

(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 특허공보(B1)

(51) Int. Cl.⁶
D06M 15/643

(45) 공고일자 1996년07월05일
(11) 공고번호 특 1996-0008849

(21) 출원번호	특 1988-0017160	(65) 공개번호	특 1990-0009873
(22) 출원일자	1988년 12월 22일	(43) 공개일자	1990년 07월 05일

(30) 우선권주장	62-326587 1987년 12월 23일 일본(JP)
(71) 출원인	신에쓰 가가꾸 고오교 가부시끼가이사 가부시끼가이사 일본국 도오꼬도 지요다꾸 오오떼마찌 2쵸메 6방 1고닛신 가가꾸 고오교 가부시끼가이사 가부시끼가이사 일본국 후꾸이肯 다께후시 기따후 2쵸메 17방 33고

(72) 발명자
오오하따 히로유끼
일본국 후라이肯 다께후시 기따후 2쵸메 17방 33고 낫신 가가꾸 고오교
가부시끼가이사
내
다나까 마사끼
일본국 군마肯 안나까시 이소베 2쵸메 13방 1고 신에쓰가가꾸 고오교
가부시끼가이사
실리콘 덴시자이료 기쥬쓰 켙黝쇼내
오오하시 히로시
일본국 군마肯 안나까시 이소베 2쵸메 13방 1고 신에쓰가가꾸 고오교
가부시끼가이사
실리콘 덴시자이료 기쥬쓰 켙黝쇼내
스에모또 기요지
일본국 후라이肯 다께후시 기따후 2쵸메 17방 33고 낫신 가가꾸 고오교
가부시끼가이사
내
이이다 히데까즈
일본국 후라이肯 다께후시 기따후 2쵸메 17방 33고 낫신 가가꾸 고오교
가부시끼가이사
내
사가 히로시
일본국 후라이肯 다께후시 기따후 2쵸메 17방 33고 낫신 가가꾸 고오교
가부시끼가이사
내
(74) 대리인
장수길

심사관 : 박화규 (책자공보 제4535호)

(54) 섬유용 처리제

요약

내용없음.

영세서

[발명의 명칭]

섬유용 처리제

[발명의 상세한 설명]

본 발명은 섬유용 처리제, 특히 섬유 제품에 내세탁성이 있는 유연하고 또한 반발 탄성이 풍부한 촉감을 제공할 수 있는 섬유용 처리제에 관한 것이다.

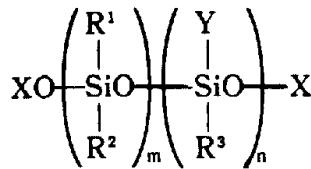
섬유용 유연 처리제로서 액상 오르가노폴리실록산이, 또한, 섬유용 반발 탄성 가공제로서 가교성 오르가노폴리실록산이 사용되고 있다. 그렇지만, 이들은 본래 기대되는 바람직한 반발 탄성 레벨에 대해서는 효과가 불충분하고, 처리제에 의해 생성되는 피막이 더욱 유연하고, 더구나 탄성이 풍부한 것이 요망되고 있다.

강한 탄성 피막을 얻은 수단으로서, 일본국 특허 공고(소) 제51-12,231호 공보에는 비닐기 함유 유화 종합 실록산에 스티렌을 중심으로 하는 유기 단량체를 수중에서 공종합시켜서 피막 형성성 공종합 폴리머 분산액을 얻는 방법이 기재되어 있지만, 이것은 생성되는 피막이 굳기 때문에 섬유 제품에 사용하기에는 적합한 것이 아니었다. 또한, 일본국 특허 공개(소) 제58-126,378호 공보에는 비닐기 함유 폴리실록산, Si-H기 함유 폴리실록산 및 비닐 단량체의 종합물로 이루어진 섬유 처리제가 기재되어 있으나, 여기에서 얻어지는 것은 굳은 촉감을 나타내는 것이고, 바람직한 유연한 촉감을 나타내는 것은 없었다. 즉, 유연성과 반발탄성 2가지 특성을 모두 부여할 수 있는 섬유용 처리제가

요망되는 것이었다.

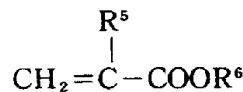
본 발명은 이와 같은 단점을 해결하여 섬유 제품에 유연성과 반발 탄성 모두를 부여하는 것이 가능한 섬유 처리제에 관한 것이며, 이것은

(1)[일반식 1]



[식중, R^1 , R^2 , R^3 은 각각 탄소수 1-20의 1가 탄화수소기 및 1가 할로겐화 탄화수소기중에서 선택되는 1종 또는 2종 이상의 기이고, Y는 라이칼 반응성기 및 SH기를 함유하는 유기기중에서 선택되는 1종 또는 2종 이상의 기이고, X는 수소원자, 1가 저급 알킬기 및 식 $R^1R^2R^4Si$ 로 표시되는 기(R^1 , R^2 는 상기 정의한 바와 같고, R^4 는 R^1 또는 Y와 동일한 기임)중에서 선택되는 동종 또는 이종의 기이고, m은 10,000 이하의 양의 정수이고, n은 1 이상의 정수임]로 표시되는 오르가노폴리실록산 5-95중량부의 수중유형 애멀젼과,

(2) (가)[일반식 2]



(식중, R^5 는 수소 원자 또는 메틸기이고, R^6 은 탄소수 1-18의 알킬기 또는 알콕시 치환 알킬기임)로 표시되는 아크릴 및 메타크릴계 단량체중에서 선택되는 1종 또는 2종 이상의 단량체 70-100중량%

(나) 에틸렌성 불포화아미드, 에틸렌성 불포화 아미드의 알킬률 또는 알콕시알킬 치환 화합물, 옥시란기 함유 에틸렌성 불포화 단량체, 하드록실기 함유 에틸렌성 불포화 단량체, 카르복실기 함유 에틸렌성 불포화 단량체, 다가 알코올과 아크릴산 또는 메타크릴산과의 완전 에스테르, 이염기산의 디알릴에스테르, 알릴아크릴레이트, 알킬메타크릴레이트 및 디비닐벤젠의 군중에서 선택되는 1종 또는 2종 이상의 다관능성 단량체 20-10중량%

(다) 상기 (가) 및 (나) 이외의 에틸렌성 불포화 단량체 0-20중량%

로 이루어지는 혼합 단량체((가)-(다)의 합계 100중량% 95-5중량%

로 이루어지는 혼합물을 라디칼 중합 개시제의 존재하에 유화 중합시켜서 되는 공중합 애멀젼을 주체로 하는 것이다.

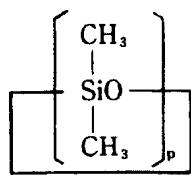
즉, 본 발명자들은 섬유 제품에 유연성과 반발 탄성 모두를 부여하는 것이 가능한 섬유용 처리제에 대해서 여러가지로 검토한 결과, 상기 일반식으로 표시되는 라디칼 반응성기 및 SH기를 함유하는 유기기중에서 선택되는 기를 갖는 오르가노폴리실록산의 애멀젼과 아크릴계 및(또는) 메타크릴계를 주제로 하는 혼합단량체와의 혼합물을 유화 중합시켜 얻은 공중합 애멀젼을 주제로 하는 처리제로 섬유 제품을 처리하면, 이 섬유 제품에 유연성과 반발 탄성을 부여할 수 있고, 더구나 이 효과가 내세탁성을 나타내는 내구성이 것임을 발견하고, 상기 오르가노폴리실록산 및 혼합 단량체의 조성등에 대하여 연구를 더욱 진척시켜 본 발명을 완성시켰다.

본 발명의 섬유용 처리제에 사용되는 (1)성분의 오르가노폴리실록산은 일반식(I)

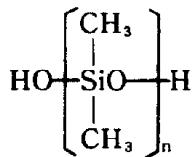


로 표시되고, R^1 , R^2 , R^3 은 메틸기, 에틸기, 프로필기, 부틸기 등의 알킬기, 페닐기, 툴릴기, 크실릴기, 나프틸기 등의 아릴기로 예시되는 탄소수 1-20의 1가 탄화수소기 또는 이들 기의 탄소 원자에 결합한 수소원자의 일부 또는 전부가 할로겐 원자로 치환된 기중에서 선택되는 기이고, X는 $R^1R^2R^4Si$ 로 표시되는 트리오르가노실릴기(R^1 , R^2 는 상기 정의한 바와 같고, R^4 는 R^1 또는 Y와 동일한 기임), 수소 원자, 메틸기, 에틸기, 프로필기, 부틸기 등의 탄소수 1-5의 저급 알킬기중에서 선택되며, Y는 비닐기, 아릴기, γ -아크릴옥시프로필기, γ -메타크릴옥시프로필기, γ -메르캅토프로필기로 예시되는 라디칼 반응성기 및 SH기 함유 유기기중에서 선택된다. 또한, m은 10,000 이하의 양의 정수이고, n은 1 이상의 정수이지만, 더욱 적합하기로는 500m8,000, 1n500의 범위에 있는 것이 좋다.

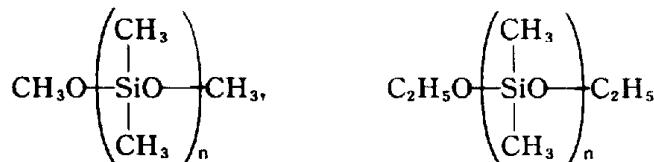
일반식(Ⅰ)로 표시되는 오르가노폴리실록산의 원료로서는 식



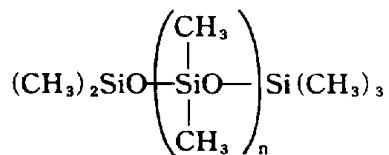
(식중, $p=3,4,5,6$)으로 표시되는 고리상 오르가노폴리실록산, 식



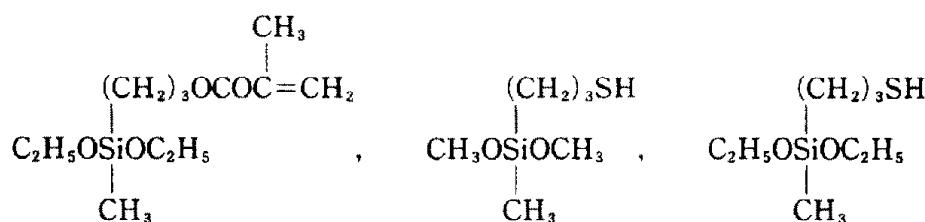
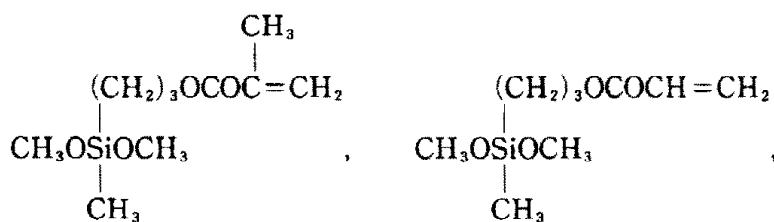
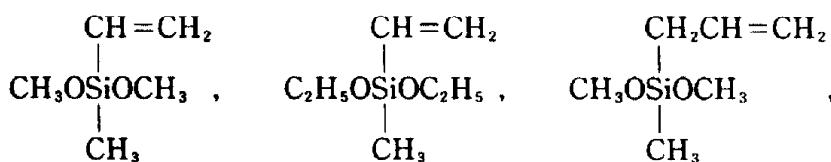
(식중, n 은 양의 정수)로 표시되는 분자쇄 양 말단이 하이드록시기로 봉쇄된 액상 디메틸폴리실록산, 식



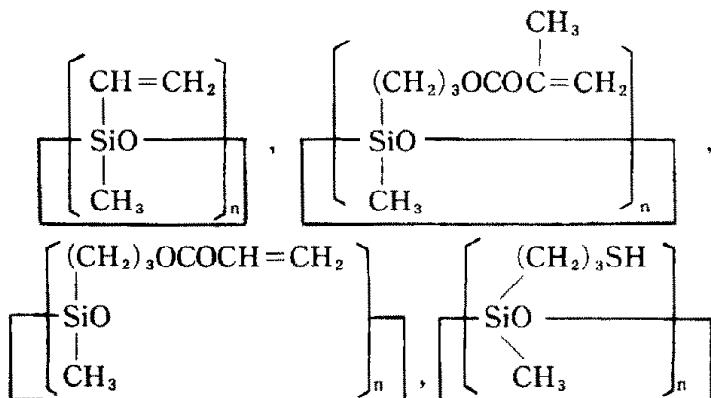
(식중, n 은 양의 정수임)로 예시되는 분자쇄 양 말단이 알콕시기로 액상 디메틸폴리실록산 및 식



(식중, $n=0$ 또는 양의 정수)로 표시되는 분자쇄 양 말단이 트리메틸실릴기로 봉쇄된 디메틸폴리실록산등이, 또한, 라디칼 반응성기 및 SH기를 도입하기 위한 원료로서는



등의 실란류 및 이들의 가수분해 생성물로서



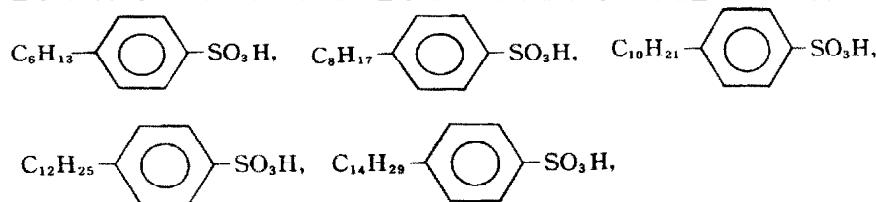
(식중, $n=3,4,5,6$)이 예시된다.

또한, 본 발명의 목적을 방해하지 않는 정도의 소량이면, 3관능성인 트리알콕시실란 및 그 가수분해 생성물도 사용 가능하다.

일반식(I)로 표시되는 오르가노폴리실록산의 에멀젼 제조에 대해서는 공지의 방법에 따르면 좋으며, 그 한 방법은 원료로서, 예를 들면 상기 옥타메틸시클로테트라실록산과 같은 고리상 저분자 실록산과 라디칼 반응성기 또는 SH기를 함유하는 디알콜시실란 화합물 및(또는) 그 가수분해물을 사용하고, 강 알칼리성 촉매 뜯느 강산성 촉매 존재하에 중합해서 고분자량의 오르가노폴리실록산을 얻고, 이어서 적당한 유화제의 존재하에 수중에 유화 분산시킴에 의한 것이다. 또한, 다른 한 방법은 원료로서, 예를 들면 상기 저분자 오르가노폴리실록산과 라디칼 반응성기 또는 SH기를 함유하는 디알콕시실란 및(또는) 그 가수분해물을 사용하고, 술폰산계 계면활성제 및(또는) 황산 에스테르계 계면활성제의 존재하에 수중에서 유화 중합시킴에 의한 것이다. 또한, 이 유화 중합시키는 경우, 동일한 원료를 사용하고, 알킬트리케틸암모늄클로라이드 또는 알킬벤질암모늄클로라이드와 같은 양이온 계면활성제에 의해 수중에 유화 분산시킨 후, 적량의 수산화칼륨, 수산화나트륨 등의 강 알칼리성 물질을 첨가해서 중합시킬 수도 있다.

상기한 오르가노폴리실록산의 에멀젼 제조 방법중, 미리 고분자량의 오르가노폴리실록산을 얻는 경우의 강 알칼리성 중합 촉매로서는 수산화칼륨, 수산화나트륨, 수산화세슘, 테트라메틸암모늄 히드록시드, 테트라부틸포스포늄 히드록시드 등이, 또한, 강산성 중합 촉매로서는 황산, 트리플루오로메탄술폰산 등이 예시되며, 이들 모두 중합 종료 후에 중화시켜 촉매 활성을 없애면 그 후의 사용에 제공할 수 있다. 얻어진 고분자량의 오르가노폴리실록산을 유화시키기 위한 계면활성제로서는 비이온계의 각종 폴리옥시에틸렌알킬에테르, 폴리옥시에틸렌알킬페닐에테르, 폴리옥시에틸렌알킬에스테르, 소르비탄 지방산 에스테르, 폴리옥시에틸렌소르비탄 지방산 에스테르, 사카로오스 지방산 에스테르 등이, 음이온계의 라우릴황산 나트륨, 폴리옥시에틸렌도데실 황산나트륨 등이, 양이온계의 알킬트리메틸암모늄 클로라이드, 알킬벤질암모늄 클로라이드, 디알킬디메틸암모늄 클로라이드 등이 예시된다.

또한, 유화 중합법에 의하여 오르가노폴리실록산의 에멀젼을 제조하는 경우, 상기한 술폰산계 계면활성제 및 황산 에스테르계 계면활성제는 유화제와 중합촉매를 겸하는 것으로서, 이들에는

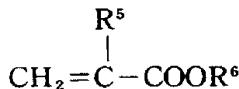


황산나트륨, 폴리옥시에틸렌 도데실페닐 황산 나트륨 등이 예시된다. 이들중, 황산 에스테르 염류는 유화 종료 후에 양이온 교환 수지와 접촉시킴으로써 대응하는 산으로 변하여, 중합 촉매로서 가능하게 된다. 유화 중합 종료 후에는 산형으로 되어 있는 계면활성제를 중화시켜 촉매 활성을 소실시키면 좋다.

또한, 양이온계 유화제로서는 상기와 같은 제4급 암모늄염계를 주로 사용하고, 유화 중합 후에는 염기형으로 되어 있는 계면활성제를 중화시켜 촉매 활성을 소실시키면 좋다.

일반식(I)로 표시되는 오르가노폴리실록산은 그 분자량이 작으면 목적하는 섬유의 탄성 및 유연성의 촉감 부여 효과가 부족하므로 될 수 있는대로 분자량이 큰 쪽이 바람직하다. 이를 위해 미리 중합시켜 얻은 오르가노폴리실록산을 유화 분산시키는 경우, 이 오르가노폴리실록산을 고분자량의 것으로 해 둘 필요가 있으며, 유화 중합체에 의한 경우에는 중합 후에 행하는 숙성시킬 때의 온돌르 낮게 하면 오르가노폴리실록산의 분자량이 커지므로 숙성 온도를 적합하기로는 30°C이하, 더욱 적합하기로는 15°C 이하로 하는 것이 좋다.

다음으로, (2) 성분에 대해서 설명하면, 이것은 상기 (1) 성분의 오르가노폴리실록산에 그라프트 공중합시키기 위한 중합성 단량체 혼합물로서, 하기 (가)-(다)의 3성분으로 이루어지는 것이다.



(식중, R^5 는 수소 원자 또는 메틸기이고, R^6 은 탄소수 1-18의 알킬기 또는 알콕시 치환 알킬기임)로 표시되는 (메타)아크릴단량체[여기에서, (메타)아크릴이라는 표현은 아크릴 및 메타크릴 양자를 통합해서 나타내는 것으로서, 이하 동일함]이고, 메틸(메타)아크릴레이트, 에틸(메타)아크릴레이트, 프로필(메타)아크릴레이트, 부틸(메타)아크릴레이트, 이소부틸(메타)아크릴레이트, 펜틸(메타)아크릴레이트, 헥실(메타)아크릴레이트, 옥틸(메타)아크릴레이트, 2-에틸헥실(메타)아크릴레이트, 라우릴(메타)아크릴레이트, 스테아릴(메타)아크릴레이트 등의 알킬(메타)아크릴레이트, 및 메톡시에틸(메타)아크릴레이트, 부톡시에틸(메타)아크릴레이트 등의 알콕시알킬(메타)아크릴레이트가 예시되며, 이들의 1종 또는 2종 이상을 조합해서 사용된다. 이들 성분중이 (2)성분중 70% 미만에서는 아클릴의 특성, 특히 기계적 강도, 내오존성, 섬유와의 접착성등의 성능 부여가 불충분하다.

(나) 성분은 다관능성 단량체로서, 에틸렌성 불포화 아미드, 에틸렌성 불포화 아미드의 알킬률 또는 알콕시알킬 화합물로서 (메타)아크릴아미드, 다이아세톤(메타)아크릴아미드, N-메틸(메타)아크릴아미드, N-부톡시메틸(메타)아크릴아미드, N-메톡시메틸(메타)아크릴아미드 등, 옥시란기 함유 불포화 단량체로서 글리시딜(메타)아크릴아미드, 글리시딜아릴에테르 등, 히드록실기 함유 불포화 단량체로서 2-히드록시에틸(메타)아크릴레이트, 2-히드록시프로필(메타)아크릴레이트 등, 카르복실기 함유 에틸렌성 불포화 단량체로서 (메타)아크릴산, 무수 말레인산, 크로톤산, 이타콘산 등, 다가 알코올과 (메타)아크릴산과의 완전 에스테르로서 에틸렌글리콜디(메타)아크릴레이트, 디에틸렌글리콜디(메타)아크릴레이트, 트리메틸콜프로판트리(메타)아크릴레이트 등, 및 알릴(메타)아크릴레이트, 디비닐 벤젠이 예시된다.

이들 다관능성 단량체는 섬유에 대한 접착성, 처리제의 내구성, 특히 내세탁성, 내드라이크리닝성을 부여할 목적으로 사용되는 것이고, 사용량을 증가시키면 내구성, 섬유에 대한 접착성 등은 향상되지만, 반대로 가공품의 촉감은 손상된다. 따라서 다관능성 단량체의 사용량은 (2) 성분중 0-20%, 적합하기로는 2-7%이고, 10%를 초과하면 촉감은 현저히 손상된다.

(다) 성분은 그 외의 에틸렌성 불포화 단량체로서, 필요에 따라 (2) 성분중 0-20%의 범위로 사용되는 것이며, 상기 (가), (나) 성분만으로는 발현되지 않는 촉감, 내구성, 또는 섬유에 대한 접착성이 부여되지만, 20%를 초과하면 아크릴의 특성이 손상된다. 이들 단량체로서는 스티렌, α -메틸스티렌, 아크릴로니트릴, 염화비닐, 염화비닐리덴, 아세트산비닐, 프로피온산비닐, 바사틱산비닐 등이 예시된다.

섬유에 유연한 촉감을 부여하는데에는 이 (2)성분의 폴리머화물을 부드럽게 하면 좋고, 이를 위해서는 이 폴리머화물의 유리 전이점을 0°C 이하, 적합하기로는 -10°C 이하로 하는 것이 바람직하다. 따라서, 상기 (가)-(다) 성분인 단량체의 선택에 있어서 이 유리 전이점을 고려하는 것이 적합하다. 또한, 하기 실시예에 있어서의 (2)성분의 혼합 단량체의 폴리머화물의 유리 전이점은 1980년 발행의 Ann. Rev. Phys. Chem. 제31권 제491페이지에 기재된 D. Frenkel 등의 방법에 따라 계산으로 구해지는 수치를 표시하는 것이다.

(1)성분과 (2)성분의 비율에 대해서는 (1)성분이 5중량부 미만으로는 아크릴계 폴리머의 결점인 접착성이 생겨 유연성이 부족하게 되고, 또한, 95중량부를 초과하면 피막의 강인함, 섬유와의 접착성, 또는 내구성 등이 손상되어 실용적이지 못하다.

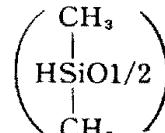
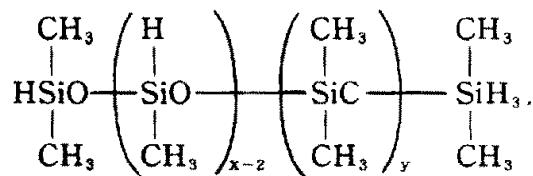
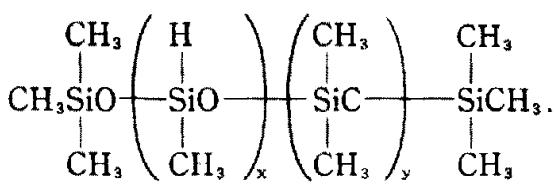
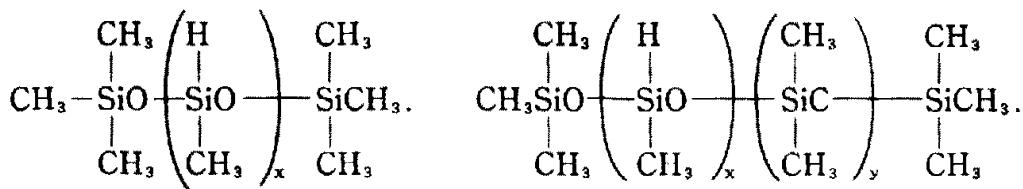
(1)성분과 (2)성분의 유화 공중합은 통상의 라디칼 개시제를 사용하고, 공지의 유화 중합법에 따라 행하면 좋다.

여기 사용되는 라디칼 개시제로서는 과황산칼륨, 과황산암모늄 등의 과황산염, 과산화수소, t-부틸 하이드로퍼옥시드, 아조비스아미디노프로판의 HCl염 등의 수용성 유형, 벤조일퍼옥시드, 큐멘하이드로퍼옥시드, 디부틸퍼옥시드, 디이소프로필퍼옥시카보네이트, 쿠밀퍼옥시네오데카노에이트, 쿠밀퍼옥시옥토에이트, 아조비스 이소부틸로니트릴 등의 유용성 유형이 열거된다. 필요에 따라, 산성 아황산나트륨, 론갈릿트, L-아스코르бин산, 당류, 아민류 등의 환원제를 병용한 레독스계도 사용할 수 있다.

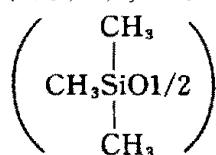
유화제로서는 (1)성분의 유화물중에 유화제가 함유되어 있으므로 반드시 새로이 사용하지 않아도 되지만, 중합 중의 응고 발생 방지나 에멀젼의 안정성 향상을 위해 필요량의 유화제를 첨가해도 좋다. 여기에 사용되는 유화제로서는, 예를 들면 알킬 또는 알킬아릴 황산염 또는 솔폰산염, 알킬아릴 숙신산염 등의 음이온성 유화제, 알킬트리메틸암모늄 클로라이드, 알킬벤질암모늄 클로라이드 등의 양이온성 유화제, 폴리옥시에틸렌알킬페닐에테르, 폴리옥시에틸렌 알킬에테르, 폴리옥시에틸렌 카르본산 에스테르 등의 비이온성 유화제 등이 매우 적합하다.

다음으로, 주제에 대해서 배합되는 가교제 및 가교 반응용 촉매에 대해서 설명한다.

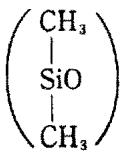
가교제 성분으로서는 1분자중에 적어도 3개의 규소 원자에 결합된 수소 원자를 갖는 오르가노폴리실록산이 사용가능하고, 이에는



(식중, x , y 는 양의 정수이되, 단 $x \geq 3$ 임) 등이 예시되고, 또한,



단위 및 (SiO_2) 단위의 공중합 실록산도 사용가능하며, 이것은 소량의



단위 또는 $\left(\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ | \\ \text{SiO} \\ | \\ \text{CH}_3 \end{array} \right)$ 단위를 포함하고 있어도 좋고, 트리오르가노실록산 단위와 SiO 단위의 몰비는 0.5-2.0의 범위에서 설정하면 좋다.



가교 반응용 촉매로서는 디부틸주석 및 디옥틸주석의 아세트산염, 옥틸산염, 라우린산염 등의 유기산염, 아연의 옥틸산염, 라우린산염 등의 유기산염, 티탄산 에스테르 등이 예시된다.

가교제는 상기 (1)성분 및 (2)성분의 공중합물의 합계량 100중량부에 대해서 0-50중량부를 가교 반응용 촉매도 동일하게 0-50중량부 사용하면 좋으나, 가교제 성분, 가교 반응용 촉매 모두 상기한 바와 같은 유화제를 사용해서 수중에 유화 분산시킴으로써 에멀젼으로 배합할 수 있다.

이 가교제 성분은 (1)성분인 오르가노폴리실록산의 규소 원자에 결합된 히드록시 또는 알콕시기에 반응함으로써 가교한 피막을 섬유 제품상에 형성하여, 처리제의 반발 탄성 효과와 세탁에 대한 내구성을 더욱 높이는 것이다.

본 발명의 섬유용 처리제로 섬유 제품을 처리하면, 처리제의 우수한 피막 형성성에 의하여 섬유 제품에 세탁에 대한 내구성이 높은 유연하고 또한 반발 탄성이 큰 촉감을 부여할 수 있고, 또한, 쿠션, 방석천 등에 사용할 경우에는 양호한 피막 형성성에 의해 내부에 채워진 면상 물질 또는 깃털 등이 천의 결을 통해서 외부로 빠져나오는 현상을 방지하는 소위 다운프로프 효과가 나타나고, 양복 바지천, 스웨타류 등을 처리하면 피막 형성에 의해 통기성 콘트롤에 의한 방출 가공도 가능하다. 또는, 가교제 및 가교 반응용 촉매를 배합함으로써, 더 한층 반발 특성의 향상과 내세탁성의 향상이 가능하다는 것도 알았다.

[실시예]

다음에, 본 발명을 실시예에 의해 구체적으로 설명한다. 또한, 예증의 부는 모두 중량부를 나타낸다.

[실시예 1, 비교예 1]

(오르가노폴리실록산 에멀젼의 조제)

옥타메틸시클로테트라실록산 1500g, 메타크릴옥시프로필메틸실록산 3.8g 및 순수한 물 1500g를 혼합하고, 여기에 라우릴황산나트륨 15g, 도데실벤젠술폰산 10g를 첨가하고 나서 호모믹서로 교반하여 유화한 후, 압력 3,000psi의 호모디나이저에 2회 통과시켜 안정된 에멀젼을 만들었다. 이어서, 이것을 플라스크에 넣고, 70°C에서 12시간 동안 가열한 후, 25°C까지 냉각시켜 24시간 동안 숙성시킨 후, 탄산나트륨을 사용하여 이 에멀젼의 pH를 7를 조절하여 4시간 동안 N_2 를 취입하고 나서 수증기 증류하여 휘발성의 실록산을 유거하고, 이어서 순수한 물을 가해서 불휘발분을 45%로 조절한 결과, 메타크릴기를 0.1몰% 함유하는 폴리실록산의 에멀젼이 얻어졌다(이하, 이것을 E-10이라 약기함). 또한, 표 1에 나타낸 바와 같이 실록산의 종류, 양 및 숙성 조건을 변화시킨 것 외는 E-1과 동일한 방법으로 폴리실록산 에멀젼 E-2E-6을 얻었다.

[표 1]

폴리실록산 에멀젼 NO.		E-2	E-3	E-4	E-5	E-6
실록산	옥타메틸시클로테트라실록산	1500g	1500g	1500g	1500g	1500g
	메타크릴옥시프로필메틸실록산	19g				
	아크릴옥시프로필메틸실록산			3.5g	35g	
	비닐메틸실록산					17.2g
	베르캅토프로필메틸실록산		96.4g			
숙성조건		15°C × 3일	25°C × 24시간	10°C × 3일	10°C × 3일	10°C × 3일

공중합 에멀젼

교반기, 콘덴서, 온도계 및 N 가스 도입구를 구비한 2ℓ의 삼구 플라스크에, 상기에서 얻은 에멀젼 E-1 333g(실록산분 150g)과 순수한 물 517g를 삽입하여, N 가스 기류하에 용기내를 30°C로 조절한 후, t-부틸히드로퍼옥사이드 1.0g, ℓ-아스코르빈산 0.5g, 활산제 1㎖ 7수화물 0.002g을 가하고, 이어서 용기내 온도를 30°C로 유지하면서 부틸아크릴레이트 328.6g, 아크릴산 10.5g 및 메타크릴산 5.3g의 혼합물을 및 N-메틸톨아크릴아미드의 10% 수용액 56g를 3시간에 걸쳐서 적하하고, 적하 종료 후 다시 1시간 동안 교반을 계속해서 반응을 완결시켰다. 얻어진 공중합 에멀젼(이하, 이것을 p-10이라 약기함)은 고형분 농도 39.8%, 아크릴계 단량체 등의 폴리머화물의 유리 전이점 계산치는 -46°C였다. 동일하게 하여 표 2에 나타낸 폴리실록산 에멀젼 및 아크릴계 단량체 등의 종류, 양으로 공중합하여, 고형분 농도 39-40%의 공중합 에멀젼 p-2-p-7을 얻었다.

[표 2]

(단위 : 그램)

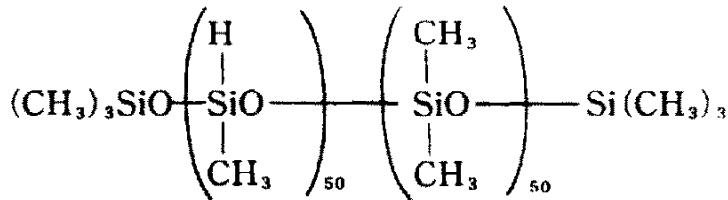
공중합 에멀젼 NO.		P-2	P-3	P-4	P-5	P-6	P-7
폴리실록산 에멀젼	E-1						556(250)
	E-2	556(250)					
	E-3		333(150)				
	E-4			333(150)			
	E-5				333(150)		
	E-6					333(150)	
아크릴계 단량체 체 등	아크릴산에틸		328.6				250
	아크릴산부틸	234.7		164.3	312.2	213.6	
	아크릴산 2-에틸헥실			164.3			
	아크릴산 메톡시에틸					98.6	
	아크릴산	7.5	10.5	10.5	15.8	15.8	
	메타크릴산	3.8	5.3	5.3			
	N-메틸톨아크릴아미드	4.0	2.1			5.6	
	N-부톡시메틸아크릴아미드			5.6			
	글리시딜메타크릴레이트				5.6		
	2-하이드록시에틸 메타크릴레이트		3.5				
스티렌					16.4		
	아크릴로나트릴					16.4	
	소 계	250	350	350	350	350	250
	폴리머화물의 유리 전이점계산치(°C)	-46	-16	-55	-42	-41	-22

()의 숫자는 폴리실록산분을 나타냄.

섬유처리

공중합 에멀젼 P-1-P-7에 대해서 표 3에 나타낸 바와 같은 처리액을 조제하고, 면 니트천(면 100%)를 처리하여 촉감을 평가하였다. 처리는 천을 처리액에 침지한 후, 여분의 스퀴즈 로울러(squeeze roller)로 제거하고, 100°C/3분 예비 건조하고, 다시 150°C/2분 가열 큐어함으로써 행하였다. 촉감은 손의 촉감으로 평가를 행하여 그 결과를 표 3에 (양호)◎-○-△-×(불량)으로 표시하였다.

또한, 여기에서 표 3중의 가교제 A는 식



으로 표시되는 점도 150cs의 메틸하이드로젤플리실록산 30부를 폴리옥시에틸렌알킬페닐에테르 5부를 사용해서 물65부중에 유화 분산시킨 에멀젼이고, 촉매 A는 디부닐주석 디라우레이트 30부를 폴리옥시에틸렌알킬페닐에테르 3부를 사용해서 물 67부중에 유화 분산시킨 에멀젼이다.

또한, 비교예 1로서 본 발명의 처리제를 사용하지 않고 단지 물을 통과시킨 천에 대한 결과를 표 3에 병기하였다.

[표 3]

(단위 : 부)

실험 No		1-1	1-2	1-3	1-4	1-5	1-6	1-7	(비교예 1) 1-8
처	공중합 에멀젼 P-1	5							물
액	공중합 에멀젼 P-2		5						물
체	공중합 에멀젼 P-3			5					통
리	공중합 에멀젼 P-4				5				과
액	공중합 에멀젼 P-5					5			시
체	공중합 에멀젼 P-6						5		진
합	공중합 에멀젼 P-7							5	천
가	가교제 A	1		1		1	1		
교	촉매 A	0.5		0.5		0.5	0.5		
제	물	93.5	95	95	93.5	95	93.5	93.5	
결	촉감	◎	◎	○	◎	○	○	○	×
과	유연성	◎	○	○	◎	◎	◎	◎	×
	반발성								

[실시예 2, 비교예 2]

실시예 1에서 얻은 공중합 에멀젼 P-1, P-4, 가교제 A 및 촉매 A를 사용하고, 면 100%의 브로드 포(210개/인치²)에 대해서 표 4의 처리방법으로 실시예 1과 동일한 처리를 행하고, 촉감을 손의 촉감으로 평가하고, 또한, 통기도 시험기를 사용해서 천의 통기도를 측정하였다. 이를 결과를 표 4에 병기하였다. 또한, 비교예 2로서 비교예 1과 같이 물을 통과시킨 천에 대한 결과를 병기하였다.

[표 4]

(단위 : 부)

실험 No.		비교 예 2				
		2-1	2-2	2-3	2-4	2-5
처리액 배합	공중합 에멀젼 p-1	20	—	20	—	물을
	공중합 에멀젼 p-4	—	20	—	20	통과
	가교제 A(전술함)	—	—	5	5	시킨
	촉매 A(전술함)	—	—	1	1	천
	물	80	80	74	74	
결과	처리직후	반발감	○	○	◎	◎
		통기도 *1)	2.5	2.6	2.2	2.1
	세탁 3회	반발감	○	○	◎	◎
	*2)	통기도 *1)	9	8.8	7.5	7.0
						11

*1) 통기도 : $\text{cc}/\text{cm}^2 \cdot \text{sec}$

*2) 세탁 : JIS L -0217 103법에 의한다.

[실시예 3]

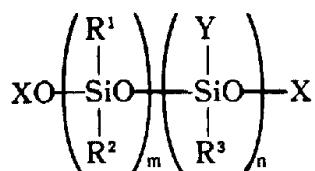
실시예 1의 실험 N0.1-4의 처리액을 사용하여, 나일론, 테트론, 테트론/면 혼방, 아크릴, 폴리프로필렌 등의 합성 섬유, 및 마, 명주, 올 등의 천연 섬율을 실시예 1과 동일한 방법으로 처리한 결과 턱(tuck)이 적어서 유연하고, 매끈한 미감이 있는 촉감이 얻어졌다.

실시예에서는 명백한 바와 같이, 본 발명의 처리제로 처리한 천은 유연성과 반발성 양자를 구비하고, 세탁전후에 있어서도 통기도 낮고, 눈에 띠는 효과 및 방풍 효과가 우수하고, 또한 촉감도 반발감을 갖는 바람직한 것이었다.

(57) 청구의 범위

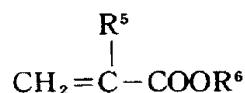
청구항 1

[일반식 1]



[식중, R^1 , R^2 , R^3 은 각각 탄소수 1-20의 1가 탄화수소기 및 1가 할로겐화 탄화수소기종에서 선택되는 1종 또는 2종 이상의 기이고, Y는 라이칼 반응성기 및 SH기를 함유하는 유기기종에서 선택되는 1종 또는 2종 이상의 기이고, X는 수소원자, 1가 저급 알킬기 및 식 $\text{R}^1\text{R}^2\text{R}^4\text{Si}$ 로 표시되는 기(R^1 , R^2 는 상기 정의한 바와 같고, R^4 는 R^1 또는 Y와 동일한 기임)중에서 선택되는 동종 또는 이종의 기이고, m은 10,000 이하의 양의 정수이고, n은 1 이상의 정수임]로 표시되는 오르가노폴리실록산 5-95중량부의 수중유형 에멀젼과,

(2) (가) 일반식 (11)



(식중, R^5 는 수소 원자 또는 메틸기이고, R^6 은 탄소수 1-18의 알킬기 또는 알콕시 치환 알킬기임로 표시되는 아크릴 및 메타크릴계 단량체종에서 선택되는 1종 또는 2종 이상의 단량체 70-100중량%

(나) 에틸렌성 불포화아미드, 에틸렌성 불포화 아미드의 알킬률 또는 알콕시알킬 치환 화합물, 옥시란기 함유 에틸렌성 불포화 단량체, 히드록실기 함유 에틸렌성 불포화 단량체, 카르복실기 함유 에틸렌성 불포화 단량체, 다가 알코올과 아클릴산 또는 메타크릴산과의 완전 에스테르, 이염기산의 디알릴에스테르, 알릴아크릴레이트, 알킬메타크릴레이트 및 디비닐벤젠의 군중에서 선택되는 1종 또는

2종 이상의 다관능성 단량체
0-10종량%

(다) 상기 (가) 및 (나) 이외의 1종 또는 2종 이상의

에틸렌성 불포화 단량체

0-20종량%

로 이루어지는 혼합 단량체[(가)-(다)의 합계 100종량%] 95-5종량%

로 이루어지는 혼합물을 라디칼 중합 개시제의 존재하에 유화 중합시켜서 되는 공중합 에멀젼을 주제로 하는 섬유용 처리제.

청구항 2

제1항에 있어서, 주제에 대하여 가교제로서 1분자중에 적어도 3개의 규소 원자에 결합된 수소 원자를 함유하는 액상 오르가노폴리실록산 및 가교 반응용 촉매를 배합해서 되는 섬유용 처리제.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서, (2) 성분인 혼합 단량체의 폴리머화물의 유리 전이점이 0°C이하인 섬유용 처리제.