繊維材は、吸水性が良好である。

[0017] この抗ウイルス性繊維材は、主に、A型インフルエンザウイルスに対して抗ウイルス性を示す。従って、当該抗ウイルス性繊維材を身につけることにより、A型インフルエンザに罹患することを防止し得ると期待される。

[0018] $Al-ZnO$ 粒子に加え、さらに、銀イオンを保持したゼオライト粒子（以下、「Agゼオライト粒子」と表記することもある）を、前記シリコン膜を介して繊維材の表面に保持するようにしてもよい。この場合、 $Al-ZnO$ 粒子のみならず、Agゼオライト粒子も行為ウイルス能を示す。また、

A g ゼオライト粒子も無害であり、従って、この場合においても、抗ウイルス性繊維材から動植物の健康障害を引き起こす物質が放出される懸念がない。すなわち、上記と同様に抗ウイルス性繊維材に起因する健康障害を回避することが可能である。

[0019] A g ゼオライト粒子は、エンベロープを有しないウイルスに対しても有効である。従って、この場合、抗ウイルス性繊維材は、例えば、ネコカリシウイルスに対して抗ウイルス性を示す。

[0020] しかも、A l - Z n O 粒子及び A g ゼオライト粒子はいずれも、動植物に対して有害な物質を放出することはない。

[0021] 抗ウイルス性繊維材を構成する繊維材は、セルロース系繊維又は動物繊維の少なくともいずれか一方を含むものであってもよい。この種の天然繊維は後染めすることが困難であるが、上記したように表面にシリコーン膜を形成することで、抗ウイルス能を発揮しながら後染めが容易な抗ウイルス性繊維材となる。

[0022] 本発明の別の一実施形態によれば、炭素数 12 ~ 15 のポリオキシエチレンアルキルエーテルを主成分とし、且つシロキサン骨格を有するシリコーン粒子と、アルミニウムがドーピングされた酸化亜鉛粒子とを分散させた水性分散液に繊維材を浸漬する工程と、

加熱処理により、前記シリコーン粒子からシリコーン膜を形成するとともに、前記シリコーン膜を介して前記酸化亜鉛粒子を前記繊維材の表面に保持し、抗ウイルス性を示す抗ウイルス性繊維材を得る工程と、

を有する抗ウイルス性繊維材の製造方法が提供される。

[0023] 以上のような作業を行うことにより、シリコーン膜を介して A l - Z n O 粒子を繊維材の表面に保持することができる。すなわち、抗ウイルス性繊維材が得られる。

[0024] 繊維材の表面に A g ゼオライト粒子をさらに保持するには、前記水性分散液に、銀イオンを保持したゼオライト粒子をさらに添加すればよい。これにより、シリコーン膜を介して A l - Z n O 粒子及び A g ゼオライト粒子の双

方が繊維材の表面に保持された抗ウイルス性繊維材が容易に得られる。

[0025] 加熱処理は、水蒸気を用いたスチームセットによって行うことが好ましい。この場合、 100°C 以下の飽和蒸気を用いてシリコン粒子を架橋させることができる。また、繊維材に天然繊維が含まれている場合には、該天然繊維が収縮することを抑制することができる。しかも、天然繊維の周囲の雰囲気飽和蒸気で満たすことで、活性酸素が発生することが抑制される。

[0026] 以上のことから、活性酸素に起因して損傷することや脆化すること等が回避された抗ウイルス性繊維材を得ることが可能になる。

[0027] また、上記したように、繊維材は、セルロース系繊維又は動物繊維の少なくともいずれか一方を含むものであってもよい。

[0028] 本発明によれば、繊維材の表面に Al-ZnO 粒子を保持するようにしているので、該繊維材に、 Al-ZnO 粒子に基づく抗ウイルス能が得られる。すなわち、抗ウイルス性繊維材が構成される。ここで、 Al-ZnO 粒子はシリコン膜を介して保持されている。このため、 Al-ZnO 粒子が繊維材の表面から脱離し難い。従って、長期間にわたって抗ウイルス能が持続する。

[0029] しかも、繊維材の表面がシリコン膜で被覆されているので、該繊維材が後染めの容易なものとなるとともに、吸湿性に優れたものとなる。

発明を実施するための形態

[0030] 以下、本発明に係る抗ウイルス性繊維材及びその製造方法につき好適な実施の形態を挙げ、添付の図面を参照して詳細に説明する。

[0031] 第1実施形態に係る抗ウイルス性繊維材は、アルミニウムがドーピングされた酸化亜鉛(Al-ZnO)を有効成分として抗ウイルス能を示す。 ZnO が一般的には絶縁体であるのに対し、 Al-ZnO はn型半導体である。

[0032] 抗ウイルス性繊維材は、 Al-ZnO 粒子が繊維材の表面に保持されて構成される。 Al-ZnO 粒子は市販されており、典型的な平均粒径はおよそ $120\mu\text{m}$ である。ここで、平均粒径は市販の粒度分析装置等で測定される数値であり、例えば、レーザー回折・散乱法によって求められた粒度分布に

において積算値50%（D50）での粒径である。

[0033] 繊維材は、セルロース系繊維、動物繊維又は合成繊維の少なくともいずれか1種を含む。すなわち、繊維材は、セルロース系繊維のみ、動物繊維のみ、又は合成繊維のみからなるものであってもよいし、この中の2種以上を含むものであってもよい。

[0034] 代表的なセルロース系繊維としては、天然植物繊維である綿（木綿）が挙げられる。又は、ラミー、リネン、大麻（ヘンプ）、ジュート、マニラ麻、サイザル麻等の麻であってもよい。また、セルロース系繊維は、天然セルロースを所定の溶剤で溶解した後に繊維状に成形して得られた、いわゆる再生繊維であってもよい。この種の再生繊維の具体例としては、レーヨン、ポリノジック、キュプラ、テンセル（オーストリア国レンジング社の登録商標）が挙げられる。

[0035] 一方、動物繊維の代表例としては、絹、羊毛、又は獣毛繊維が挙げられる。具体的な獣毛繊維としては、アルパカ、モヘヤ、アンゴラ、カシミア、キャメル、ビュキューナ等を例示することができる。

[0036] さらに、合成繊維の一例としては、ポリエステル、ポリウレタン、脂肪族ポリアミド系繊維（ナイロン6、ナイロン6,6を含む）、芳香族ポリアミド系繊維等が挙げられる。

[0037] 繊維材中のセルロース系繊維、動物繊維、合成繊維の割合は、特に限定されるものではなく、所望の割合に設定することが可能である。

[0038] なお、繊維材の形状は特に限定されるものではなく、糸、綿（ワタ）、スライバー、織物、編物、不織布等が含まれる。例えば、繊維材がセルロース系繊維と動物繊維の双方を含むものである場合、該繊維材は、両繊維の原糸（混紡糸又は交撚糸）が製織されたものであってもよいし、セルロース系繊維の原糸と、動物繊維の原糸とを用いた交織物であってもよい。

[0039] A1-ZnOは、上記したような繊維材の表面に、シリコーン膜を介して保持されている。このシリコーン膜は、炭素数12～15のポリオキシエチレンアルキルエーテルを主成分とし、且つシロキサン骨格を有するシリコー

ンからなる。

[0040] シリコーン膜は、複数のマイクロポラスを有する多孔質体であり、鱗片形状の表面を備えている。このシリコーン膜は、主にアンカー効果等の機械的な作用によって、繊維材の表面に物理的に固着している。すなわち、繊維材の大多数の官能基は、シリコーン膜のシリコーンの官能基と化学的に結合していない。このため、繊維材の官能基が染料に対して十分な活性を示すので、抗ウイルス性繊維材を容易に染色することができる。すなわち、抗ウイルス性繊維材は染色性に優れ、後染めすることも容易である。

[0041] 加えて、シリコーン膜が鱗片形状であるためにその表面上を水分が良好に延展する。しかも、シリコーン膜は多孔質体であり、そのマイクロポラスに水分が浸透する。さらに、繊維材の官能基は親水性であり、水分子を引き寄せる機能を営む。以上のような理由から、抗ウイルス性繊維材は吸湿性に優れる。

[0042] また、シリコーン膜は良好な弾力性を示す。従って、繊維材が変形したときには、該シリコーン膜はその変形に追従して伸縮する。すなわち、シリコーン膜が繊維材の表面に強固に固着した状態を維持するので、 $Al-ZnO$ 粒子がシリコーン膜を介して繊維材に保持された状態が維持される。

[0043] このため、抗ウイルス性繊維材を未染色の状態で在庫とし、販売時期直前に収集した流行色の情報に基づいて染色を行った上で出荷して最終製品にすることが可能である。すなわち、急速に変化する流行色や流行パターンを的確に捉えた商品を短納期に提供することが可能となり、不良在庫を削減して資源の有効活用を図ること、ひいては、抗ウイルス性繊維材の低コスト化を図ることが可能となる。

[0044] また、洗濯や染色等の最中に水中や薬剤中で抗ウイルス性繊維材に摩擦力等が加わった場合であっても、シリコーン膜及び $Al-ZnO$ 粒子が繊維材の表面から脱落することが抑制される。その結果、抗ウイルス能が長時間にわたって持続する。

[0045] 第1実施形態に係る抗ウイルス性繊維材は、特に、A型インフルエンザウ

イルスを不活性化する。このため、繊維材を身につけたユーザがA型インフルエンザに罹患することを防止することが可能である。しかも、この抗ウイルス能が長時間にわたって持続する。上記したように、シリコーン膜及びA I - Z n O粒子が繊維材の表面から脱落し難いからである。なお、A型インフルエンザウイルスは、周知の通り、カプシドにより被包される核酸がR N Aであり、且つエンベロープを有する。

[0046] 第1実施形態に係る抗ウイルス性繊維材は、以下のようにして得ることができる。すなわち、先ず、炭素数12～15のポリオキシエチレンアルキルエーテルを主成分とし、且つシロキサン骨格を有するシリコーンの粒子を、水等の水性分散媒に分散させて水性分散液を調製する。この種の水性分散液は、「X-51-1318」（信越化学工業株式会社製のシリコーン含有反応型柔軟剤の商品名）等の市販品を適宜の濃度に調整することで得ることができる。シリコーン粒子の濃度は、例えば、0.1～10質量%とすればよい。

[0047] この水性分散液に、A I - Z n O粒子を添加して分散させる。A I - Z n O粒子としては、例えば、「Z-SDN」（里田化工社製）等の市販品を使用すればよい。A I - Z n O粒子の濃度は、例えば、0.1～30質量%に設定することができる。

[0048] このようにして調製した水性分散液に、繊維材を浸漬する。これにより、繊維材の表面にシリコーン粒子及びA I - Z n O粒子が付着する。その後、絞液を行い、さらに、乾燥処理及び加熱処理を施す。加熱処理により、シリコーン粒子に架橋が生じてシリコーン膜が形成されるとともに、該シリコーン膜を介してA I - Z n O粒子が繊維材の表面に保持される。その結果、抗ウイルス性繊維材が得られるに至る。

[0049] 加熱処理は、例えば、ヒートセッタ等の既存の加熱設備を用いて行うようにしてもよいが、水蒸気を用いたスチームセットによって行うことが一層好ましい。この場合、100℃以下の飽和蒸気を用いるので、柔軟性が一層向上した抗ウイルス性繊維材を得ることが可能になる。また、飽和蒸気は、重

置された状態の繊維材の隙間であっても進入することが可能であるため、この場合においても繊維材の全体に略均等に熱を供給することができる。

[0050] また、スチームセットを行う場合、繊維材の周囲に飽和蒸気が充満するので、活性酸素等が発生することが抑制される。このため、繊維材が活性酸素の影響を受けることに起因して損傷することや脆化すること等を有効に回避することができる。

[0051] 以上の過程を経て得られた抗ウイルス性繊維材においては、上記した通り、繊維材の表面に主にアンカー効果によって物理的に結合し、且つ繊維材の変形に追従して自在に伸縮可能なシリコン膜を介して、 $Al-ZnO$ 粒子が保持されている。この $Al-ZnO$ 粒子により、特にA型インフルエンザウイルスに対して有効な抗ウイルス能が発現する。

[0052] また、 $Al-ZnO$ 粒子は、材料安全データシート（MSDS）に示される通り無害である。従って、抗ウイルス性繊維材から、動植物の健康障害を引き起こす物質が放出される懸念がない。すなわち、この場合、ウイルスに起因して疾病に罹患することを回避しながら、抗ウイルス性繊維材に起因して健康障害が惹起されることを回避することが可能となる。

[0053] さらに、この抗ウイルス性繊維材は、繊維材の官能基が染料と化学的に結合可能な状態であるため、染色性に優れ、容易に後染めすることが可能である。

[0054] 次に、第2実施形態に係る抗ウイルス性繊維材につき説明する。

[0055] 第2実施形態に係る抗ウイルス性繊維材は、 $Al-ZnO$ 粒子と、銀を保持したゼオライト（アルミノ珪酸塩）粒子とが、シリコン膜を介して繊維材の表面に保持されることで構成される。すなわち、第2実施形態では、 $Al-ZnO$ 及び Ag ゼオライトが有効成分となる。この中、 $Al-ZnO$ 、シリコン膜及び繊維材については上記した通りであり、従って、その詳細な説明を省略する。

[0056] ゼオライトは、その表面に多数の細孔を有する多孔質体であり、銀は前記細孔に保持されている。この種の Ag ゼオライト粒子は市販されており、そ

の組成式は、 $X AgO \cdot Al_2O_3 \cdot Y SiO_2 \cdot Z H_2O$ で表される。X、Y及びZはモル比である。

[0057] Agゼオライトを保持した抗ウイルス性繊維材は、A型インフルエンザウイルスや、ネコカリシウイルスに対して優れた抗ウイルス能を示す。そして、シリコーン膜が繊維材から脱落し難いので、抗ウイルス能が長期間にわたって持続する。勿論、第1実施形態と同様に、染色性及び吸湿性に優れる。

[0058] なお、ネコカリシウイルスは、カプシドにより被包される核酸がRNAであり、且つエンベロープを有しない。すなわち、第2実施形態に係る抗ウイルス性繊維材は、エンベロープを有するA型インフルエンザウイルスと、エンベロープを有しないネコカリシウイルスの双方を不活性化することが可能である。

[0059] 第2実施形態に係る抗ウイルス性繊維材は、第1実施形態に準拠して得ることができる。すなわち、シリコーン粒子が分散した水性分散液を調製し、この水性分散液に対してAl-ZnO粒子及びAgゼオライト粒子を添加する。Al-ZnO粒子、Agゼオライト粒子の添加はいずれが先であってもよく、両者を同時に添加してもよい。

[0060] 使用し得るAgゼオライト粒子としては、「ZEOMIC WAW10NS」（シナネンゼオミック社製）等が挙げられる。Agゼオライト粒子の濃度は、例えば、0.1～30質量%に設定することができる。

[0061] 次に、前記水性分散液に繊維材を浸漬する。これにより、繊維材の表面にシリコーン粒子、Al-ZnO粒子及びAgゼオライト粒子が付着する。その後は第1実施形態に準拠し、スチームセット等による加熱処理を施すことにより、Al-ZnO粒子及びAgゼオライト粒子がシリコーン膜を介して繊維材の表面に保持された抗ウイルス性繊維材が得られる。

[0062] この抗ウイルス性繊維材においては、上記と同様に、繊維材の表面に主にアンカー効果によって物理的に結合し、且つ繊維材の変形に追従して自在に伸縮可能なシリコーン膜を介して、Al-ZnO粒子及びAgゼオライト粒子が保持されている。Al-ZnO粒子により、特にA型インフルエンザウ

イルスに対して有効な抗ウイルス能が発現する。一方、A g ゼオライト粒子は特にネコカリシウイルスに対して有効であるが、A 型インフルエンザウイルスに対しても有効である。

[0063] A g ゼオライト粒子も、材料安全データシート (MSDS) に示される通り無害である。従って、第2実施形態においても、抗ウイルス性繊維材から動植物の健康障害を引き起こす物質が放出される懸念がない。従って、第1実施形態と同様に、ウイルスに起因して疾病に罹患することを回避しながら、抗ウイルス性繊維材に起因して健康障害が惹起されることを回避することが可能となる。

[0064] また、この抗ウイルス性繊維材も、第1実施形態に係る抗ウイルス性繊維材と同様の理由から、染色性に優れ、容易に後染めすることが可能である。

実施例 1

[0065] 綿100%であり、40平織、40番手の単糸を縦糸、40番手の単糸を横糸とする(40/1×40/1)とともに、縦糸が120本/インチ、横糸が60本/インチである織物を得た。これを繊維材Aとする。

[0066] また、ポリエステル100%であり、20平織、20番手の単糸を縦糸、20番手の単糸を横糸とする(20/1×20/1)とともに、縦糸が90本/インチ、横糸が58本/インチである織物を得た。これを繊維材Bとする。

[0067] さらに、ポリエステル100%であり、30平織、30番手の単糸を縦糸、30番手の単糸を横糸とする(30/1×30/1)とともに、縦糸が110本/インチ、横糸が83本/インチである織物を得た。これを繊維材Cとする。

[0068] 以上の繊維材A～Cに対し、糊抜き精練、漂白、脱水、乾燥を個別に行った。

[0069] その一方で、第1水性分散液、繊維材A用第2水性分散液、繊維材B用第2水性分散液を個別に調製した。ここで、第1水性分散液は、X-51-1318及びZ-SDNを、各々の濃度が5質量%、20質量%となるように

水に添加したものである。また、繊維材A用第2水性分散液は、X-51-1318、Z-SDN及びZEOMIC WAW10NSを、各々の濃度が2質量%、10質量%、10質量%となるように水に添加したものであり、繊維材B用第2水性分散液は、繊維材A用第2水性分散液と同一の成分を、各々の濃度が5質量%、20質量%、20質量%となるように水に添加したものである。

[0070] そして、繊維材A、Bを繊維材A用第2水性分散液、繊維材B用第2水性分散液の各々に個別に浸漬する一方で、繊維材Cを第1水性分散液に浸漬した。その後、スチームセットにて加熱処理を施し、繊維材A、Bの各表面に、シリコン膜を介してAl-ZnO粒子及びAgゼオライト粒子を保持した。また、繊維材Cの表面には、シリコン膜を介してAl-ZnO粒子を保持した。

[0071] この中の繊維材A、Bにつき、A型インフルエンザウイルスに対する抗ウイルス能を評価するべく、ISO18184に準拠するプラーク法を行った。具体的には、繊維材A、Bから個別に切り出した試験片0.4gに試験ウイルス懸濁液0.2mlを接種し、25℃で2時間静置した。その後、洗い出し液を加えて攪拌し、試験片からウイルスを液として回収した。

[0072] このウイルス回収液を10倍に希釈して希釈液を調製し、単層培養した細胞に対して該希釈液を接種した。37℃で1時間培養し、細胞にウイルスを吸着させた。さらに、その後、細胞培養寒天培地を加え、37℃、5%CO₂下で2～3日培養した。

[0073] 次に、固定液を加えて細胞を固定し、寒天培地を除去してメチレンブルー溶液にて細胞を染色した後、プラーク数（死細胞群）を計測した。繊維材A、Bの抗ウイルス活性化値は、それぞれ、3.7、3.8であった。抗ウイルス活性化値が3.0以上であるときに有効な抗ウイルス性繊維材となると認識されていることから、繊維材A、Bとも十分な抗ウイルス能を示していると判断される。

[0074] 繊維材Bについては、ネコカリシウイルスに対する抗ウイルス活性化値も

計測した。その結果、3.5であった。この結果から、Al-ZnO粒子とAgゼオライト粒子を同時に保持した繊維材Bでは、エンベロープを有するA型インフルエンザウイルス、エンベロープを有しないネコカリシウイルスの双方に有効な抗ウイルス能を示すことが分かる。

実施例 2

- [0075] 発育経路難の漿尿膜腔にA型インフルエンザウイルスを接種し、孵卵器で培養後、漿尿液を採取し密度勾配遠心法にて精製した。このウイルス液を、界面活性剤であるツイン80（Tween80、東京化成工業社の商品名）を0.05%添加したリン酸緩衝生理食塩水で希釈することで、供試ウイルス液を得た。
- [0076] 繊維材Cの0.4gの試験片を50mlの遠心管に入れ、 2.9×10^9 TCID₅₀/mlの供試ウイルス液0.2mlを試験片に浸透させ、25℃に設定した恒温槽内に24時間静置した。24時間後、試験片をストマッカー用ポリ袋に入れ、作動停止液としてSCDLP培地を10ml添加し、2分間揉み出したてウイルスを誘出した。この誘出液を試験管に回収し、1500rpmで3分間の遠心分離を行った後、上清を感染価測定用試料原液とした。
- [0077] 前記感染価測定用試料原液をPBSで10倍に段階希釈した後、感染価測定用試料原液又は希釈ウイルス液25μLを96ウェルプレートに予め単層培養したMDCK細胞へ添加し、37℃で1時間感染させた。次に、接種ウイルス液を除去し、0.42%のBSA、2.5μg/mLのトリプシンを添加したMEMを1ウェル当たり100μL加え、37℃、5%CO₂の条件で4日間培養した。次に、倒立顕微鏡下でウイルスの増殖による細胞変性効果を観察し、TCID₅₀算出法（Reed-Muench法）によってウイルス感染価、すなわち、TCID₅₀/mLを求めた。これを個別に3回行ったところ、24時間の作用時間でいずれも検出が認められなかった。すなわち、検出下限値である 1.3×10 よりも小さかった。
- [0078] 比較のため、前記各水性分散液に浸漬しなかったことを除いては上記と同

様にして、シリコン膜が形成されず且つA l - Z n O粒子が保持されていない対照繊維材Cを得た後、この対照繊維材Cから対照感染価測定用試料原液を得た。以降は上記に従い、ウイルス感染価を求めた。これを個別に3回行ったところ、1回目では、作用時間が0であるときは 1.1×10^7 、24時間であるときは 1.3×10^4 であった。2回目ではそれぞれ 1.3×10^7 、 1.4×10^4 、3回目ではそれぞれ 1.7×10^7 、 1.6×10^3 、作用時間が24時間であるときの平均値は 9.5×10^3 であった。

[0079] 従って、作用時間が24時間であるときの対照繊維材CのTCID₅₀の平均値を繊維材CのTCID₅₀の平均値で除した商につき、10を底数として対数を求めると、2.9より大となる。以上の結果から、繊維材CがA型インフルエンザウイルスに有効な抗ウイルス能を示すことが明らかである。

請求の範囲

- [請求項1] 繊維材の表面に、アルミニウムがドーブされた酸化亜鉛粒子が、炭素数 12～15 のポリオキシエチレンアルキルエーテルを主成分とし、且つシロキサン骨格を有するシリコンからなるシリコン膜を介して保持され、抗ウイルス性を示すことを特徴とする抗ウイルス性繊維材。
- [請求項2] 請求項 1 記載の抗ウイルス性繊維材において、A 型インフルエンザウイルスに対して抗ウイルス性を示すことを特徴とする抗ウイルス性繊維材。
- [請求項3] 請求項 1 又は 2 記載の抗ウイルス性繊維材において、さらに、銀イオンを保持したゼオライト粒子が前記シリコン膜を介して保持されていることを特徴とする抗ウイルス性繊維材。
- [請求項4] 請求項 3 記載の抗ウイルス性繊維材において、ネコカリシウイルスに対して抗ウイルス性を示すことを特徴とする抗ウイルス性繊維材。
- [請求項5] 請求項 1～4 のいずれか 1 項に記載の抗ウイルス性繊維材において、前記繊維材がセルロース系繊維又は動物繊維の少なくともいずれか一方を含むことを特徴とする抗ウイルス性繊維材。
- [請求項6] 炭素数 12～15 のポリオキシエチレンアルキルエーテルを主成分とし、且つシロキサン骨格を有するシリコン粒子と、アルミニウムがドーブされた酸化亜鉛粒子とを分散させた水性分散液に繊維材を浸漬する工程と、
加熱処理により、前記シリコン粒子からシリコン膜を形成するとともに、前記シリコン膜を介して前記酸化亜鉛粒子を前記繊維材の表面に保持し、抗ウイルス性を示す抗ウイルス性繊維材を得る工程と、
を有することを特徴とする抗ウイルス性繊維材の製造方法。
- [請求項7] 請求項 6 記載の製造方法において、前記水性分散液として、銀イオンを保持したゼオライト粒子をさらに添加したものをを用い、前記シリ

コーン膜を介して前記ゼオライト粒子がさらに保持された抗ウイルス性繊維材を得ることを特徴とする抗ウイルス性繊維材の製造方法。

[請求項8] 請求項6又は7記載の製造方法において、前記加熱処理は、水蒸気を用いたスチームセットによって行うことを特徴とする抗ウイルス性繊維材の製造方法。

[請求項9] 請求項6～8のいずれか1項に記載の製造方法において、前記繊維材として、セルロース系繊維又は動物繊維の少なくともいずれか一方を含むものを用いることを特徴とする抗ウイルス性繊維材の製造方法。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2016/065001

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER D06M11/44(2006.01)i, D06M15/643(2006.01)i		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED		
Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) D06M11/44, D06M15/643		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2016 Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2016 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2016		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X Y	JP 5576584 B1 (KB Tsuzuki Kabushiki Kaisha), 20 August 2014 (20.08.2014), claims (Family: none)	1, 2, 5, 6, 8, 9 3, 4, 7
Y	JP 2011-246859 A (Suminoe Textile Co., Ltd.), 08 December 2011 (08.12.2011), paragraph [0017] (Family: none)	3, 4, 7
Y	JP 3179060 U (Shigadry With Earth Co., Ltd.), 11 October 2012 (11.10.2012), claims (Family: none)	1-9
☒ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☐ See patent family annex.		
* Special categories of cited documents: “A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance “E” earlier application or patent but published on or after the international filing date “L” document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) “O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means “P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed “T” later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention “X” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone “Y” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art “&” document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search 03 August 2016 (03.08.16)		Date of mailing of the international search report 16 August 2016 (16.08.16)
Name and mailing address of the ISA/ Japan Patent Office 3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915, Japan		Authorized officer Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2016/065001

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 2009-526828 A (Queen Mary & Westfield College), 23 July 2009 (23.07.2009), claims & US 2010/0040655 A1 claims & GB 603138 D & WO 2007/093808 A2 & EP 1991209 A & KR 10-2009-0003230 A & CN 101453995 A	1-9
Y	JP 2002-104823 A (Hakusui Tech Co., Ltd.), 10 April 2002 (10.04.2002), paragraph [0024] (Family: none)	1-9
Y	JP 07-017816 A (Mitsubishi Materials Corp.), 20 January 1995 (20.01.1995), paragraph [0027] (Family: none)	1-9
Y	JP 60-039486 A (Ciba-Geigy AG.), 01 March 1985 (01.03.1985), claims & US 4559056 A claims & GB 8319300 A & EP 135471 A2 & DE 3469928 D & AT 33049 E	1-9

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（I P C））

Int.Cl. D06M11/44(2006.01)i, D06M15/643(2006.01)i

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（I P C））

Int.Cl. D06M11/44, D06M15/643

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2016年
日本国実用新案登録公報	1996-2016年
日本国登録実用新案公報	1994-2016年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
X Y	JP 5576584 B1（K B ツヅキ株式会社）2014.08.20 [特許請求の範囲],（ファミリーなし）	1, 2, 5, 6, 8, 9 3, 4, 7
Y	JP 2011-246859 A（住江織物株式会社）2011.12.08 [0017],（ファミリーなし）	3, 4, 7
Y	JP 3179060 U（株式会社シガドライウィザーズ）2012.10.11 [実用新案登録請求の範囲],（ファミリーなし）	1-9

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日後に公表されたもの
「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

03.08.2016

国際調査報告の発送日

16.08.2016

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁（I S A/J P）

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官（権限のある職員）

小石 真弓

電話番号 03-3581-1101 内線 3474

4 S

9727

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
Y	JP 2009-526828 A (クイーン メアリー アンド ウェストフィールド カレッジ) 2009. 07. 23, [特許請求の範囲] & US 2010/0040655 A1, Claims & GB 603138 D & WO 2007/093808 A2 & EP 1991209 A & KR 10-2009-0003230 A & CN 101453995 A	1-9
Y	JP 2002-104823 A (ハクスイテック株式会社) 2002. 04. 10 [0 0 2 4], (ファミリーなし)	1-9
Y	JP 07-017816 A (三菱マテリアル株式会社) 1995. 01. 20 [0 0 2 7], (ファミリーなし)	1-9
Y	JP 60-039486 A (チバ - ガイギ アクチエンゲゼルシャフト) 1985. 03. 01, 特許請求の範囲 & US 4559056 A, Claims & GB 8319300 A & EP 135471 A2 & DE 3469928 D & AT 33049 E	1-9