(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2011년07월20일
(11) 등록번호 10-1050963
(24) 등록일자 2011년07월14일

(51) Int. Cl.
D06M 15/576 (2006.01) *D06M 13/188* (2006.01)
D06M 13/256 (2006.01) *D06M 13/262* (2006.01)
(21) 출원번호 10-2005-7001578
(22) 출원일자(국제출원일자) 2003년07월29일
심사청구일자 2008년07월28일
(85) 번역문제출일자 2005년01월28일
(65) 공개번호 10-2005-0031461
(43) 공개일자 2005년04월06일
(86) 국제출원번호 PCT/US2003/023816
(87) 국제공개번호 WO 2004/011713
국제공개일자 2004년02월05일
(30) 우선권주장
10/207,630 2002년07월29일 미국(US)
(56) 선행기술조사문헌
US05728669 A1*
US05861365 A1*
*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
이 아이 듀폰 디 네모아 앤드 캄파니
미합중국 데라웨아주 (우편번호 19898) 윌밍톤시 마아켓트 스트리이트 1007
(72) 발명자
마터니악,조이스,몬슨
미국 19707 델라웨어주 호케신 첼텐햄 로드 117
머피,피터,마이클
미국 37363 테네시주 울트웨이 브랜스톤 로드 5024
(74) 대리인
장수길, 김영

전체 청구항 수 : 총 5 항 심사관 : 한성호

(54) 오염 방지성을 위해 처리된 카펫

(57) 요 약

하나 이상의 우레아, 우레탄 또는 에스테르 결합을 갖는 폴리플루오로 유기 화합물, 및 1종 이상의 음이온성 계면활성제의 분산액을 포함하며, 여기서 폴리플루오로 유기 화합물 대 계면활성제의 비율이 약 0.075:1.0 내지 약 5:1인 오염 방지제로 처리된 카펫이 개시되어 있다.

특허청구의 범위

청구항 1

a) (1) 3개 이상의 이소시아네이트기를 함유하는 하나 이상의 유기 폴리이소시아네이트, (2) 분자 당 (a) 하나 이상의 제레비티노프(Zerewitinoff) 수소 원자를 갖는 단일 작용기 및 (b) 각각 2개 이상의 불소 원자를 함유한 2개 이상의 탄소 원자를 함유하는 하나 이상의 플루오로화학 화합물, 및 (3) 상기 폴리이소시아네이트 내의 이소시아네이트기의 5% 내지 60%와 반응하기에 충분한 양의 물의 반응 생성물인 폴리플루오로 유기 화합물 및 b) 1종 이상의 음이온성 비-플루오르화 계면활성제의 물 중 분산액을 포함하며, 여기서 상기 폴리플루오로 유기 화합물 대 계면활성제의 중량 비율이 0.075:1.0 내지 5:1인 오염 방지제로 처리되고,

오염 방지제가 피처리된 기재에 오염 방지성을 제공하는 카펫.

청구항 2

삭제

청구항 3

제1항에 있어서, 음이온성 계면활성제가 술포네이트, 디술포네이트, 술페이트, 포스페이트 및 카르복실레이트로 구성된 군에서 선택되는 관능기를 갖는 것인 카펫.

청구항 4

제3항에 있어서, 음이온성 계면활성제가 알파 올레핀 술포네이트, 알파 술포네이트화 카르복실산의 염, 알파 술포네이트화 카르복실산 에스테르의 염, 1-옥탄 술포네이트의 염, 알킬 아릴 술페이트, 도데실 디페닐옥사이드 디술포네이트의 염, 데실 디페닐옥사이드 디술포네이트의 염, 부틸 나프탈렌 술포네이트의 염, C_{16}-C_{18} 포스페이트의 염, 축합 나프탈렌 포름알데히드 술포네이트의 염, 도데실 벤젠 술포네이트의 염, 알킬 술페이트의 염, 디메틸-5-술포이소프탈레이트의 염, 및 데실 디페닐옥사이드 디술포네이트의 염과 축합 나프탈렌 포름알데히드 소듐 술포네이트의 염과의 블렌드로 구성된 군에서 선택되는 것인 카펫.

청구항 5

삭제

청구항 6

삭제

청구항 7

삭제

청구항 8

삭제

청구항 9

제1항에 있어서, 단일 작용기를 함유한 상기 플루오로화학 화합물이 하기 화학식 I로 표시되는 것인 카펫.

<화학식 I>

$$R^f\text{-}R_k\text{-}X\text{-}H$$

상기 식에서,

R^f는 각각이 2개 이상의 불소 원자를 함유한 2개 이상의 탄소 원자를 함유하는 1가 지방족 기이고, 이들의 ;

R은 2가 유기 라디칼이고;

k는 0 또는 1이고;

X는 -O-, -S-, 또는 -N(R^1)- (식 중, R^1은 H, 1 내지 6개 탄소 원자를 함유한 알킬 또는 R^f-R_k-기이다)이다.

청구항 10

삭제

청구항 11

삭제

청구항 12

삭제

청구항 13

삭제

청구항 14

삭제

청구항 15

삭제

청구항 16

제1항에 있어서, 나일론, 울 또는 폴리에스테르를 포함하는 카펫.

명 세 서

배 경 기 술

[0001] 하기 정의들은 미국 직물 화학자 및 염색자 협회(American Association of Textile Chemists & Colorists(AATCC))에 의하여 문헌[AATCC Technical Manual, Vol.77, pp.409 및 413, 2002] (American Association of Textile Chemists and Colorists, 미국 노쓰캐롤라이나 리서치 트라이앵글 파크)에서 사용된다.

[0002] "세제"는 활성 성분(들)으로서 하나 이상의 계면활성제를 함유하는 세정제이다. "오물"이란 직물 재료와 같은 기재 상에 보통 존재하지 않도록 해야 하는 오염물, 오일 또는 기타 물질이다. 직물에서의 "오염"은 직물 기재가 오물로 다소 균일하게 도포되거나 함침되어지는 과정이다. "오염 방지제"는 카펫 표면 섬유에 적용되거나 그것에 혼입되어 오물의 축적을 지연시키고/거나 제한하는 물질이다. "계면활성제"는 액체, 보통 물의 표면 장력을 감소시키는 가용성 또는 분산성 물질이다.

[0003] 상기 동일한 문헌은, "직물 바닥 피복재"를 "직물 재료로 구성된 사용-표면을 갖고 일반적으로 바닥을 피복하기 위해 사용되는 물품"으로서 정의한다. 이하에서 용어 "카펫"은 이러한 직물 바닥 피복재를 설명하기 위해 사용된다.

[0004] 문헌 [The Kirk-Othmer Concise Encyclopedia of Chemical Technology, 제3판, John Wiley & Sons, New York NY, 1985]은 제1142면의 "계면활성제 및 세제 체계"의 설명에서 "용어 세제는 종종 계면활성제와 서로 바꾸어 사용된다"라고 언급하고 있다.

[0005] 선행 기술에서, 제조 후, 오염 방지제의 적용 후, 또는 샴푸질에 의한 카펫 클리닝 후에 카펫 섬유에 남아있는 잔류 오일 또는 세제가, 이후의 오염의 원인이 되는 것으로 광범위하게 보고되어 있다. 예를들어, 문헌 [W.F.Taylor 및 H.J.Demas "The Why's of Carpet Soil", Textile Ind., 1968년 11월, 83-87면]은 83-84면에서 "섬유가 유성 막을 함유한다면 심각한 오염이 일어날 수도 있다. 이러한 현상은, 카펫을 샴푸질한 후에 세제가 완전히 제거되지 않은 경우에, 대부분의 재오염 문제점의 원인이 된다. 카펫 표면 위에 내려앉는 공중에 떠있

는 그리즈에서와 마찬가지로, 섬유 상의 부적절한 윤활제가 이러한 결과를 일으킬 수 있다"라고 언급하고 있다. 저자는 오일과 세제를 원인물질로서 동일시하고 있다. 저자는 "나일론 카펫의 오염에 영향을 미치는 것으로 생각되는" 인자들을 계속 기록하고 있으며, "직물 재료의 오염 증가의 원인이 되는 잔류 유성 물질의 영향이 문헌에 잘 기록되어 있다. 섬유가 유성 막을 함유한다면 심각한 오염이 일어날 수도 있다"라고 언급하고 있다 (87면). 그 외에, 문헌[W.Postman, "Spin Finishes Explained", Textile Research Journal, Vol.50 #7, 444-453 (1980년 7월)]은 445면에서 "…불량한 세탁성이 염색 문제 및 잠재적인 오염 얼룩을 일으킬 수 있기 때문에, 가벼운 세탁 조건하에서 실에서 윤활제를 제거해야 하며, 이러한 이유로 자체-유화가능한 유형의 윤활제를 갖는 것이 바람직하다"라고 기재하고 있다.

[0006] 카펫 제조업을 위한 기술 정보는, 과량의 오일 또는 세제와 연관되고 이것에 기인하는 오염 악화에 대한 경고로 가득차 있다. 현재의 월드 와이드 웹 사이트들은 다음을 포함한다:

[0007] 1. http://www.carpetbuyershandbook.com/common_cleaning_challenges.htm

[0008] 카펫 바이어 핸드북 웹 사이트 (2002년 7월 25일 접근):

[0009] "종종, 재오염은 클리닝 후에 남은 세제 잔류물에 기인할 수 있다. 세제들은 고의로 오물을 유인한다. 클리닝 후 카펫에 세제를 남기면, 세제가 오물을 더 빨리 유인한다."

[0010] 2. http://www.hoovercompany.com/ftp/cguide.pdf

[0011] 카펫 클리닝에 대한 후버(Hoover) 소비자 가이드 웹 사이트 (2002년 7월 25일 접근)

[0012] "일부 샴푸는 재오염의 원인이 될 수 있는 오일을 함유한다; …"

[0013] 3. http://www.carpet_rug.com/drill_down_2.cfm?page=14&sub=3

[0014] 카펫 앤드 러그 인스티튜트(CRI) 웹 사이트 (2002년 7월 25일 접근):

[0015] "재오염 촉진을 막기 위하여 카펫으로부터 모든 세제를 헹군다"

[0016] 4. http://cms.3m.com/cms/US/en/2-78/iFeRkFQ/view.jhtml

[0017] 3M 웹 사이트 (2002년 7월 25일 접근):

[0018] "샴푸질은 카펫의 보호 마감재를 종종 차폐시키는 비누질 잔류물을 남길 뿐만 아니라, 오염물을 유인하고 유지할 수도 있다"

[0019] 5. http://antron.dupont.com/content/how_to/ant02_06.shtml

[0020] 듀퐁 앤트론* 웹 사이트, 딥 클리닝, C항, (2002년 7월 25일 접근)):

[0021] "당신은 일부 방법들이 재오염을 일으키는 세제를 사용한다는 것을 인지할 필요가 있다. 클리닝 후에 세제가 섬유 표면에 남을 때 재오염이 일어난다. 이러한 세제는 카펫을 더럽게 보이게 하는 오물을 계속 유인할 것이다"

[0022] 그 결과, 오염 방지 분산 제제제의 제조업자들은, 출하된 제제에서 안정한 분산을 제공하기 위하여 그들의 제제에 충분한 분산제 만을 사용하고자 노력해 왔다. 이러한 제약의 결과를, 전형적인 시판 카펫 오염 방지 제제 중의 플루오로화합물 대 분산제의 비율로서, 표 1에 나타낸다. 표 1에서, 플루오로화합물:분산제의 계산된 중량비는 14:1 내지 30:1의 범위다.

표 1

[0023]

시판 오염 방지제에서 통상적인 계면활성제 비율			
선행 기술 조성물(대조)	플루오로화합물 성분	분산제	플루오로화합물:분산제 비율
오염 방지제 1(a)	28%	2%	14:1
오염 방지제 2(b)	22.6%	1.4%	16:1
오염 방지제 3(c)	9.1%	0.3%	30:1

오염 방지제 FCT-3[(d)]	201.6 g	11 g	18.3:1
오염 방지제 FCT-7[(d)]	50 g	2.5 g	20:1
오염 방지제 FCT-8[(d)]	50 g	2.5 g	20:1
(a) 오염 방지제 1은 미국 특허 5,414,111호의 실시예 1에 따라 제조된 음이온 분산된 플루오르화 폴리우레탄 오염 방지제이다. (b) 오염 방지제 2는 미국 특허 5,411,766호의 실시예 1에 따라 제조된 음이온 분산된 플루오르화 폴리우레탄 오염 방지제이다. (c) 오염 방지제 3은, 퍼플루오로알킬 시트레이트 우레탄의 합성에서 1-메틸-2,4-디이소시아네이토벤젠 대신에 등량의 헥사메틸렌 디이소시아네이트를 사용하는 것 이외에는 미국 특허 3,923,715호의 실시예 2에 따라 제조된 플루오르화 오염 방지제의 음이온-분산 블렌드이다. 상기 특허의 실시예 2에 기재된 바와 같이 시트레이트 우레탄을 폴리(메틸메타크릴레이트)라텍스와 혼합하였다. (d) 오염 방지제 FCT-3, FCT-7 및 FCT-8은 미국 특허 5,714,082호에 기재되어 있다.			

[0024] 전형적으로, 오염 방지 제제를 농축된 형태로 출하하고 적용 시에 물로 희석한다. 통상적으로, 이러한 제제에서 분산제 수준을, 출하, 희석 및 사용 동안에 분산 안정성을 보장하기에 필요한 최소값에 가깝게 유지한다.

[0025] 제조 동안에 카펫과 같은 섬유 기재의 처리를 위해, 그리고 오염된 카펫에서 사용하거나 또는 오염된 기재 상에 세정제를 사용한 후에 사용하기 위해, 개선된 오염 방지제를 제공하는 것이 바람직하다.

[0026] 본 발명은, 안정한 분산을 보장하기 위해 필요한 것보다 실질적으로 더 많은 계면활성제를 함유하는 분산액으로 제형된 특정한 오염 방지제로 처리되어진 카펫을 포함한다. 잔류 오일 또는 계면활성제가 카펫의 오염을 더 빠르게 한다는 교시내용에도 불구하고, 오염 방지제에 존재하는 계면활성제의 수준을 증가시키는 것이 그의 성능을 개선한다는 것을 알아내었다.

[0027] **발명의 요약**

[0028] 본 발명은, a) 하나 이상의 우레아, 우레탄 또는 에스테르 결합을 갖는 폴리플루오로 유기 화합물 및 b) 1종 이상의 음이온성 비-플루오르화 계면활성제의 물 또는 물과 용매 중 분산액을 포함하며, 여기서 폴리플루오로 유기 화합물 대 계면활성제의 비율이 약 0.075:1.0 내지 약 5:1인 오염 방지제로 처리된 카펫을 포함한다.

발명의 상세한 설명

[0029] 본 발명의 목적을 위하여, 오염 방지제의 안정한 분산액을 생성하기 위해 사용되는 계면활성제를 설명하기 위하여 용어 "분산 제제" 또는 "분산제"가 사용되는 반면, 본 발명의 조성물의 오염 방지 성능을 향상시키기 위해 사용되는 추가의 음이온성 비-플루오르화 계면활성제를 설명하기 위해 용어 "계면활성제"가 사용된다. 분산제 및 계면활성제 양쪽 기능을 위하여 동일한 음이온성 비-플루오르화 계면활성제가 사용될 수도 있는 것으로 인식된다.

[0030] 본 발명은 a) 하나 이상의 우레아, 우레탄 또는 에스테르 결합을 갖는 폴리플루오로 유기 화합물 및 b) 1종 이상의 음이온성 비-플루오르화 계면활성제의 물 또는 물과 용매 중 분산액을 포함하며, 여기서 폴리플루오로 유기 화합물 대 계면활성제의 비율이 약 0.075:1.0 내지 약 5:1인 오염 방지제로 처리된 카펫이다.

[0031] 본 발명에서 사용된, 개선된 오염 방지제는 안정한 분산액을 보장하기 위해 요구되는 것보다 더 높은 수준으로 1종 이상의 음이온성 비-플루오르화 계면활성제와 조합된 하나 이상의 폴리플루오로 유기 화합물을 포함한다. 표 1은 선행 기술의 플루오로화합물:분산제 비율이 14:1 내지 30:1의 범위임을 나타낸다.

[0032] 명백하게, 첨가된 계면활성제는, 폴리플루오로 유기 화합물 및 사용된 분산제와의 상용가능성을 기초로 하여 선택되어야 한다.

[0033] 음이온성 비-플루오르화 계면활성제 또는 계면활성제들의 블렌드가 본 발명의 실행에서 유용하다. 이들은, 술포네이트, 술페이트, 포스페이트 및 카르복실레이트를 포함하여, 음이온성 비-플루오르화 계면활성제 및 음이온성 하이드로트로프 비-플루오르화 계면활성제를 포함한다. 본 발명에서 사용하기에 적절한 통상적으로 입수가능한 음이온성 비-플루오르화 계면활성제는 알파 올레핀 술포네이트의 염, 알파 술포네이트화 카르복실산의 염, 알파 술포네이트화 카르복실산의 염, 1-옥탄 술포네이트의 염, 알킬 아릴 술페이트, 도데실 디페닐옥사이드 디

술포네이트의 염, 데실 디페닐옥사이드 디술포네이트의 염, 부틸 나프탈렌 술포네이트의 염, C_{16}-C_{18} 포스페이트의 염, 축합된 나프탈렌 포름알데히드 술포네이트의 염, 도데실 벤젠 술포네이트의 염, 알킬 술페이트의 염, 디메틸-5-술포이소프탈레이트의 염, 및 데실 디페닐옥사이드 디술포네이트의 염과 축합 나프탈렌 포름알데히드 술포네이트의 염과의 블렌드를 포함한다. 소듐 및 포타슘 염이 바람직하다.

[0034] 바람직한 음이온성 비-플루오르화 계면활성제는 도데실 디페닐옥사이드 디술포네이트의 소듐 또는 포타슘 염, 알킬 아릴 술페이트, 알킬 술페이트의 염, C_{16}-C_{18} 포타슘 포스페이트, 데실 디페닐옥사이드 디술포네이트, 및 데실 디페닐옥사이드 디술포네이트와 축합 나프탈렌 포름알데히드 술포네이트와의 블렌드이다.

[0035] 폴리플루오로 유기 화합물을 분산시키기 위해 필요한 분산제 또는 분산제들의 양에 추가로, 음이온성 비-플루오르화 계면활성제가 첨가된다. 구체적으로, 본 발명에서 사용된 개선된 오염 방지제는 하나 이상의 우레아, 우레탄 또는 에스테르 결합을 갖는 플루오로화학 유기 화합물 (이하, "플루오로화합물" 또는 "FC")을 함유한다. 플루오로화합물 대 계면활성제 (계면활성제와 분산제 전체) 비율은 약 0.075:1.0 내지 약 5:1, 바람직하게는 약 0.2:1 내지 약 4:1, 더욱 바람직하게는 약 0.1:1.0 내지 약 4:1이다. 이러한 제제는 앞서 기재된 14:1 내지 30:1의 플루오로화합물:분산제 중량비를 갖는 종래의 오염 방지 제제와 명백히 대조된다.

[0036] 하나 이상의 우레아, 우레탄 또는 에스테르 결합을 갖는 적절한 플루오로화학 유기 화합물이라면 본 발명에서 사용할 수 있다. 본 발명에서 사용된 오염 방지제 조성물에서 사용하기에 적절한 플루오로화학 화합물은, 미국 특허 5,414,111호 (Kirchner, 본 명세서에서 참고문헌으로 포함됨)에 기재된 폴리플루오로 질소-함유 유기 화합물을 포함하며, 분자당 하나 이상의 우레아 결합을 갖는 화합물을 포함하고, 이 화합물은 (1) 하나 이상의 유기 폴리이소시아네이트 또는 분자당 3개 이상의 이소시아네이트기를 함유하는 폴리이소시아네이트들의 혼합물, (2) 분자 당 (a) 하나 이상의 제레비티노프(Zerewitinoff) 수소 원자를 갖는 단일 작용기 및 (b) 각각 2개 이상의 불소 원자를 함유한 2개 이상의 탄소 원자를 함유하는 하나 이상의 플루오로화학 화합물, 및 (3) 폴리이소시아네이트 내의 이소시아네이트기의 약 5% 내지 약 60%와 반응하기에 충분한 양의 물의 반응 생성물이다. 제레비티노프 수소는 유기 화합물에 함유된 활성 수소[예컨대 -OH, -COOH, -NH, 등]이다. 제레비티노프 수소는 화합물을 CH_3Mg 할라이드와 반응시켜 CH_4를 유리시킴으로써 정량화될 수 있고, 이것은 부피적으로 측정되어 화합물의 활성 수소 함량의 정량적인 어림값을 제공한다. 1차 아민은 빙냉하에 반응될 때 1몰의 CH_4를 제공하고, 가열시에 보통 2몰을 제공한다 [Organic Chemistry by Paul Karrer, 1938년 Elsevier에 의해 발행된 영문 번역판, 135면].

[0037] 바람직한 구현양태에서, 물의 양은 폴리이소시아네이트 중의 이소시네이트 기의 약 10% 내지 약 35%, 가장 바람직하게는 약 15% 내지 약 30%와 반응하기에 충분하다.

[0038] 각각의 플루오로화학 화합물이 2개 이상의 탄소 원자를 함유하고, 각각의 탄소 원자가 2개 이상의 불소 원자에 결합되는 이상, 단일 작용기를 함유한 다양한 플루오로화학 화합물이 사용될 수 있다. 예를들어, 플루오로화학 화합물은 하기 화학식 I로 표시될 수 있다:

화학식 I

[0039] R^f-R_k-X-H

[0040] 상기 식에서,

[0041] R^f는 2개 이상의 탄소 원자를 함유한 1가 지방족 기이고, 이들의 각각은 2개 이상의 불소 원자에 결합되며;

[0042] R은 2가 유기 라디칼이고;

[0043] k는 0 또는 1이고;

[0044] X는 -O-, -S-, 또는 -N(R^1)- (식 중, R^1은 H, 1 내지 6개 탄소 원자를 함유한 알킬 또는 R^f-R_k-기이다)이다.

[0045] 본 발명의 목적을 위하여, 1차 아민이 제레비티노프 등에 의해 정의된 하나의 활성 수소를 제공하는 것으로 추측된다.

[0046] 더욱 특정한 구현양태에서, 하나의 작용기를 함유한 플루오로화학 화합물이 하기 화학식에 의해 표시될 수 있다:

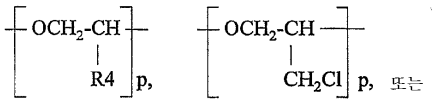
[0047] R^f-R_k-X-H

[0048] 상기 식에서,

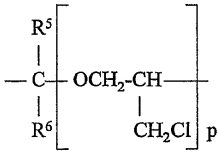
[0049] R^f 및 k는 상기 정의된 바와 같고;

[0050] R은 2가 라디칼: $-C_mH_{2m}SO-$, $-C_mH_{2m}SO_2-$, $-SO_2N(R^3)-$ 또는 $-CON(R^3)-$ (식 중, m은 1 내지 22이고, R^3은 H 또는 1 내지 6개 탄소 원자의 알킬이다)이고;

[0051] R^2은 2가 선형 탄화수소 라디칼 $-C_nH_{2n}-$이며, 이것은 임의로 하기 기들에 의해 말단-캡형성될 수 있으며:



또는



[0052]

[0053] (식 중, n은 0 내지 12이고, p는 1 내지 50이고, R^4, R^5 및 R^6은 동일하거나 상이한 H 또는 1 내지 6개 탄소 원자를 함유한 알킬이다);

[0054] X는 -O-, -S-, 또는 $-N(R^7)$ (식 중, R^7은 H, 1 내지 6개 탄소 원자를 함유한 알킬, 또는 $R^f-R_k-R^2-$기이다)이다.

[0055] 더욱 특별하게는, R^f는 산소 원자에 의해 개재될 수 있는 3 내지 20개 탄소 원자의 완전-플루오르화 직쇄 또는 분지쇄 지방족 라디칼이다.

[0056] 바람직한 구현양태에서, 하나의 작용기를 함유한 플루오로화학 화합물은 하기 화학식으로 표시될 수 있다:

[0057] $R^f—(CH_2)q—X—H$

[0058] 상기 식에서,

[0059] X는 -O-, -S-, 또는 $-N(R^7)-$ (상기 식에서, R^7은 H, 1 내지 6개 탄소 원자를 함유한 알킬 또는 $R^f-R_k-R^2-$기이고,

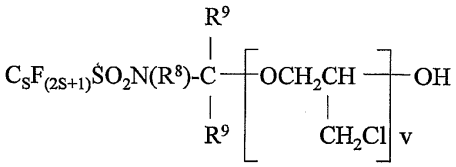
[0060] R^f는 퍼플루오로알킬기, $CF_3CF_2(CF_2)_r$ (식 중, r은 2 내지 18이다)의 혼합물이고,

[0061] q는 1, 2 또는 3이다.

[0062] 더욱 특별한 구현양태에서, R^f는 상기 퍼플루오로알킬기, $CF_3CF_2(CF_2)_r$의 혼합물 (여기에서, r은 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14, 16 및 18이다)이다. 바람직한 구현양태에서, r은 주로 4, 6 및 8이다. 다른 바람직한 구현양태에서, r은 주로 6 및 8이다. 전자의 바람직한 구현양태는 더 쉽게 통상적으로 입수가능하고 따라서 덜 비싼 반면, 후자의 구현양태는 개선된 성질을 제공할 수 있다.

[0063] 본 발명의 목적을 위해 단일 작용기를 함유하는 플루오로화학 화합물로서 사용될 수 있는 대표적인 플루오로지방족 알콜은 다음과 같다:

$C_sF_{(2S+1)}(CH_2)_tOH$,
$(CF_3)_2CFO(CF_2CF_2)_uCH_2CH_2OH$,
$C_sF_{(2S+1)}CON(R^8)(CH2)_tOH$,
$C_sF_{(2S+1)}SO_2N(R^8)(CH_2)_tOH$,



[0064]

[0065] 상기 식에서,

[0066] s는 3 내지 14이고;

[0067] t는 1 내지 12이고;

[0068] u는 1 내지 5이고;

[0069] v는 1 내지 5이고;

[0070] 각각의 R^8 및 R^9은 H 또는 1 내지 6개 탄소 원자를 함유한 알킬이다.

[0071] 다른 구현양태에서, 단일 작용기를 함유하는 플루오로화학 화합물은 하기 식으로 표시될 수 있다: $H(CF_2CF_2)_wCH_2OH$ (식 중, w는 1 내지 10이다). 후자의 플루오로화학 화합물은 테트라플루오로에틸렌을 메탄올과 반응시킴으로써 제조될 수 있는 공지된 플루오로화학 화합물이다. 또 다른 화합물은 화학식 $CF_3(CF_3)CHOH$를 갖는 1,1,1,2,2,2-헥사플루오로-이소프로판올이다.

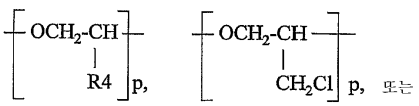
[0072] 본 발명의 또 다른 구현양태에서, 단일 작용기를 함유하는 비-플루오르화 유기 화합물이 하나 이상의 상기 플루오로화학 화합물과 함께 사용될 수 있다. 폴리이소시아네이트의 보통 약 1% 내지 약 60%의 이소시아네이트기가 하나 이상의 비-플루오르화 화합물과 반응된다. 예를들어, 상기 비-플루오르화 화합물은 하기 화학식으로 표시될 수 있다.

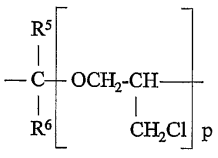
[0073] $R^{10}\text{-}R^{11}{}_k\text{-}YH$

[0074] 상기 식에서,

[0075] R^{10}은 C_1-C_{18} 알킬, C_1-C_{18} 오메가-알케닐 라디칼 또는 C_1-C_{18} 오메가-알케노일이고;

[0076] R^{11}은





[0077]

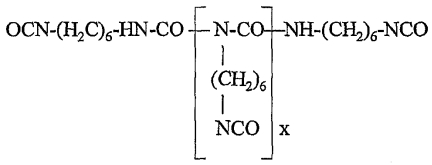
[0078] (식 중, R^4, R^5 및 R^6은 동일하거나 상이한 H 또는 1 내지 6개 탄소 원자를 함유한 알킬 라디칼이고, p는 1 내지 50이다)이고;

[0079] Y는 -O-, -S-, 또는 $-N(R^7)-$ (식 중, R^7은 H 또는 1 내지 6개 탄소 원자를 함유한 알킬이다)이고;

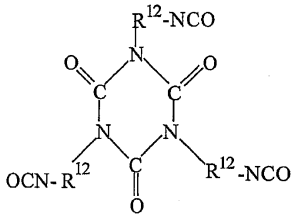
[0080] k 및 p는 상기 정의된 바와 같다.

[0081] 예를들어, 비-플루오르화 화합물은 알칸올 또는 폴리옥시알킬렌 글리콜의 모노알킬 또는 모노알케닐 에테르 또는 에스테르일 수 있다. 이러한 화합물의 특정한 예는 스테아릴 알콜, 폴리옥시에틸렌 글리콜의 모노메틸 에테르, 폴리옥시에틸렌 글리콜의 모노-알릴 또는 -메트알릴 에테르, 폴리옥시에틸렌 글리콜의 모노-메타크릴 또는 아크릴산 에스테르 등을 포함한다.

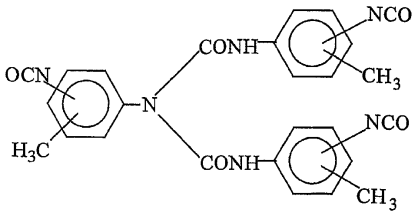
[0082] 3개 이상의 이소시아네이트 기를 갖는 폴리이소시아네이트를 본 발명의 목적을 위해 사용할 수 있다. 예를들어, 하나는 하기 화학식을 갖는 헥사메틸렌 디이소시아네이트 단독중합체를 사용할 수 있다.

[0083] 

[0084] 상기 식에서, x는 1 이상, 바람직하게는 1 내지 8의 정수이다. 그들의 상업적 입수가능성 때문에, 본 발명의 목적을 위하여 헥사메틸렌 디이소시아네이트 단독중합체의 혼합물이 바람직하다. 또한, 탄화수소 디이소시아네이트-유래 이소시아누레이트 삼량체가 중요하며, 하기 식으로 표시될 수 있다:

[0085] 

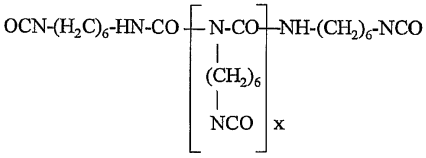
[0086] 상기 식에서, R^{12}은 2가 탄화수소 기, 바람직하게는 지방족, 지환족, 방향족 또는 아릴지방족이다. 예를들어, R^{12}은 헥사메틸렌, 톨루엔 또는 시클로헥실렌일 수 있고, 전자가 바람직하다. 본 발명의 목적을 위해 유용한 다른 폴리이소시아네이트는 3몰의 톨루엔 디이소시아네이트를 1,1,1-트리스-(히드록시메틸)-에탄 또는 1,1,1-트리스(히드록시메틸)프로판과 반응시킴으로써 수득되는 것이다. 톨루엔 디이소시아네이트의 이소시아누레이트 삼량체와 3-이소시아네이토메틸-3,4,4-트리메틸시클로헥실 이소시아네이트의 이소시아누레이트 삼량체는 본 발명의 목적을 위해 유용한 폴리이소시아네이트의 다른 예이고, 메틴-트리스-(페닐이소시아네이트)와 마찬가지이다. 또한, 하기 화학식을 갖는 폴리이소시아네이트가 본 발명의 목적을 위해 유용하다:

[0087] 

[0088] 본 발명에서 사용된 폴리플루오로 유기 화합물은 (1) 분자 당 3개 이상의 이소시아네이트 기를 함유한 하나 이상의 폴리이소시아네이트 또는 폴리이소시아네이트의 혼합물을 (2) 분자 당 (a) 하나 이상의 제레비티노프 수소 원자를 갖는 단일 작용기 및 (b) 각각 2개 이상의 불소 원자를 함유한 2개 이상의 탄소 원자를 함유하는 하나 이상의 플루오로화학 화합물과 반응시킴으로써 제조된다. 이후, 잔류 이소시아네이트 기를 물과 반응시켜 하나 이상의 우레아 결합을 형성한다. 물이 폴리이소시아네이트와 반응되기 전에, 통상 약 40% 내지 약 95%의 이소시아네이트 기가 반응될 것이다. 다시 말해서, 물의 양은 일반적으로 폴리이소시아네이트 내의 약 5% 내지 약 60%의 이소시아네이트 기와 반응하기에 충분하다. 바람직하게는, 물이 폴리이소시아네이트와 반응하기 전에 약 60% 내지 90%의 이소시아네이트기가 반응하며, 가장 바람직하게는 물과 폴리이소시아네이트의 반응에 앞서서 약 70% 내지 85%의 이소시아네이트기가 반응된다. 즉, 바람직한 구현양태에서, 물의 양은 약 10% 내지 약 35%의 이소시아네이트기, 가장 바람직하게는 15% 내지 30%의 이소시아네이트기와 반응하기에 충분하다.

[0089] 하나의 구현양태에서, 데스모두르(Desmodur) N-100, 데스모두르 N-3200 또는 데스모두르 N-3300 또는 이들의 혼

합물을, 하나의 작용기를 함유한 화학양론적으로 부족한 양의 퍼플루오로알킬 화합물과, 이어서 물과 연쇄적으로 촉매 반응시킴으로써, 물-개질 플루오로화학 카르바메이트가 제조되었다. 데스모두르 N-100 및 데스모두르 N-3200은 모베이 코포레이션(Mobay Corporation)으로부터 통상적으로 입수가능한 헥사메틸렌 디이소시아네이트 단독중합체이다. 추측컨대, 양쪽 모두 미국 특허 3,124,605호에 기재된 방법에 의해 제조되고, 추측컨대 하기 화학식으로 표시될 수 있는 모노-, 비스-, 트리스-, 테트라- 및 고급 유도체의 혼합물이 수득된다:



[0090]

[0091] 상기 식에서, x는 1이상, 바람직하게는 1 내지 8의 정수이다.

[0092] 전형적인 성질 평균 당량 NCO함량%

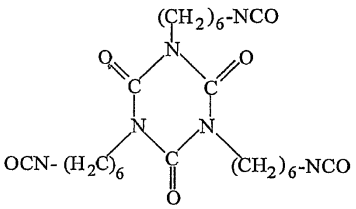
[0093] 데스모두르 N-100	191	22.0
[0094] 데스모두르 N-3200	181	23.2

[0095] 데스모두르 N-100의 전형적인 NCO 함량은 SRI 국제 보고서 (이소시아네이트 번호 ID, 1983년 7월, 279면)에서 하기 조성을 갖는 헥사메틸렌 디이소시아네트 단독중합체에 대해 기재된 것과 비슷하다.

[0096] 생성물 조성중량%

[0097] 헥사메틸렌 디이소시아네이트	0.1
[0098] 모노비우레트	44.5
[0099] 비스비우레트	17.4
[0100] 트리스비우레트	9.5
[0101] 테트라비우레트	5.4
[0102] 고 분자량 유도체	23.1
[0103] NCO 함량	21.8

[0104] 평균 당량 및 NCO 함량을 기초로 하여, 데스모두르 N-3200의 비교 비스-, 트리스-, 테트라- 등의 함량은 N-100 생성물의 함량보다 낮아야 한다. 데스모두르 N-3300은 하기 화학식으로 표시될 수 있는 헥사메틸렌 디이소시아네이트-유래 이소시아누레이트 삼량체이다.



[0105]

[0106] 수-개질 플루오로화학 카르바메이트는, 먼저 폴리이소시아네이트, 퍼플루오로알킬 화합물 및 메틸 이소부틸 케톤(MIBK)과 같은 무수 유기 용매를 반응 용기에 넣음으로써 전형적으로 제조된다. 반응물 첨가 순서는 중요하지 않다. 충전된 지방족 폴리이소시아네이트 및 퍼플루오로알킬 화합물의 특정 중량은 그들의 당량 및 반응 용기의 작업 용량을 기초로 하고, 충전된 모든 제레비티노프 활성 수소가 전체 NCO기 충전량의 40% 내지 95%의 일부 원하는 값과 반응되도록 조절된다. 무수 용매의 중량은 전형적으로 전체 충전 중량의 15% 내지 30%이다. 충전물을 질소하에서 교반하고 40 내지 70℃로 가열한다. 촉매, 전형적으로 디부틸주석디라우레이트 자체 또는 MIBK중의 용액을, 충전물에 의존된 양으로, 그러나 보통 예를들어 폴리이소시아네이트 10,000부당 1 내지 2부의 작은 양으로 첨가한다. 발열이 일어난 후에, 혼합물을 촉매 첨가로부터 2 내지 20시간동안 65℃ 내지 105℃의 온도에서 교반한 다음, 온도를 55℃ 내지 90℃로 조절한 후에 추가의 1 내지 20시간동안 물 자체 또는 습윤

MIBK와 함께 처리한다.

[0107] 화학양론적 과량의 폴리이소시아네이트를 사용하여, 플루오르화 및 비-플루오르화 유기 화합물의 반응을 완결시키고, 이것을 물과의 연속 반응에 결합시키면 본 발명의 오염 방지제에서 사용하기에 바람직한 플루오로화학 화합물이 제공된다.

[0108] 다른 구현양태에서, 본 발명에서 사용하기에 적절한 플루오로화학 화합물은 미국 특허 3,923,715호(Dettre 등, 본 명세서에서 참고문헌으로 포함됨)에 기재된 퍼플루오로알킬 에스테르 및 이것과 비닐 중합체의 혼합물을 포함한다. 데트르(Dettre)에 의해 개시된 플루오로화학 화합물은, 0보다 크고 95% 이하의, 조절된 비커스(Vickers) 경도가 약 10 내지 약 20인 비-플루오르화 비닐 중합체 및 5 내지 100% 미만의, 3 내지 30개 탄소 원자를 갖는 카르복실산의 퍼플루오로알킬 에스테르의 조성물의 수성 분산액을 포함한다. 미국 특허 3,923,715호는, 발연성을 최소화하는데 휘발성이 중요함을 개시하고 있다.

[0109] 다수의 플루오르화 알콜 및 유기 산의 공지된 에스테르가 본 발명에서 유용한 퍼플루오로알킬 에스테르 화합물로서 유용하다. 에스테르를 형성하기 위해 사용될 수 있는 플루오르화 알콜의 대표적인 예는 $(CF_3)_2CFO(CF_2CF_2)_pCH_2CH_2OH$ (식 중, p는 1 내지 5이다); $(CF_3)_2CF(CF_2CF_2)_qCH_2\ CH_2OH$ (식 중, q는 1 내지 5이다); $R^fSO_2N(R')CH_2OH$ (식 중, R^f는 4 내지 12개 탄소의 퍼플루오로알킬이고, R'는 H 또는 저급 알킬이다); $C_nF_{(2n+1)}(CH_2)_m$-OH 또는 -SH (식 중, n은 3 내지 14이고, m은 1 내지 12이다); $R^fCH_2C(X)H(CH_2)_rOH$ (식 중, r은 1보다 크고, X는 $-O_2C$-알킬, $-(CH_2)_sOH$, $-(CH_2)_sO_2C$ 알킬 또는 -OH이고, 여기에서 s는 0 내지 10의 정수이고, R^f는 3 내지 21개 탄소의 퍼플루오로알킬이다); $R^fCON(R)$-$(CH_2)_tOH$ (식 중, R^f는 4 내지 18개 탄소의 퍼플루오로알킬이고, t는 2 내지 6이고, R은 4 내지 10개 탄소의 알킬기이다)이다.

[0110] 바람직한 플루오르화 에스테르는 화학식 $C_nF_{(2n+1)}(CH_2)_mOH$ (식 중, n은 3 내지 14이고, m은 1 내지 3이다)의 퍼플루오로알킬 지방족 알콜을 이용한다. n이 주로 10, 8 및 6이고 m이 2인 알콜의 혼합물로부터 형성된 에스테르가 가장 바람직하다. 이러한 에스테르는 알콜 또는 알콜들의 혼합물을 다른 치환기를 함유할 수 있고 3 내지 30개 탄소를 함유한 모노- 또는 폴리카르복실산과 반응시킴으로써 형성된다. 에스테르를 제조하는 한가지 방법에서, p-톨루엔술폰산 및 황산의 촉매 량의 존재하에서 알콜을 산 및 벤젠과 함께 가열하고, 이때 반응 물은 벤젠과의 공동증류물로서 제거된다. 잔류 벤젠을 증류에 의해 제거하여 에스테르를 단리한다.

[0111] 화학식 $C_nF_{(2n+1)}CH_2CH_2OH$ (식 중, n은 6 내지 14이다)의 2-퍼플루오로알킬 에탄올, 바람직하게는 n의 값이 상기 기재된 것과 같은 2-퍼플루오로알킬에탄올의 혼합물은, 2-퍼플루오로알킬에틸 요오다이드의 올레움, $C_nF_{(2n+1)}CH_2CH_2$ I와의 공지된 가수분해에 의해 제조된다. 2-퍼플루오로알킬에틸 요오다이드는 퍼플루오로알킬 요오다이드와 에탄올과의 공지된 반응에 의해 제조된다. 테트라플루오로에틸렌을 사용한 공지된 텔로머화 반응에 의해 퍼플루오로알킬 요오다이드가 제조되고, 각각의 퍼플루오로알킬 요오다이드는 $-(CF_2-CF_2)-$ 단위에 의해 상이하다.

[0112] 본 발명에서 플루오로화합물 성분으로서 유용한 퍼플루오로알킬 에스테르 화합물(여기에서, 분자의 퍼플루오로알킬 부분의 탄소 원자 수는 6 내지 14의 범위이다)을 제조하기 위하여, 약 116-119℃ (C_6F_{13}I의 대기압 비점) 미만, 및 5 ㎜ 압력 (666 Pa)에서 약 93-97℃ ($C_{14}F_{29}$I의 5 ㎜ 압력 비등 범위) 이상에서 비등하는 퍼플루오로알킬 요오다이드를 제거한다. 이에 의해, 분자의 퍼플루오로알킬 부분의 탄소 원자 수가 6 내지 14개 탄소 원자의 범위인 퍼플루오로알킬 요오다이드의 혼합물이 얻어진다. 본 발명에서 플루오로화합물 성분으로서 사용된 에스테르를 제조하기 위한 다른 방법은, 퍼플루오로알킬에틸 브로마이드 또는 요오다이드를 무수 알콜 중에서 알칼리 금속 카르복실레이트와 반응시키는 것이다.

[0113] 본 발명의 플루오로화합물 성분으로서 사용하기 위해 바람직한 플루오로에스테르는 시트르산 우레탄이다. 여기에서, 시트르산 에스테르는 에스테르를 이소시아네이트 화합물, 예를들어 헥사메틸렌 디이소시아네이트와 반응시킴으로써 개질되며, 상기 이소시아네이트 화합물은 시트르산 에스테르의 -OH기와 반응하여 우레탄 결합을 형성한다.

[0114] 또한, 비닐 중합체와 조합된 퍼플루오로알킬 에스테르는 본 발명에서 사용하기에 적절하다. 비닐 중합체란, 비

닐 클로라이드 및 아세테이트, 비닐리덴 클로라이드, 메틸 아크릴레이트 및 메타크릴레이트, 아크릴로니트릴, 스티렌 및 비닐 에스테르, 및 중합 동안에 열려서 중합체의 탄소 사슬을 가능하게 만드는 단량체 분자 내에 탄소 이중 결합의 존재를 특징으로 하는 다수의 다른 단량체를 포함한 비닐 단량체(비닐 화합물)의 중합 또는 공중합에 의해 유도된 중합체를 의미한다. 비닐 중합체는 조절된 비커스 경도가 약 10 내지 약 20이다. 바람직한 비닐 중합체는 조절된 비커스 경도가 16.1인 폴리(메틸메타크릴레이트)이다.

[0115] 조절된 비커스 경도는 오염 방지성의 효율성에 관련된다. 에버바쉬 (Eberbach) 마이크로 경도 시험기 (미국 미시간주 앤 아보의 에버바쉬 코포레이션(Eberbach Corp.)) 비커스 다이아몬드 압자를 사용한다. 절차는 하기 조절과 함께 누프(Knoop) 경도를 위해 미국 재료 시험 협회 표준 D 1474-68에 기재된 바에 따른다. 누프 압자 대신에 비커스 압자를 사용하고, 25 g 하중 대신에 50 g 하중을 사용하며, 18초 대신에 30초 동안 하중을 가하고, 50±5% 상대 습도 대신에 25±10% 상대 습도에서 측정을 수행하고, 누프 공식 대신에 비커스 공식을 사용하여 경도 값을 계산한다.

[0116] 비커스 경도 방법은 미국 재료 시험 협회 표준 E 92-97에 기재되어 있다. 비커스 압자 및 비커스 경도 계산의 설명을 그것에서 찾아볼 수 있다.

[0117] 용어 "조절된 비커스 경도"란, 비커스 방법이 아닌 비커스 공식을 사용함으로써 수득된 경도 값을 가리킨다. 본 발명의 오염 방지제의 성분으로서 만족스럽게 작용하는 비닐 중합체는 조절된 비커스 경도가 약 10 내지 20이어야 한다. 조절된 경도는 용매 용액 중에서 유리 판 위에 침착된 중합체 샘플에 대해 결정될 수 있고, 약 150℃ 내지 175℃에서 3 내지 5분동안 가열함으로써 용매가 증발되고 매끄러운 코팅이 수득된다. 대안적으로, 용매가 증발된 후에 100℃ 내지 150℃에서 유리 판 사이를 가압함으로써 매끄러운 코팅이 수득될 수 있다. 중합체를 용해시키기 위해 적절한 용매가 사용될 수 있으며, 에테르, 케톤 및 다른 양호한 용매 유형이 특히 유용하다. 코팅은 시험에서 사용된 압자가 코팅 두께의 15% 이상 침투되지 않도록 충분히 두꺼워야 한다 (75 내지 250 마이크로미터).

[0118] 과황산칼륨/이아황산나트륨 조합과 같은 개시제 및 산소-비함유 체계를 사용하여, 고 분자량 및 좁은 분자량 분포의 미립자를 함유한 분산액을 제공하기 위해 공지된 수성 에멀젼 중합에 의하여 폴리(메틸메타크릴레이트) 라텍스를 제조할 수 있다.

[0119] 플루오르화 에스테르의 수성 분산액을 폴리(메틸메타크릴레이트)의 수성 라텍스와 배합하여 물에서 연장가능한 조성물을 형성하고, 이것을 기재에 적용하기 위해 희석할 수 있다. 희석 전에 분산액은 약 5% 내지 15%의 플루오르화 에스테르 및 3 내지 30%의 메틸 메타크릴레이트 중합체를 함유할 것이다.

[0120] 본 발명의 플루오로화합물 성분은 제조된 상태로 또는 추가의 용매 희석 후에 저장 및/또는 사용될 수 있거나, 표준 기술에 의하여 분산액을 안정화하기 위해 분산제를 사용하여 수성 분산액으로 전환될 수 있다. 본 발명에서 사용된 플루오로화합물 성분은 표준 기술에 의해 물 또는 물과 용매의 혼합물 중의 분산액으로 전환된다. 오염 방지제에서 유기 용매를 최소화하는 것이 보통 바람직하지만, 저 분자량 알콜 (예, 에탄올) 또는 케톤 (예, 아세톤 또는 MIBK)과 같은 잔류 또는 첨가된 용매를 사용할 수 있다. 임의로 용매 및 글리콜과 같은 분산 안정화제를 함유하는 수성 분산액이 본 발명의 실행에서 사용하기 위해 바람직하다. 이러한 플루오로화합물 분산액을 음이온성 비-플루오르화 계면활성제와 조합하여 본 발명의 오염 방지제를 수득한다. 추가의 음이온성 비-플루오르화 계면활성제를 원하는 양으로 교반하면서 플루오로화합물 분산액에 첨가한다. 플루오로화합물 분산액으로의 이러한 첨가는, 출하시에 농축된 형태로 또는 사용을 위해 희석할 때 적용 시점에서 수행될 수 있다.

[0121] 본 발명의 실행에서, 바람직한 오염 방지제는 (1) 3개 이상의 이소시아네이트 기를 함유한 하나 이상의 유기 폴리이소시아네이트, (2) 분자 당 (a) 하나 이상의 제레비티노프 수소 원자를 갖는 단일 작용기 및 (b) 각각 2개 이상의 불소 원자를 함유한 2개 이상의 탄소 원자를 함유하는 하나 이상의 플루오로화학 화합물, 및 (3) 상기 폴리이소시아네이트 내의 이소시아네이트 기의 약 5% 내지 약 60%와 반응하기에 충분한 양의 물의 반응 생성물이고, 소듐 도데실 디페닐옥사이드 디술포네이트, 알킬 아릴 술페이트, 소듐 알킬 술페이트, C_{16}-C_{18} 포타슘 포스페이트, 소듐 데실 디페닐옥사이드 디술포네이트, 및 소듐 데실 디페닐옥사이드 디술포네이트와 축합 나프탈렌 포름알데히드 소듐 술포네이트와의 블렌드로 구성된 군에서 선택되는 1종 이상의 음이온성 비-플루오르화 계면활성제와 조합된, 하나 이상의 우레아, 우레탄 또는 에스테르 결합을 갖는 폴리플루오로 유기 화합물을 포함한다.

[0122] 본 발명의 생성물을 적용하기 위해 적절한 기재는 필름, 섬유, 실, 직물, 카펫, 및 천연, 개질 천연 또는 합성

중합체 물질로부터 유래되거나 다른 섬유 물질의 블렌드로부터 유래된 필라멘트, 섬유 또는 실로부터 제조된 다른 물품이다. 특정한 대표적인 예는 면, 모, 실크, 나일론 6, 나일론 6,6 및 방향족 폴리아미드를 포함한 나일론, 폴리(에틸렌테레프탈레이트) 및 폴리(트리메틸렌테레프탈레이트) (각각 PET 및 PTT로 약기)를 포함한 폴리에스테르, 폴리(아크릴로니트릴), 폴리올레핀, 황마, 사이잘삼 및 기타 셀룰로스섬유이다. 본 발명의 오염 방지제는 섬유 기재에 오염 방지성 및/또는 발유-, 발수- 및 발오물- 성질을 부여한다. 본 발명에 따라 특히 중요한 유형의 기재는 카펫, 특히 나일론 카펫이고, 본 발명의 오염 방지제가 여기에 적용된다.

[0123] 본 발명의 오염 방지제를 다양한 통상적인 절차에 의해 적절한 기재에 적용한다. 섬유 기재 최종-사용을 위하여, 솔질, 침지, 분무, 패딩(padding), 롤 코팅, 발포 등에 의해 수성 분산액 또는 유기 용매 용액으로부터 이들을 적용할 수 있다. 또한, 종래의 벡 염색(beck dyeing) 절차, 연속 염색 절차 또는 재봉실-라인 적용을 사용함으로써 이들을 적용할 수 있다. 본 발명의 오염 방지제를 그 자체로 또는 다른 직물 마감재, 가공 보조제, 발포제, 윤활제, 착색방지제 등과 조합하여 기재에 적용한다. 이러한 새로운 제제는 종래의 카펫 플루오로화합물 오염 방지제에 비하여 개선된 초기 오염 성능을 제공한다. 설치 전에 카펫 판매인 또는 설치자에 의하여 생성물을 카펫 밀에 적용하거나, 또는 새로 설치된 카펫 위에 적용한다.

[0124] 본 발명의 처리된 카펫은 거주 및 상업 시설에 설치될 때 향상된 오염 방지 성질을 갖는 카펫을 제공하기 위해 유용하다.

[0125] **시험 방법**

[0126] **시험 방법 1. 오염 촉진 시험**

[0127] 카펫 위에 합성 오물을 뒤범벅되게 하기 위하여 드럼 밀(롤러 위)을 사용하였다. AATCC 시험 방법 123-2000, 8항에 기재된 바와 같이 합성 오물을 제조하였다.

[0128] 오물-도포된 비이드의 제조:

[0129] 합성 오물 3 g 및 1리터의 깨끗한 나일론 수지 비이드 (설라인(SURLYN) 이오노머 수지 비이드 1/8 내지 3/16 인치 (0.32-0.48 cm) 직경)을 깨끗한 빈 통에 넣었다. 설라인은 에틸렌/메타크릴산 공중합체 (미국 델라웨어주 윌밍턴의 이.아이. 듀퐁 드 네무와 앤드 컴퍼니로부터 입수가능함)이다. 통 뚜껑을 닫고 도관 테이프로 밀봉하고 5분동안 롤러 위에서 통을 회전시켰다. 오물-도포된 비이드를 통으로부터 꺼내었다.

[0130] 드럼 내에 삽입하기 위한 카펫 샘플 제조:

[0131] 이 시험을 위해 전체 샘플 크기는 8 × 25 인치(20.3 × 63.5 cm)였다. 하나의 시험 품목 및 하나의 대조 품목을 동시에 시험하였다. 모든 샘플의 카펫 더미를 동일한 방향으로 쌓아놓았다. 각 카펫 샘플의 짧은 면을 기계 방향(타래 줄을 가짐)에서 절단하였다.

[0132] 방법:

[0133] 카펫 조각들을 함께 고정시키기 위하여 카펫 조각의 뒷면 위에 강한 접착 테이프를 놓았다. 타래를 드럼의 중심 쪽으로 향하게 하여 카펫 샘플을 깨끗하고 빈 드럼 밀에 놓았다. 카펫을 경질 와이어로 드럼 밀에 제 자리에 고정시켰다. 오물-도포된 수지 비이드 250 cc 및 250 cc의 볼 베어링 (5/16 인치, 0.79 cm 직경)을 드럼 밀에 놓았다. 드럼 밀 뚜껑을 닫고 도관 테이프로 밀봉하였다. 드럼을 2½분 동안 105 rpm에서 롤러 위에 주행시켰다. 롤러를 정지시키고, 드럼 밀의 방향을 바꾸었다. 드럼을 추가로 2½분 동안 105 rpm에서 롤러 위에서 주행시켰다. 카펫 샘플을 제거하고 과량의 오염물을 제거하기 위해 균일하게 진공시켰다. 오물-도포된 비이드를 버렸다.

[0134] 샘플의 평가:

[0135] 오염된 카펫에 대한 델타 E 색 차이를 시험 및 대조 품목 대 원래의 오염되지 않은 카펫에 대해 측정하였다.

[0136] **시험 방법 2. 오염 성능의 색 측정**

[0137] 오염 촉진 시험에 따라서 각각의 카펫의 색 측정을 카펫 위에서 수행하였다. 각각의 대조 및 시험 샘플에 대하여 카펫의 색을 측정하고, 샘플을 오염시키고, 오염된 카펫의 색을 측정하였다. 델타 E는 오염된 샘플과 오염되지 않은 샘플의 색 차이이고, 포지티브 수로 표현된다. 미놀타 크로마 미터(Minolta Chroma Meter) CR-310을 사용하여, 색 차이를 각각의 품목 상에서 측정하였다. 카펫 샘플 위의 5개 상이한 지역에서 색 판독을 수행하고, 평균 델타 E를 기록하였다. 각각의 시험 품목에 대한 대조 카펫은 시험 품목에서와 동일한 색 및

구조였다. 대조 카펫을 계면활성제 첨가 없이 플루오로화합물 분산액으로 처리하였다.

[0138] 시험 품목의 델타 E로부터 대조 카펫의 델타 E를 뺌으로써 델타 델타 E를 계산하였다. 델타 델타 E에 대해 더 큰 네가티브 값은, 시험 카펫이 양호한 성능을 갖고 대조에 비해 오염이 적다는 것을 나타내었다. 델타 델타 E에 대해 더 큰 포지티브 값은, 시험 카펫이 불량한 성능을 갖고 대조에 비해 더 많이 오염되었음을 나타내었다.

[0139] **시험 방법 3. 바닥 통행 오염 시험 방법**

[0140] 학교 또는 사무실 건물의 왕래가 많은 복도에 카펫을 설치하고, 조절된 시험 영역에서 사람이 보행하도록 하였다. 복도는 출구와 분리되고, 오염 시험 영역 앞에 실질적인 보행 매트 및 카펫이 깔린 지역을 가졌다. 단위 "보행"이란, 어느 한 방향에서 개개인이 통과하는 것이고, 자동화 통행 계수기를 사용하여 기록되었다. 델타 델타 E 측정을 시험 방법 2에서와 같이 수행하였다.

실 시 예

[0141] **실시예 1 내지 13**

[0142] 하기 실시예들은, 표 2에 기재된 음이온성 비-플루오르화 계면활성제의 상당량을 분산된 플루오로화합물 오염 방지제에 첨가함으로써 카펫의 오염 방지 성능이 향상되는 것을 조사하였다. 계면활성제는 표 3에 기재된 바와 같이 통상적으로 입수가능하다. 이 실시예에서 사용된 카펫은 수평 루프 시판 카펫으로 구성되고 (26 oz/yd^2, 0.88 kg/m^2), 황색으로 염색된 나일론 6,6 표면 섬유를 갖는다. 이 실시예를 대한 대조 카펫을, 1.4% 수준의 계면활성제와 함께 미국 특허 5,411,766호에 개시된 플루오로화합물을 22.6%의 수준으로 함유하고 플루오로화합물:분산제의 비율이 16:1인 분산된 플루오로화합물 오염 방지제(미국 델라웨어주 윌밍턴의 이.아이.듀퐁 드 네무와 앤드 컴퍼니로부터 입수가능함)로 처리하였다. 이러한 분산된 플루오로화합물 오염 방지제를 25% 습윤 적하(pick-up) (wpu)로 분무 적용하고, 250°F (121℃)의 카펫 표면 온도로 건조시켰다. 직물 가공에서의 "습윤 적하"는, 직물에 적용된 액체 및 액체에 의해 전달된 물질의 양이고, 보통 가공에 앞서서 직물의 건조 또는 조절된 중량의 퍼센트로서 표현된다 (AATCC 기술 편람, Vol.77, 414면 이하). 시험 조성물은 동일하게 분산된 플루오로화합물 오염 방지제 + 표 2에 기재된 음이온성 비-플루오르화 계면활성제로 이루어졌다. 각각의 시험 조성물을 25% wpu로 분무 도포에 의해 카펫에 적용하고, 동일한 카펫 표면 온도로 건조시켰다. 대조 및 시험 조성물의 적용 수준을 표 6A에 나타낸다. 동일한 플루오로화합물 오염 방지제로 처리된 카펫에 대조하여, 오염 촉진 시험 방법 1에 의해 카펫을 시험하였다. 시험 방법 1 및 2에 따라 시험 카펫을 평가하여, 표 6A에 나타낸 오염 성능의 색 측정을 제공하였다.

[0143] **비교예 A 내지 H**

[0144] 음이온 계면활성제를 표 4에 기재된 양이온성 및 비이온성 계면활성제로 대체하여 실시예 1의 절차를 반복하였다. 시험 조성물은 실시예 1 내지 13에 기재된 플루오로화합물 오염 방지제 + 표 4에 기재된 계면활성제로 이루어졌다. 양이온성 및 비이온성 계면활성제는 표 5에 기재된 바와 같이 통상적으로 입수가능하였다. 카펫을 시험 방법 1 및 2에 따라 평가하고 결과를 표 6B에 나타낸다.

[0145] **비교예 I**

[0146] 다우팩스 2A4를 사용하여 0.05:1.0의 플루오로화합물:계면활성제 비율에서 실시예 1 내지 13의 절차를 반복하였다. 이 비율에서, 표 6B에 나타낸 것과 같이 개선된 오염 방지 성능이 존재하지 않았다.

표 2

[0147]

실시예 1 내지 13에서 사용된 비-플루오르화 계면활성제

실시예 번호	계면활성제 상표명(알파벳 순서로 기재)	이온성질	조성물	% 고형물
1	알파스텝(Alphastep) MC-48	음이온성	알파 술포네이트화 카르복실산 & 에스테르 Na염	40
2	바이오터지(Bioterge) PAS 8S	음이온성	1-옥탄 술포네이트, 소듐 염	40
3	다우팩스 3B2 + 페트로분산제 425의 블렌드	음이온성	45% 3B2+45% 425 PD 액체+10% 물	43

4	시네젠(Cenegen) 7	음이온성	알킬 아릴 술페이트	47
5	다우팩스(Dowfax) 2A4	음이온성	소듐 도데실 디페닐옥사이드 디술포네이트	45
6	다우팩스 3B2	음이온성	소듐 데실 디페닐옥사이드 디술포네이트	47
7		음이온성 하이드로트로프	디메틸-5-술포이소프탈레이트, Na 염	100
8	노프코스퍼스(Nopcosperse) 9268A	음이온성	소듐 부틸 나프탈렌 술포네이트	76
9	P-347	음이온성	C16-C18 포타슘 포스페이트	40
10	페트로분산제 425 액체	음이온성	축합 나프탈렌 포름알데히드 소듐 술포네이트	46
11	술포네이트 AA-10	음이온성	소듐 도데실 벤젠 술포네이트(분지쇄)	97
12	수프랄레이트 WAQE	음이온성	소듐 알킬 술페이트	30
13	위트코 C-6094	음이온성	알파 올레핀 술포네이트	40

표 3

[0148]

비-플루오르화 음이온성 계면활성제 공급원			
실시예 번호	계면활성제 상표명	유형	공급업자 및 위치
1	알파스텝 MC-48	음이온성	스테판, 미국 일리노이주 노쓰필드
2	바이오터지 PAS 8S	음이온성	위트코, 미국 텍사스주 휴스턴
4	시네젠 7	음이온성	요크셔 아메리카, 미국 노쓰캐롤라이나주 샤로트
5	다우팩스 2A4	음이온성	다우 케미칼 컴퍼니, 미국 미시간주 미들랜드
6	다우팩스 3B2	음이온성	다우 케미칼 컴퍼니, 미국 미시간주 미들랜드
7		음이온성, 하이드로트로프	이.아이. 듀퐁 드 네무와 앤드 컴퍼니, 미국 델라웨어주 윌밍턴
8	노프코스퍼스 9268A	음이온성	헨켈/코그니스, 미국 오하이오주 신시내티
9	P-347	음이온성	마쓰무 요시-세이야꾸, 일본 오사까
10	페트로분산제 425 액체	음이온성	퍼포먼스 케미칼스 그룹, 미국 텍사스주 휴스턴
11	술-폰-에이트 AA-10	음이온성	테네시 케미칼 컴퍼니, 미국 조지아주 아틀란타
12	수프랄레이트 WAQE	음이온성	위트코, 미국 텍사스주 휴스턴
13	위트코 C-6094	음이온성	위트코, 미국 텍사스주 휴스턴

표 4

[0149]

비교예 A-I에서 사용된 계면활성제				
비교예 번호	계면활성제 상표명	이온성질	조성	% 고형물
A	아르퀴드(Arquad) 16-29	양이온성	트리메틸, 헥사데실암모늄 클로라이드	29
B	아르퀴드 18-50	양이온성	트리메틸, 옥타데실암모늄 클로라이드	50
C	아르퀴드 2C-75	양이온성	디메틸, 디코코암모늄 클로라이드	75
D	아비텍스 2153	양이온성	아민과 그의 HCl염의 혼합물	30
E	아비텍스 E	양이온성	메틸 술페이트 4급 염	42
F	브리지 78	비이온성	C18 알콜+20 EO	100
G	에토퀴드 C/25	양이온성	에톡실레이트화 N-메틸, 코코아민	100

H	테르지톨 NP-9	비이온성	노닐페놀 + 9EO	100
I	다우팩스 2A4	음이온성	소듐 도데실 디페닐옥사이드 디술포네이트	45

표 5

[0150]

비교예 A-I에 대한 계면활성제 공급원			
비교예 번호	계면활성제 상표명	유형	공급업자 및 위치
A	아르쿼드 16-29	양이온성	악조 케미칼스 인코포레이티드, 미국 일리노이주 시카고
B	아르쿼드 18-50	양이온성	악조 케미칼스 인코포레이티드, 미국 일리노이주 시카고
C	아르쿼드 2C-75	양이온성	악조 케미칼스 인코포레이티드, 미국 일리노이주 시카고
D	아비텍스 2153	양이온성	이.아이.듀퐁 드 네무와 앤드 컴퍼니, 미국 델라웨어주 윌밍턴
E	아비텍스 E	양이온성	이.아이.듀퐁 드 네무와 앤드 컴퍼니, 미국 델라웨어주 윌밍턴
F	브리지 78	비이온성	유니퀘마, 미국 델라웨어주 뉴 캐슬
G	에토쿼드 C/25	양이온성	악조 케미칼스 인코포레이티드, 미국 일리노이주 시카고
H	테르기톨 NP-9	비이온성	유니온 카바이드, 미국 코넥티컷주 댄버리
I	다우팩스 2A4	음이온성	다우 케미칼 컴퍼니, 미국 미시간주 미들랜드

표 6A

[0151]

실시예 1 내지 13에 대한 결과						
실시예 번호	플루오로화합물 %owf*, 100% 고형물 기준	계면활성제 상표명	이온 성질	% owf* 계면활성제, 100% 고형물 기준	나일론 카펫 드럼 오염 시험**, 플루오로화합물 단독에 대해. 델타 델타 E	FC:계면활성제 비율
실시예 1 내지 13의 음이온성 비-플루오르화 계면활성제						
1	0.2%	알파스텝 MC-48	음이온성	0.2	-1.7	1.0:1.0
2	0.2%	바이오터지 PAS-85	음이온성	0.2	-1.3	1.0:1.0
3	0.2%	다우팩스 3B2+페트로 분산제 425 블렌드***	음이온성	0.2	-3.4	1.0:1.0
4a	0.2%	시네젠 7	음이온성	0.2	-4.7	1.0:1.0
4b	0.2%	시네젠 7	음이온성	0.35	-4.7	0.6:1.0
4c	0.2%	시네젠 7	음이온성	0.44	-4.1	0.4:1.0
5a	0.2%	다우팩스 2A4	음이온성	2.0	-1.8	0.1:1.0
5b	0.2%	다우팩스 2A4	음이온성	0.6	-2.4	0.3:1.0
5c	0.2%	다우팩스 2A4	음이온성	0.3	-4.7	0.7:1.0
5d	0.2%	다우팩스 2A4	음이온성	0.11	-2.4	1.8:1.0

5e	0.2%	다우팩스 2A4	음이온성	0.06	-1.1	3.3:1.0
6	0.2%	다우팩스 3B2	음이온성	0.2	-3.4	1.0:1.0
7	0.2%		음이온성	0.2	-1.9	1.0:1.0
8	0.2%	노프코스퍼스 9268A	음이온성	0.2	-2.6	1.0:1.0
9	0.2%	P-347	음이온성	0.2	-4.2	1.0:1.0
10	0.2%	페트로분산제 425액체	음이온성	0.2	-2.0	1.0:1.0
11	0.2%	술포네이트 AA-10	음이온성	0.2	-1.4	1.0:1.0
12	0.2%	수프랄레이트 WAQE	음이온성	0.2	-4.4	1.0:1.0
13	0.2%	위트코 C-6094	음이온성	0.2	-1.0	1.0:1.0

FC: 계면활성제 비율은 플루오로화합물 대 분산제와 계면활성제 합계의 비율이다.
실시예 4 및 5를 상이한 양으로 첨가된 계면활성제를 사용하여 반복하였다.
* owf: 섬유의 중량 기준
** 시험 방법 1 및 2
*** 블렌드 조성, 표 2 참조

표 6B

[0152]

비교예 A 내지 I에 대한 결과						
실시예 번호	플루오로화합물 %owf*, 100% 고형물 기준	계면활성제 상표명	이온 성질	% owf* 계면활성제, 100% 고형물 기준	나일론 카펫 드럼 오염 시험**, 플루오로화합물 단독에 대해. 델타 델타 E	FC:계면활성제 비율
A	0.2%	아르쿼드 16-29	양이온성	0.2	18.7	1.0:1.0
B	0.2%	아르쿼드 18-50	양이온성	0.2	9.6	1.0:1.0
C	0.2%	아르쿼드 2C-75	양이온성	0.2	12.9	1.0:1.0
D	0.2%	아비텍스 2153	양이온성	0.2	16.6	1.0:1.0
E	0.2%	아비텍스 E	양이온성	0.2	10.7	1.0:1.0
F	0.2%	브리지 78	비이온성	0.2	1.8	1.0:1.0
G	0.2%	에토쿼드 C/25	양이온성	0.2	11.8	1.0:1.0
H	0.2%	테르지톨 NP-9	비이온성	0.2	14.2	1.0:1.0
I	0.2%	다우팩스 2A4	음이온성	4.0	4.0	0.05:1.0

FC: 계면활성제 비율은 플루오로화합물 대 분산제와 계면활성제 합계의 비율이다.
* owf: 섬유의 중량 기준
** 시험 방법 1 및 2

[0153] 표 6A 및 6B에서의 데이타는, 음이온성 비-플루오르화 계면활성제가 첨가되지 않은 동일한 플루오로화합물로 처리된 카펫에 비하여, 존재하는 음이온성 비-플루오르화 계면활성제를 갖는 실시예 1 내지 13에서 더 낮은 오염을 나타내었다. 비교예 A 내지 H는, 적용에 앞서 양이온성 또는 비이온성 비-플루오르화 계면활성제를 플루오로화합물 오염 방지제에 첨가할 때 더 높은 오염을 나타내었다. 비교예 I는 0.05:1.0의 FC:계면활성제 비율에서 개선된 오염 방지 개선이 존재하지 않음을 나타내었다.

[0154] **실시예 14**

[0155] 이 실시예는, 분산된 플루오로화합물 오염 방지제에 상당한 양의 음이온성 비-플루오르화 계면활성제를 첨가함으로써, 세탁되지 않은 용액 착색 나일론 6,6 섬유로 구성된 카펫의 오염 방지 성능의 향상을 조사하였다. 이 실시예에서 사용된 카펫은, 황갈색의 세탁되지 않은 용액 착색 나일론 6,6 표면 섬유로 이루어진 수평 루프 시판 카펫 (26 oz/yd^2, 0.88 kg/m^2)으로 구성되었다. 이 실시예를 대한 대조 카펫을 실시예 1 내지 13에서 사용된 것과 동일한 분산된 플루오로화합물 오염 방지제로 처리하였으며, 이것을 25% wpu에서 분무 적용하고 250°F (121℃)의 카펫 표면 온도로 건조시켰다. 시험 조성물은 실시예 1 내지 13에서 사용된 것과 동일한 분산된 플루오로화합물 오염 방지제 + 음이온성 비-플루오르화 계면활성제 시네젠(CENEGEN) 7 (미국 노쓰캐롤라이나 샤로트의 요크셔 아메리카(Yorkshire America)로부터 입수가능함)로 만들어졌다. 시험 조성물을 25% wpu에서 분무 적용으로 카펫에 적용하고 250°F (121℃)의 카펫 표면 온도로 건조시켰다. 대조 및 시험 조성물에 대한 적용 수준을 표 7에 나타낸다. 동일한 분산된 플루오로화합물 오염 방지제로 처리된 대조 카펫에 대조하여, 오염 촉진 방법에 의해 카펫을 시험하였다. 시험 카펫을 시험 방법 1 및 2에 따라 평가하여, 표 7에 나타낸 오염 성능의 색 측정을 제공하였다.

표 7

[0156]

실시예 14에 대한 결과					
플루오로화합물, %owf*, 100% 고형물 기준	계면활성제 상표명	이온 성질	%owf* 계면활성제, 100% 고형물 기준	플루오로화합물 단독에 대한 나일론 카펫 드럼 오염 시험** 델타 델타 E	FC:계면활성제 비율
0.2%	시네젠 7	음이온성	0.36	-1.6	0.6:1.0
FC:계면활성제 비율은 플루오로화합물 대 분산제와 계면활성제의 합계의 비율이다. * owf: 섬유의 중량 기준 ** 시험 방법 1 및 2					

[0157] 표 7에서의 데이타는, 음이온성 비-플루오르화 계면활성제가 첨가되지 않은 동일한 플루오로화합물 오염 방지제로 처리된 카펫에 비하여, 세탁되지 않은 용액 착색 나일론 6,6 섬유로 만들어진 카펫을 위한 플루오로화합물 오염 방지제에 음이온성 비-플루오르화 계면활성제를 첨가할 때 더 낮은 오염을 나타내었다.

[0158] **실시예 15**

[0159] 이 실시예는, 상당한 양의 음이온성 비-플루오르화 계면활성제를 플루오로화합물 오염 방지제에 첨가함으로써 세탁되지 않은 3 gT 폴리에스테르 섬유로 구성된 카펫의 오염 방지 성능을 향상을 조사하였다. 이 실시예에서 사용된 카펫은, 세탁되지 않은 PTT 폴리에스테르 표면 섬유로 이루어진 수평 루프 시판 카펫(28 oz/yd^2, 0.95 kg/m^2)으로 구성되었다. 시험 조성물은, 1-메틸-2,4-디이소시아네이토벤젠 대신에 헥사메틸렌 디이소시아네이트를 사용하여 플루오로알콜 시트레이트 우레탄이 제조되고 음이온적으로 분산되는 것 이외에는, 미국 특허 3,923,715호의 실시예 2에 개시된 플루오로알콜 시트레이트 우레탄 및 폴리(메틸메타크릴레이트) 혼합물을 9.1% 수준으로 함유하는, 분산된 플루오로화합물 오염 방지제 (미국 델라웨어주 윌밍턴의 이.아이.듀퐁 드 네무와 앤드 컴퍼니로부터 입수가능함)로 만들어졌다. 분산된 플루오로화합물 오염 방지제는 0.3% 수준으로 분산제를 함유하였으며, 플루오로화합물:분산제의 비율이 30:1이었다. 첨가된 음이온성 비-플루오르화 계면활성제는 수프랄레이트(SUPRALATE) WAQE (미국 텍사스주 휴스턴의 위트코 컴퍼니로부터 입수가능함)이었다. 이 실시예를 대한 대조 카펫을 동일한 플루오로화합물 오염 방지제로 처리하고, 이것을 25% wpu로 분무 적용하고 250°F (121℃)의 카펫 표면 온도로 건조시켰다. 대조 및 시험 조성물에 대한 적용 수준을 표 8에 나타낸다. 시험 조성물을 25% wpu에서 분무 적용으로 카펫에 적용하고, 250°F (121℃)의 카펫 표면 온도로 건조시켰다. 시험 카펫을 대조 카펫에 대하여 시험 방법 3, 바닥 통행 오염 방법에 의해 시험하였다. 카펫을 32,000 보행으로 처리하였다. 이어서, 시험 방법 2, 오염 성능의 색 측정에 따라 카펫을 평가하고, 얻어진 데이타를 표 8에 나타낸다.

표 8

[0160]

실시예 15에 대한 결과					
플루오로화합물, %owf*, 100% 고형물 기준	계면활성제 상표명	이온 성질	%owf* 계면활성제, 100% 고형물 기준	PTT** 폴리에스테르 카펫. 통행 오염 시험*** 델타 델타 E	FC:계면활성제 비율
0.28%	수프랄레이트 WAQE	음이온성	0.11	-1.4	2.6:1.0
FC:계면활성제 비율은 플루오로화합물 대 분산제와 계면활성제의 합계의 비율이다. * owf: 섬유의 중량 기준 ** PTT=폴리(트리메틸렌테레프탈레이트)폴리에스테르 섬유 *** 시험 방법 2 및 3					

[0161] 표 8의 데이타는, 음이온성 비-플루오르화 계면활성제가 첨가되지 않은 동일한 플루오로화합물 오염 방지제로 처리된 카펫에 비하여, 세탁되지 않은 폴리(트리메틸렌테레프탈레이트)폴리에스테르 섬유로 이루어진 카펫을 위한 플루오로화합물 오염 방지제에 음이온성 비-플루오르화 계면활성제를 첨가한 경우에 더 낮은 오염을 나타내었다.

[0162] **실시예 16**

[0163] 이 실시예는, 플루오로화합물 오염 방지제에 상당한 양의 음이온성 비-플루오르화 계면활성제를 첨가함으로써 면 섬유로 만들어진 카펫의 오염 방지 성능의 향상을 조사하였다. 이 실시예에서 사용된 카펫은 면 표면 섬유로 이루어진 컷-파일(cut-pile) 주거용 카펫 (40 oz/yd^2, 1.36 kg/m^2)으로 구성되었다. 시험 조성물은 실시예 15에서와 동일한 분산된 플루오로화합물 오염 방지제 + 음이온성 비-플루오르화 계면활성제 수프랄레이트 WAQE (미국 텍사스주 휴스턴의 위트코 컴퍼니로부터 입수가능함)로 만들어졌다. 이 실시예를 대한 대조 카펫을 동일한 플루오로화합물 오염 방지제로 처리하고, 이것을 25% wpu로 분무 적용하고 250°F (121℃)의 카펫 표면 온도로 건조시켰다. 대조 및 시험 조성물에 대한 적용 수준을 표 9에 나타낸다. 시험 조성물을 25% wpu로 분무 적용으로 카펫에 적용하고 250°F (121℃)의 카펫 표면 온도로 건조시켰다. 시험 카펫을 동일한 분산된 플루오로화합물로 처리되어진 대조 카펫에 대조하여 오염 촉진 방법 (시험 방법 1)에 의해 시험하였다. 이어서, 시험 방법 2, 오염 성능의 색 측정에 따라 카펫을 평가하고 결과의 데이타를 표 9에 나타낸다.

표 9

[0164]

실시예 16에 대한 결과					
플루오로화합물, %owf*, 100% 고형물 기준	계면활성제 상표명	이온 성질	%owf* 계면활성제, 100% 고형물 기준	면 카펫. 통행 오염 시험** 델타 델타 E	FC:계면활성제 비율
0.44%	수프랄레이트 WAQE	음이온성	0.24	-3.9	1.8:1.0
FC:계면활성제 비율은 플루오로화합물 대 분산제와 계면활성제의 합계의 비율이다. * owf: 섬유의 중량 기준 ** 시험 방법 1 및 2					

[0165] 표 9의 데이타는, 음이온성 비-플루오르화 계면활성제를 첨가하지 않은 동일한 플루오로화합물 오염 방지제로 처리된 카펫에 비하여, 면 섬유로 이루어진 카펫을 위한 플루오로화합물 오염 방지제에 음이온성 비-플루오르화 계면활성제를 첨가할 때 더 낮은 오염을 나타내었다.