



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2024-0018315
(43) 공개일자 2024년02월13일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

D06M 15/03 (2006.01) D06M 13/144 (2006.01)
D06M 13/184 (2006.01) D06M 13/432 (2006.01)
D06M 15/643 (2006.01) D06M 101/06 (2006.01)

(52) CPC특허분류

D06M 15/03 (2013.01)
D06M 13/144 (2013.01)

(21) 출원번호 10-2022-0096400

(22) 출원일자 2022년08월02일

심사청구일자 2022년08월02일

(71) 출원인

국립창원대학교 산학협력단

경상남도 창원시 의창구 창원대로 20(퇴촌동)

(72) 발명자

송정일

경상남도 창원시 성산구 창원대로1209번길 22 (성주동, 프리빌리지 2차)

리막실

경상남도 창원시 의창구 사림로85번길 4-5, 302호 (사림동)

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

김종선, 이형석

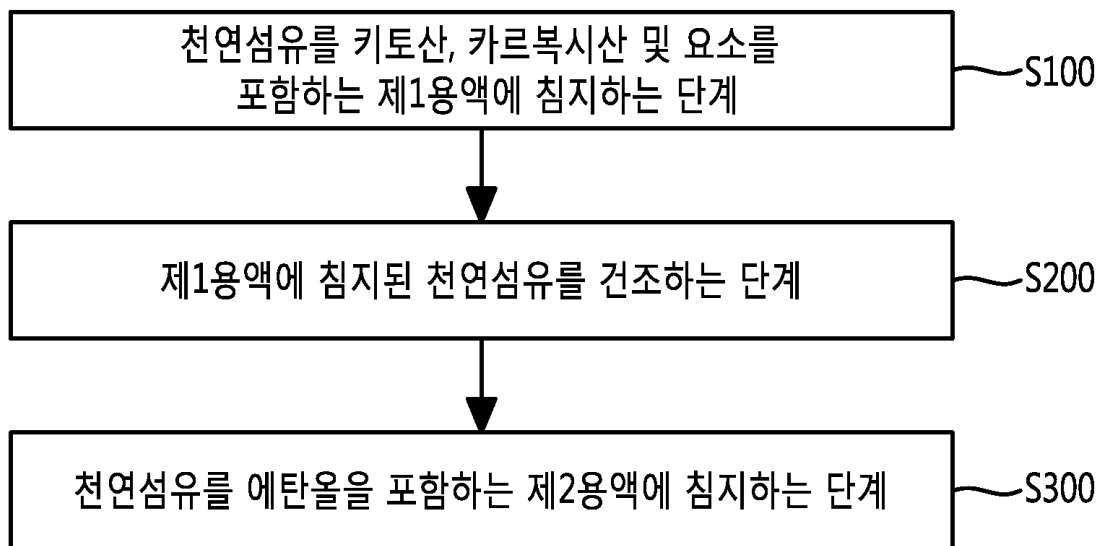
전체 청구항 수 : 총 14 항

(54) 발명의 명칭 친환경 난연섬유 및 이의 제조방법

(57) 요약

본 발명은 친환경 난연섬유 및 이의 제조방법에 관한 것으로, 보다 구체적으로 천연섬유를 두 종류의 수용액을 통해 순차적으로 표면처리하여 제조되는 친환경 난연섬유 및 이의 제조방법에 관한 것이다. 본 발명에 의하면, 가연성의 천연섬유를 친환경 난연제를 이용하여 표면처리 함에 따라 난연성 및 내구성을 향상시킬 수 있다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

D06M 13/184 (2013.01)

D06M 13/432 (2013.01)

D06M 15/643 (2013.01)

D06M 2101/06 (2013.01)

D06M 2200/30 (2013.01)

(72) 발명자

무추코타 나렌드라 프라바카

경상남도 창원시 의창구 퇴촌로25번길 13-8, B105
호 (사림동)

이동우

경상남도 창원시 성산구 비읍로 191 (성산반도유보
라아이비파크)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	1345347088
과제번호	2018R1A6A1A03024509
부처명	교육부
과제관리(전문)기관명	한국연구재단
연구사업명	이공학학술연구기반구축
연구과제명	신소재 연구센터
기 여 율	1/2
과제수행기관명	창원대학교 산학협력단
연구기간	2018.06.01 ~ 2027.02.28

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	1711167872
과제번호	2021R1A2B5B03002355
부처명	과학기술정보통신부
과제관리(전문)기관명	한국연구재단
연구사업명	개인기초연구(과기정통부)
연구과제명	자가회복 특성을 지닌 친환경 바이오 자가회복 복합재료 개발
기 여 율	1/2
과제수행기관명	창원대학교 산학협력단
연구기간	2021.03.01 ~ 2023.02.28

명세서

청구범위

청구항 1

천연섬유를 키토산(chitosan), 카르복시산 및 요소(urea)를 포함하는 제1 용액에 침지하는 단계;

상기 제1 용액에 침지된 천연섬유를 건조하는 단계; 및

상기 건조된 천연섬유를 알코올을 포함하는 제2 용액에 침지하는 단계;를 포함하는, 친환경 난연섬유의 제조방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 천연섬유는 셀룰로오스를 함유하는 식물성 섬유인 것을 특징으로 하는, 친환경 난연섬유의 제조방법.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 천연섬유는 면 섬유, 마 섬유, 삼베 섬유, 사이잘 섬유, 바닐라마 섬유, 야자 섬유 및 코이어 섬유로 이루어진 군으로부터 선택되는 어느 하나 이상을 포함하는, 친환경 난연섬유의 제조방법.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 카르복시산은 아세트산, 폼산, 프로피온산, 옥살산, 말론산, 숙신산, 팔미트산, 스테아르산, 올레산, 벤조산, 살리실산 및 리놀렌산으로 이루어진 군으로부터 선택되는 어느 하나 이상을 포함하는, 친환경 난연섬유의 제조방법.

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 알코올은 메탄올, 에탄올, n-프로판올, 이소프로판올, 글리세린, n-부탄올, 이소부탄올, tert-부탄올, n-펜탄올, 이소펜탄올, n-헥산올, 이소헥산올, n-헵탄올, 이소헵탄올, n-옥탄올, 이소옥탄올, n-노난올, 이소노난올, n-데칸올, 이소데칸올, 2-메톡시에탄올 및 2-에톡시에탄올로 이루어진 군으로부터 선택되는 어느 하나 이상을 포함하는, 친환경 난연섬유의 제조방법.

청구항 6

제1항에 있어서,

상기 제2 용액은 테트라알킬 오르토실리케이트(tetraalkyl orthosilicate, TAOS) 및 첨가제를 더 포함하는, 친환경 난연섬유의 제조방법.

청구항 7

제6항에 있어서,

상기 테트라알킬 오르소실리케이트는 테트라에틸 오르소실리케이트(tetraethyl orthosilicate, TEOS), 테트라메틸 오르소실리케이트(tetramethyl orthosilicate, TMOS), 테트라프로필 오르소실리케이트(tetrapropyl orthosilicate, TPOS) 및 테트라부틸 오르소실리케이트(tetrabutyl orthosilicate, TBOS)으로 이루어진 군으로부터 선택되는 어느 하나 이상을 포함하는, 친환경 난연섬유의 제조방법.

청구항 8

제6항에 있어서,

상기 첨가제는 피트산, 아스코르브산, 코지산, 무기산 및 리소포스파티드산으로 이루어진 군으로부터 선택되는 어느 하나 이상을 포함하는, 친환경 난연섬유의 제조방법.

청구항 9

제1항에 있어서,

상기 제1 용액에 침지하는 단계는 20 내지 60 ℃에서 10 내지 100분 동안 수행되는 것인, 친환경 난연섬유의 제조방법.

청구항 10

제1항에 있어서,

상기 제1 용액에 침지된 천연섬유를 건조하는 단계는 20 내지 40 ℃에서 1 내지 20 시간 동안 수행되는 것인, 친환경 난연섬유의 제조방법.

청구항 11

제1항에 있어서,

상기 제2 용액에 침지하는 단계는 20 내지 60 ℃에서 10 내지 100분 동안 수행되는 것인, 친환경 난연섬유의 제조방법.

청구항 12

제1항에 있어서,

상기 제2 용액에 침지된 천연섬유를 건조하는 단계;를 더 포함하는, 친환경 난연섬유의 제조방법.

청구항 13

제12항에 있어서,

상기 제2 용액에 침지된 천연섬유를 건조하는 단계는 20 내지 40 ℃에서 1 내지 20 시간 동안 수행되는 것인, 친환경 난연섬유의 제조방법.

청구항 14

천연섬유;

상기 천연섬유 상에 형성되고, 키토산(chitosan), 카르복시산 및 요소(urea)을 포함하는 제1 층; 및
상기 제1 층 상에 형성되고, 알코올을 포함하는 제2 층;을 포함하는, 친환경 난연섬유.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 친환경 난연섬유 및 이의 제조방법에 관한 것으로, 보다 구체적으로 천연섬유를 두 종류의 수용액을 통해 순차적으로 표면처리하여 제조되는 친환경 난연섬유 및 이의 제조방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 천연섬유란 섬유 중에서 천연 그대로의 상태에서 이미 섬유상으로 되어 있고, 비교적 간단한 물리적 조작에 의해 섬유로서 이용할 수 있는 것을 의미한다. 크게 나누어 식물 섬유(면화, 아마 등), 동물 섬유(견, 양모 등), 광물 섬유(석면)로 구분할 수 있다.

[0003] 천연섬유는 친환경성과 경량성 등으로 인하여 복합재료의 제조 연구에 활발하게 활용되고 있으나, 가연성으로 인하여 응용분야가 제한되고 있는 실정이다. 이러한 천연섬유를 친환경 난연제를 이용하여 난연화 시킬 경우 친환경성을 유지함과 동시에, 난연 복합재료를 제조하기 위한 보강재로써 활용하는 것이 가능하다.

[0004] 최근에는 물리적, 화학적으로 더욱 견고하면서도 친환경적인 난연성의 복합섬유에 대한 요구가 커지고 있다.

[0005] 이에 본 발명자들은 천연섬유를 두 종류의 수용액(난연제)를 통해 순차적으로 표면처리하여 고난연화 및 내구성을 향상시킬 수 있음을 확인하여 본 발명을 완성하였다.

선행기술문헌

특허문헌

[0006] (특허문헌 0001) 대한민국 등록특허공보 제10-1302974호

(특허문헌 0002) 대한민국 등록특허공보 제10-2206991호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0007] 본 발명은 가연성의 천연섬유를 친환경 난연제를 이용하여 표면처리 함에 따라 난연성 및 내구성이 향상된 친환경 난연섬유 및 이의 제조방법을 제공하는 것을 첫번째 목적으로 한다.

[0008] 또한, 본 발명은 단순화된 공정으로 천연섬유의 난연성을 향상시킬 수 있는 친환경 난연섬유 및 이의 제조방법을 제공하는 것을 두번째 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

[0009] 상기 목적을 달성하기 위하여, 본 발명은 천연섬유를 키토산(chitosan), 카르복시산 및 요소(urea)를 포함하는 제1 용액에 침지하는 단계; 상기 제1 용액에 침지된 천연섬유를 건조하는 단계; 및 상기 건조된 천연섬유를 알코올을 포함하는 제2 용액에 침지하는 단계;를 포함하는, 친환경 난연섬유의 제조방법을 개시한다.

[0010] 여기서, 상기 천연섬유는 셀룰로오스를 함유하는 식물성 섬유일 수 있다.

[0011] 여기서, 상기 천연섬유는 면 섬유, 마 섬유, 삼베 섬유, 사이잘 섬유, 바닐라마 섬유, 야자 섬유 및 코이어 섬유로 이루어진 군으로부터 선택되는 어느 하나 이상을 포함할 수 있다.

- [0012] 여기서, 상기 카르복시산은 아세트산, 폼산, 프로피온산, 옥살산, 말론산, 숙신산, 팔미트산, 스테아르산, 올레산, 벤조산, 살리실산 및 리놀렌산으로 이루어진 군으로부터 선택되는 어느 하나 이상을 포함할 수 있다.
- [0013] 여기서, 상기 알코올은 메탄올, 에탄올, n-프로판올, 이소프로판올, 글리세린, n-부탄올, 이소부탄올, tert-부탄올, n-펜탄올, 이소펜탄올, n-헥산올, 이소헥산올, n-헵탄올, 이소헵탄올, n-옥탄올, 이소옥탄올, n-노난올, 이소노난올, n-데칸올, 이소데칸올, 2-메톡시에탄올 및 2-에톡시에탄올로 이루어진 군으로부터 선택되는 어느 하나 이상을 포함할 수 있다.
- [0014] 여기서, 상기 제2 용액은 테트라알킬 오르소실리케이트(tetraalkyl orthosilicate, TAOS) 및 첨가제를 더 포함할 수 있다.
- [0015] 여기서, 상기 테트라알킬 오르소실리케이트는 테트라에틸 오르소실리케이트(tetraethyl orthosilicate, TEOS), 테트라메틸 오르소실리케이트(tetramethyl orthosilicate, TMOS), 테트라프로필 오르소실리케이트(tetrapropyl orthosilicate, TPOS) 및 테트라부틸 오르소실리케이트(tetrabutyl orthosilicate, TBOS)으로 이루어진 군으로부터 선택되는 어느 하나 이상을 포함할 수 있다.
- [0016] 여기서, 상기 첨가제는 피트산, 아스코르브산, 코지산, 무기산 및 리소포스파티드산으로 이루어진 군으로부터 선택되는 어느 하나 이상을 포함할 수 있다.
- [0017] 여기서, 상기 제1 용액에 침지하는 단계는 20 내지 60 °C에서 10 내지 100분 동안 수행될 수 있다.
- [0018] 여기서, 상기 제1 용액에 침지된 천연섬유를 건조하는 단계는 20 내지 40 °C에서 1 내지 20 시간 동안 수행될 수 있다.
- [0019] 여기서, 상기 제2 용액에 침지하는 단계는 20 내지 60 °C에서 10 내지 100분 동안 수행될 수 있다.
- [0020] 여기서, 본 발명은 상기 제2 용액에 침지된 천연섬유를 건조하는 단계;를 더 포함할 수 있다.
- [0021] 여기서, 상기 제2 용액에 침지된 천연섬유를 건조하는 단계는 20 내지 40 °C에서 1 내지 20 시간 동안 수행될 수 있다.
- [0022] 한편, 상술한 목적을 달성하기 위하여, 본 발명은 천연섬유; 상기 천연섬유 상에 형성되고, 키토산(chitosan), 카르복시산 및 요소(urea)을 포함하는 제1 층; 및 상기 제1 층 상에 형성되고, 알코올을 포함하는 제2 층;을 포함하는, 친환경 난연섬유를 추가로 개시한다.

발명의 효과

- [0023] 본 발명에 의하면, 가연성의 천연섬유를 친환경 난연제를 이용하여 표면처리 함에 따라 난연성 및 내구성을 향상시킬 수 있다.
- [0024] 본 발명에 의하면, 단순화된 공정으로 천연섬유의 난연성을 향상시킬 수 있으며, 우수한 난연성을 갖는 동시에 표면의 내구성이 향상된 친환경 난연섬유를 얻을 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0025] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 친환경 난연섬유의 제조방법의 각 단계를 순서도로 도시한 것이다.
- 도 2는 본 발명의 일 실시예에 따른 친환경 난연섬유의 제조방법을 각 단계 별 그림으로 도시한 것이다.
- 도 3은 본 발명의 일 실시예에 따라 제조된 친환경 난연섬유의 수직연소시험 결과를 사진으로 도시한 것이다.
- 도 4는 본 발명의 일 실시예에 따라 제조된 친환경 난연섬유의 수분 흡수 거동 측정 결과를 사진으로 도시한 것이다.
- 도 5는 본 발명의 일 실시예에 따라 제조된 친환경 난연섬유의 내마모시험 결과를 사진 및 그래프로 도시한 것이다.
- 도 6은 본 발명의 일 실시예에 따라 제조된 친환경 난연섬유의 세척 후 난연성 평가 결과를 사진으로 도시한 것이다.
- 도 7은 본 발명의 일 실시예에 따라 제조된 친환경 난연섬유의 FT-IR 분광법 측정 결과를 그래프로 도시한 것이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0026] 본 출원에서 사용하는 용어는 단지 특정한 예시를 설명하기 위하여 사용되는 것이다. 때문에 가령 단수의 표현은 문맥상 명백하게 단수여야만 하는 것이 아닌 한, 복수의 표현을 포함한다. 덧붙여, 본 출원에서 사용되는 "포함하다" 또는 "구비하다" 등의 용어는 명세서 상에 기재된 특징, 단계, 기능, 구성요소 또는 이들을 조합한 것이 존재함을 명확히 지칭하기 위하여 사용되는 것이지, 다른 특징들이나 단계, 기능, 구성요소 또는 이들을 조합한 것의 존재를 예비적으로 배제하고자 사용되는 것이 아님에 유의해야 한다.
- [0027] 한편, 다르게 정의되지 않는 한, 본 명세서에서 사용되는 모든 용어들은 본 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자에 의해 일반적으로 이해되는 것과 동일한 의미를 가진 것으로 보아야 한다. 따라서, 본 명세서에서 명확하게 정의하지 않는 한, 특정 용어가 과도하게 이상적이거나 형식적인 의미로 해석되어서는 안 된다.
- [0028] 본 발명에서 사용되는 용어, "난연"은 가연과 불연의 중간 성질이며 연소하기 어려운 재료의 성질을 의미한다. 보다 구체적으로, 난연은 불꽃에 접촉하고 있을 때는 타지만 불꽃을 제거하면 스스로 불꽃을 내면서 연소하는 것을 방지 또는 억제하는 성질을 의미한다. 난연은 불꽃을 접촉하여도 연소가 전혀 일어나지 않는 불연성, 자체적으로 연소가 활성화되는 가연성과 대비될 수 있다.
- [0029] 본 발명에서 사용되는 용어, "침지(dipping)"는 각종 액체에 재료를 적셔 그 표면에 액체를 부착 또는 내부까지 침입시키는 조작을 의미하며, 담지, 투입, 투여, 첨가, 부가 등과 혼용될 수 있다.
- [0031] 본 명세서는 천연섬유를 키토산(chitosan), 카르복시산 및 요소(urea)를 포함하는 제1 용액에 침지하는 단계; 상기 제1 용액에 침지된 천연섬유를 건조하는 단계; 및 상기 건조된 천연섬유를 알코올을 포함하는 제2 용액에 침지하는 단계;를 포함하는, 친환경 난연섬유의 제조방법을 개시한다.
- [0032] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 친환경 난연섬유의 제조방법의 각 단계를 순서도로 도시한 것이다. 도 1을 참조하면, 본 발명의 일 실시예에 따른 친환경 난연섬유의 제조방법은 천연섬유를 키토산(chitosan), 카르복시산 및 요소(urea)를 포함하는 제1 용액에 침지하는 단계; 상기 제1 용액에 침지된 천연섬유를 건조하는 단계; 및 상기 건조된 천연섬유를 알코올을 포함하는 제2 용액에 침지하는 단계;를 포함하는 것을 확인할 수 있다.
- [0033] 본 발명의 친환경 난연섬유의 제조방법에서 사용되는 천연섬유는 식물섬유인 것이 바람직하고, 셀룰로오스를 함유하는 식물성 섬유인 것이 더욱 바람직하다. 보다 구체적으로, 식물섬유에 해당하는 종자모섬유(면화, 케이폭면 등), 인피섬유(아마, 저마, 황마, 대마 등), 엽맥섬유(마닐라마, 사이잘마, 뉴질랜드마 등), 과실섬유(코이어 등) 등이 모두 활용가능할 수 있다.
- [0034] 본 발명의 천연섬유는 면 섬유, 마 섬유, 삼베 섬유, 사이잘 섬유, 바닐라마 섬유, 야자 섬유 및 코이어 섬유로 이루어진 군으로부터 선택되는 어느 하나 이상을 포함할 수 있다. 특히, 본 발명의 천연섬유는 면 섬유인 것이 바람직하며, 섬유의 표면이 셀룰로오스를 포함한다면 상술한 식물섬유 이외에 다양한 식물성 천연섬유의 사용이 가능하다.
- [0035] 본 발명의 제1 용액에 있어서, 상기 카르복시산은 아세트산, 폼산, 프로피온산, 옥살산, 말론산, 숙신산, 팔미트산, 스테아르산, 올레산, 벤조산, 살리실산 및 리놀렌산으로 이루어진 군으로부터 선택되는 어느 하나 이상을 포함할 수 있다. 특히, 본 발명의 제1 용액에 있어서, 상기 카르복시산은 아세트산(acetic acid)인 것이 바람직하나, 이에 한정되는 것은 아니다.
- [0036] 본 발명의 제1 용액에 있어서, 상기 키토산은 천연섬유의 고난연화 및 고내구성을 위하여 키토산 이외에도 키토산 기반 화합물인 것이 바람직하고, 경우에 따라 키틴(chitin), 펙틴(pectin), 콜라겐(collagen), 젤라틴(gelatin), 히알루론산(hyaluronic acid), 헤파린(heparin), 알지네이트(alginate) 등으로 대체될 수도 있다.
- [0037] 본 발명의 제1 용액에 있어서, 상기 요소는 무색무취의 결정성 물질로써 요소 분자($\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$) 구조를 포함하고 있으면 족하고, 단분자 형태 뿐만 아니라 화합물 형태여도 무방하다.
- [0038] 본 발명의 제1 용액에 있어서, 상기 요소는 요소 이외에도 요소 기반 화합물인 것이 바람직하고, 보다 구체적으로 단분자 형태의 요소(urea) 이외에도 티오 요소(thiourea), 과산화 요소(urea peroxide), 폴리옥시메틸렌 요소(polyoxymethylene urea), 폴리옥시메틸렌 시아노구아니딘 요소(polyoxymethylene cyanoguanidine urea), 이미다졸리딘 요소(imidazolidinyl urea), 하이드록시에틸 요소(hydroxyethyl urea), 디메틸

urea), 디메틸올 요소(dimethylol urea), 디아졸리디닐 요소(diazolidinyl urea), m-디메틸아미노페닐 요소(m-dimethylaminophenyl urea), 디메틸올 에틸렌 티오 요소(dimethylol ethylene thiourea) 및 모노에탄올 요소(monoethanol urea)로 이루어진 군으로부터 선택되는 어느 하나 이상을 포함할 수 있다.

- [0039] 본 발명의 제2 용액에 있어서, 상기 알코올은 1 내지 6가의 탄소수 1 내지 50의 알코올(예를 들어, 지방족 알코올)을 포함할 수 있다. 특히, 상기 알코올은 1 내지 6가의 탄소수 1 내지 10의 알코올이 더욱 바람직하나, 이에 한정되는 것은 아니다.
- [0040] 보다 구체적으로, 본 발명의 제2 용액에 있어서, 상기 알코올은 메탄올, 에탄올, n-프로판올, 이소프로판올, 글리세린, n-부탄올, 이소부탄올, tert-부탄올, n-펜탄올, 이소펜탄올, n-헥산올, 이소헥산올, n-헵탄올, 이소헵탄올, n-옥탄올, 이소옥탄올, n-노난올, 이소노난올, n-데칸올, 이소데칸올, 2-메톡시에탄올 및 2-에톡시에탄올로 이루어진 군으로부터 선택되는 어느 하나 이상을 포함할 수 있다. 특히, 본 발명의 제2 용액에 있어서, 상기 알코올은 함께 투입되는 피트산의 용해를 위하여 에탄올인 것이 바람직하나, 이에 한정되는 것은 아니다.
- [0041] 또한, 본 발명의 친환경 난연섬유의 제조방법에서 상기 제2 용액은 실리카 전구체 및 첨가제를 더 포함할 수 있다. 여기서, 상기 실리카 전구체는 테트라알킬 오르소실리케이트(tetraalkyl orthosilicate, TAOS)를 포함할 수 있다.
- [0042] 즉, 가연성의 천연섬유를 표면처리 함에 있어 난연성 및 내구성을 향상시키기 위하여 제2 용액은 에탄올, 테트라알킬 오르소실리케이트 및 첨가제를 포함하는 것이 바람직하나, 이에 한정되는 것은 아니다.
- [0043] 본 발명의 제2 용액에 있어서, 상기 테트라알킬 오르소실리케이트는 테트라에틸 오르소실리케이트(tetraethyl orthosilicate, TEOS), 테트라메틸 오르소실리케이트(tetramethyl orthosilicate, TMOS), 테트라프로필 오르소실리케이트(tetrapropyl orthosilicate, TPOS) 및 테트라부틸 오르소실리케이트(tetrabutyl orthosilicate, TBOS)으로 이루어진 군으로부터 선택되는 어느 하나 이상을 포함할 수 있다.
- [0044] 또한, 본 발명의 제2 용액에 있어서, 상기 첨가제는 피트산, 아스코르브산, 코지산, 무기산 및 리소포스파티드산으로 이루어진 군으로부터 선택되는 어느 하나 이상을 포함할 수 있다. 특히, 본 발명의 제2 용액에 있어서, 상기 첨가제는 피트산인 것이 바람직하나, 이에 한정되는 것은 아니다. 상기 피트산(phytic acid)은 콩류, 나무의 열매, 곡류의 외피에 많이 분포되어 있는 천연식물 항산화제이다. 상기 피트산은 물, 아세톤, 함수에탄올에 특히 잘 용해되고, 화학식은 $C_6H_{18}O_{24}P_6$ 이고, 분자량은 660.03이다.
- [0045] 본 발명의 친환경 난연섬유의 제조방법에서 상기 제1 용액은 용매인 물(water)에 키토산(chitosan), 카르복시산 및 요소(urea)를 투입하고 20 내지 40 °C에서 1 내지 300분 동안 휘젓는(stirring) 과정을 거쳐 제조될 수 있다.
- [0046] 본 발명의 친환경 난연섬유의 제조방법에서 상기 제1 용액에 침지하는 단계는 20 내지 60 °C에서 10 내지 100분 동안 수행되는 것이 바람직하고, 30 내지 50 °C에서 20 내지 50분 동안 수행되는 것이 더욱 바람직하다.
- [0047] 본 발명의 친환경 난연섬유의 제조방법에서 상기 제1 용액에 침지된 천연섬유를 건조하는 단계는 20 내지 40 °C에서 1 내지 20 시간 동안 수행되는 것이 바람직하고, 25 내지 30 °C에서 4 내지 12 시간 동안 수행되는 것이 더욱 바람직하다. 특히, 상기 제1 용액에 침지된 천연섬유를 건조하는 단계는 천연섬유를 건조할 수 있는 환경이라면, 실온에서 건조하는 것도 무방하다.
- [0048] 본 발명의 친환경 난연섬유의 제조방법에서 상기 제2 용액은 알코올을 포함할 수 있고, 추가적으로 알코올 용매에 테트라알킬 오르소실리케이트 및 첨가제를 투입하고 20 내지 40 °C에서 1 내지 150분 동안 휘젓는(stirring) 과정을 거쳐 제조될 수 있다. 여기서, 상기 알코올은 에탄올인 것이 바람직하나, 이에 한정되는 것은 아니다. 여기서, 상기 테트라알킬 오르소실리케이트는 테트라에틸 오르소실리케이트(tetraethyl orthosilicate, TEOS)인 것이 바람직하나, 이에 한정되는 것은 아니다. 여기서, 상기 첨가제는 피트산(phytic acid)인 것이 바람직하나, 이에 한정되는 것은 아니다.
- [0049] 본 발명의 친환경 난연섬유의 제조방법에서 상기 제2 용액에 침지하는 단계는 20 내지 60 °C에서 10 내지 100분 동안 수행되는 것이 바람직하고, 30 내지 50 °C에서 20 내지 50분 동안 수행되는 것이 더욱 바람직하다.
- [0050] 또한, 본 발명의 친환경 난연섬유의 제조방법은 상기 제2 용액에 침지된 천연섬유를 건조하는 단계;를 더 포함하는 것이 바람직하나, 이에 한정되는 것은 아니다.
- [0051] 또한, 본 발명의 친환경 난연섬유의 제조방법에서 상기 제2 용액에 침지된 천연섬유를 건조하는 단계는 20 내지

40 ℃에서 1 내지 20 시간 동안 수행되는 것이 바람직하고, 25 내지 30 ℃에서 4 내지 12 시간 동안 수행되는 것이 더욱 바람직하다. 특히, 상기 제2 용액에 침지된 천연섬유를 건조하는 단계는 천연섬유를 건조할 수 있는 환경이라면, 실온에서 건조하는 것도 무방하다.

[0052] 본 발명의 친환경 난연섬유의 제조방법은 천연섬유를 상기 제1 용액에 침지하고 건조한 다음, 상기 제2 용액에 침지하고 건조시킴으로써 고난연화와 동시에 난연처리된 천연섬유 표면의 내구성을 향상시킬 수 있다. 이때, 상기 천연섬유는 상기 제1 용액 성분에 의하여 1차 표면처리될 수 있고, 상기 제2 용액 성분에 의하여 2차 표면처리될 수 있다.

[0053] 또한, 본 발명의 친환경 난연섬유의 제조방법은 천연섬유의 고난연화와 고내구성을 위하여 상기 천연섬유를 상기 제1 용액에 먼저 침지하고 건조시킨 다음, 상기 제2 용액에 침지하고 건조하는 것이 바람직하다.

[0055] 한편, 본 명세서는 천연섬유; 상기 천연섬유 상에 형성되고, 키토산(chitosan), 카르복시산 및 요소(urea)을 포함하는 제1 층; 및 상기 제1 층 상에 형성되고, 알코올을 포함하는 제2 층;을 포함하는, 친환경 난연섬유를 추가로 개시한다.

[0056] 본 발명의 친환경 난연섬유에서 제조방법과 관련하여 중복되는 사항은 상술한 바를 준용한다.

[0057] 본 발명의 친환경 난연섬유는 본 발명의 친환경 난연섬유의 제조방법에 따라 제조될 수 있다.

[0058] 본 발명의 친환경 난연섬유에서 상기 제2 층은 테트라알킬 오르소실리케이트 및 첨가제를 더 포함할 수 있다. 즉, 가연성의 천연섬유를 표면처리 함에 있어 난연성 및 내구성을 향상시키기 위하여 제2 층은 알코올, 테트라알킬 오르소실리케이트 및 첨가제를 포함하는 것이 바람직하나, 이에 한정되는 것은 아니다.

[0059] 본 발명의 친환경 난연섬유는 천연섬유를 베이스로 하여 천연섬유 상에 제1 층이 층 또는 막의 형태로 코팅 또는 적층될 수 있으며, 제1 층 상에 제2 층이 층 또는 막의 형태로 코팅 또는 적층될 수 있다. 여기서, 말하는 코팅 또는 적층은 천연섬유를 상기 제1 용액 및 상기 제2 용액 상에 침지(담지)하고 건조하는 과정을 통하여 이루어질 수 있다.

[0060] 본 발명의 친환경 난연섬유에서 제1 층은 상술한 제1 용액의 키토산, 카르복시산(예를 들어, 아세트산) 및 요소와 같은 성분이 포함될 수 있으며, 제2 층은 상술한 제2 용액의 알코올(예를 들어, 에탄올), 테트라알킬 오르소실리케이트(예를 들어, 테트라에틸 오르소실리케이트) 및 첨가제(예를 들어, 피트산)와 같은 성분이 포함될 수 있다.

[0061] 또한, 본 발명의 친환경 난연섬유는 천연섬유의 고난연화와 고내구성을 달성하기 위한 관점에서, 상기 천연섬유 상에 제1 층을 먼저 형성하고, 상기 제1 층 상에 제 2층을 형성하는 것이 바람직하다.

[0063] 중복되는 내용은 본 명세서의 복잡성을 고려하여 생략하며, 본 명세서에서 달리 정의되지 않은 용어들은 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상적으로 사용되는 의미를 갖는 것이다.

[0064] 이하, 첨부한 도면 및 실시예들을 참조하여 본 명세서가 청구하는 바에 대하여 더욱 자세히 설명한다. 다만, 본 명세서에서 제시하고 있는 도면 내지 실시예 등은 통상의 기술자에게 의하여 다양한 방식으로 변형되어 여러 가지 형태를 가질 수 있는 바, 본 명세서의 기재사항은 본 발명을 특정 개시 형태에 한정되는 것이 아니고 본 발명의 사상 및 기술 범위에 포함되는 모든 균등물 내지 대체물을 포함하고 있는 것으로 보아야 한다. 또한, 첨부된 도면은 본 발명을 통상의 기술자로 하여금 더욱 정확하게 이해할 수 있도록 돕기 위하여 제시되는 것으로서 실제보다 과장되거나 축소되어 도시될 수 있다.

[0066] {실시예 및 평가}

[0067] 1. 실시예

[0068] (1) 제1 용액의 제조

[0069] 증류수에 5%의 키토산(chitosan), 2%의 아세트산(acetic acid), 4%의 요소(urea)를 동시에 첨가 후 30 ℃에서 3시간 동안 교반하여 제1 용액을 제조하였다.

[0071] (2) 제2 용액의 제조

[0072] 에탄올에 2%의 테트라에틸 오르소실리케이트(tetraethyl orthosilicate, TEOS)와 5%의 피트산(phytic acid)을 동시에 첨가 후 30℃에서 1시간동안 교반하여 제2 용액을 제조하였다.

[0074] (3) 본 발명의 친환경 난연섬유의 제조

[0075] 도 2는 본 발명의 일 실시예에 따른 친환경 난연섬유의 제조방법을 각 단계 별 그림으로 도시한 것이다. 도 2를 참조하면, 본 발명의 일 실시예에 따른 친환경 난연섬유는 면 섬유를 상기 제1 용액에 먼저 침지하고 건조시킨 다음, 상기 제2 용액에 침지하고 건조하는 과정을 통해 제조되는 것을 확인할 수 있다.

[0076] 면 섬유를 상온의 제1 용액에 30분 동안 침지시킨 후 건져내어 상온에서 8시간동안 충분히 건조하였다. 그 후 건조된 천연섬유를 상온의 제2 용액에 30분 동안 침지시킨 후 건져내어 상온에서 8시간동안 충분히 건조하였다. 이렇게 순차적으로 제1 용액 및 제2 용액을 통해 면 섬유의 표면처리를 완료하여, 본 발명의 일 실시예에 따른 친환경 난연섬유(이하, '실시예 1'이라 함)를 제조하였다.

[0078] (4) 하나의 용액만을 표면처리한 섬유의 제조(비교예 1 및 2)

[0079] 면 섬유를 상온의 제1 용액에 30분 동안 침지시킨 후 건져내어 상온에서 8시간동안 충분히 건조하여, 본 발명의 일 비교예에 따른 섬유(이하, '비교예 1'이라 함)를 제조하였다.

[0080] 한편, 또 다른 면 섬유를 상온의 제2 용액에 30분 동안 침지시킨 후 건져내어 상온에서 8시간동안 충분히 건조하여, 본 발명의 일 비교예에 따른 섬유(이하, '비교예 2'이라 함)를 제조하였다.

[0082] 2. 수직연소시험을 통한 난연성 측정 및 평가

[0083] 수직연소시험은 UL-94 표준시험규격에 따라 수행되었으며, 각 섬유의 하단에 화염을 가하였을 때 변화를 6초마다 측정하여 총 30초간의 결과를 사진 촬영하였다.

[0084] 도 3은 본 발명의 일 실시예에 따라 제조된 친환경 난연섬유의 수직연소시험 결과를 사진으로 도시한 것이다. 보다 구체적으로, 도 3a는 난연처리되지 않은 일반 면 섬유의 수직연소시험 결과를 나타낸 것이고, 도 3b는 본 발명의 실시예 1의 친환경 난연섬유의 수직연소시험 결과를 나타낸 것이다.

[0085] 도 3을 참조하면, 난연처리되지 않은 일반 면 섬유의 경우 초기에 가한 화염에 의하여 면 섬유 전체에 화염이 전파되면서 최종적으로 완전 연소되었으나, 본 발명의 실시예 1의 친환경 난연섬유의 경우 20초간 화염을 가하였을 때 화염이 전파되지 않고 자가 소화되는 우수한 난연 특성을 나타내는 것을 확인할 수 있다.

[0087] 3. 수분 흡수 거동 측정을 통한 내구성 측정 및 평가

[0088] 수분 흡수 거동 측정은 각 섬유에 색소가 첨가된 물(colored water), 사과 주스(apple juice), 콜라(cola), 커피(coffee), 우유(milk), 블랙티(black tea) 등을 수 방울 떨어뜨려 수분의 흡수 정도를 육안으로 관찰하였다.

[0089] 도 4는 본 발명의 일 실시예에 따라 제조된 친환경 난연섬유의 수분 흡수 거동 측정 결과를 사진으로 도시한 것이다. 보다 구체적으로, 도 4a는 난연처리되지 않은 일반 면 섬유의 수분 흡수 거동 측정 결과를 나타낸 것이고, 도 4b는 본 발명의 실시예 1의 친환경 난연섬유의 수분 흡수 거동 측정 결과를 나타낸 것이다.

[0090] 도 4를 참조하면, 난연처리되지 않은 일반 면 섬유의 경우 색소가 첨가된 물, 사과 주스, 콜라, 커피, 우유, 블랙티 등의 수분을 모두 흡수하였으나, 본 발명의 실시예 1의 친환경 난연섬유의 경우 색소가 첨가된 물, 사과 주스, 콜라, 커피, 우유, 블랙티 등의 수분을 흡수하지 않는 것을 확인할 수 있다. 난연처리되지 않은 일반 면 섬유의 경우 물을 쉽게 흡수할 수 있으며, 다시 말해 물이 면 섬유의 표면을 젖어내는 역할을 할 수 있다. 반면에, 본 발명의 일 실시예에 따른 친환경 난연섬유의 경우 수분을 흡수하지 못하는 소수성의 표면을 갖게 되고,

이는 난연화된 섬유 표면이 수분이 충분한 환경에서 방수와 같은 기능을 오래 유지될 수 있도록 한다.

[0091] 이처럼 본 발명의 친환경 난연섬유는 난연 처리된 표면의 우수한 내구성이 종래 기술에 비하여 뛰어난 효과라고 볼 수 있다.

[0093] 4. 내마모시험 측정 및 평가

[0094] 내마모시험은 본 발명의 일 실시예에 따른 친환경 난연섬유의 표면에서 질량체를 왕복하여 움직이는 방법을 통해 측정하였다.

[0095] 도 5는 본 발명의 일 실시예에 따라 제조된 친환경 난연섬유의 내마모시험 결과를 사진 및 그래프로 도시한 것이다. 도 5를 참조하면, 본 발명의 실시예 1의 친환경 난연섬유의 표면에서 질량체를 왕복하여 움직이는 방법을 통해 내마모시험을 수행한 결과, 40회 왕복하였을 때 섬유의 발수 특성이 유지되는 것을 확인할 수 있다. 또한, 도 5(b)의 그래프 상에 CA(contact angle)는 섬유와 물방울의 접촉각을 나타낸 것으로, 본 발명의 실시예 1의 친환경 난연섬유는 마모 횟수가 증가함에 따라 접촉각이 점점 줄어드는 경향을 보이긴 하지만 소수성을 계속 유지되는 것을 확인할 수 있었다.

[0097] 5. 세척 후 난연성 재측정 및 평가

[0098] 수직연소시험은 UL-94 표준시험규격에 따라 수행되었다. 본 발명의 일 실시예에 따른 친환경 난연섬유를 세척 후 앞서 언급한 수직연소시험을 다시 수행하였다.

[0099] 도 6은 본 발명의 일 실시예에 따라 제조된 친환경 난연섬유의 세척 후 난연성 평가 결과를 사진으로 도시한 것이다. 도 6을 참조하면, 본 발명의 실시예 1의 친환경 난연섬유는 수직연소시험 결과 연소로 인한 그을음의 길이가 더 길어지긴 하였으나, 화염이 전파되지 않고 자가 소화되는 거동을 나타내는 것을 확인할 수 있다. 또한, 접촉각 변화가 거의 없는 점을 통하여 세척 후에도 발수 특성, 소수성 등이 잘 유지되는 것을 확인할 수 있다.

[0101] 6. 표면 성분 측정 및 평가

[0102] 표면 성분 측정은 에너지 분산형 X-선 분광법(Energy Dispersive Spectrometer, EDS)과 FT-IR(Fourier Transform-InfraRed) 분광법을 통해 측정하였다.

[0103] 아래 표 1은 EDS를 통하여 본 발명의 일 실시예에 따라 제조된 친환경 난연섬유의 구성 성분을 측정하여 그 결과를 나타낸 것이다.

표 1

Element	Untreated cotton	비교예 1	비교예 2	실시예 1
Element content (wt%)				
C	54.78	56.42	51.00	53.05
O	45.22	43.58	47.00	43.63
P	-	-	1.70	2.72
Si	-	-	0.3	0.6

[0105] 상기 표 1을 참조하면, 본 발명의 실시예 1의 친환경 난연섬유는 순차적으로 제1 용액 및 제2 용액을 표면처리함에 따라, 섬유 표면 상에 C, O, P 및 Si가 모두 관찰되는 것을 확인할 수 있다.

[0107] 도 7은 본 발명의 일 실시예에 따라 제조된 친환경 난연섬유의 FT-IR 분광법 측정 결과를 그래프로 도시한 것이다.

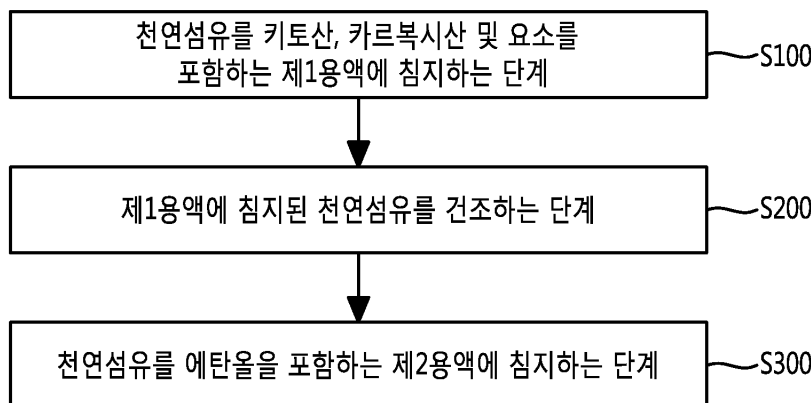
[0108] 도 7을 참조하면, 본 발명의 실시예 1의 친환경 난연섬유는 새로운 결합구조가 관찰된 것을 확인할 수 있다. 보다 구체적으로, 난연처리되지 않은 일반 면 섬유, 비교예 1(제1 용액만 처리)과 비교예 2(제2 용액만 처리)의

섬유와 대비하여 본 발명의 실시예 1의 친환경 난연섬유는 순차적으로 제1 용액 및 제2 용액을 표면처리 함에 따라, 표면처리에 사용된 용액의 성분들이 먼 섬유의 셀룰로오스에 화학적으로 결합하였음을 확인할 수 있다.

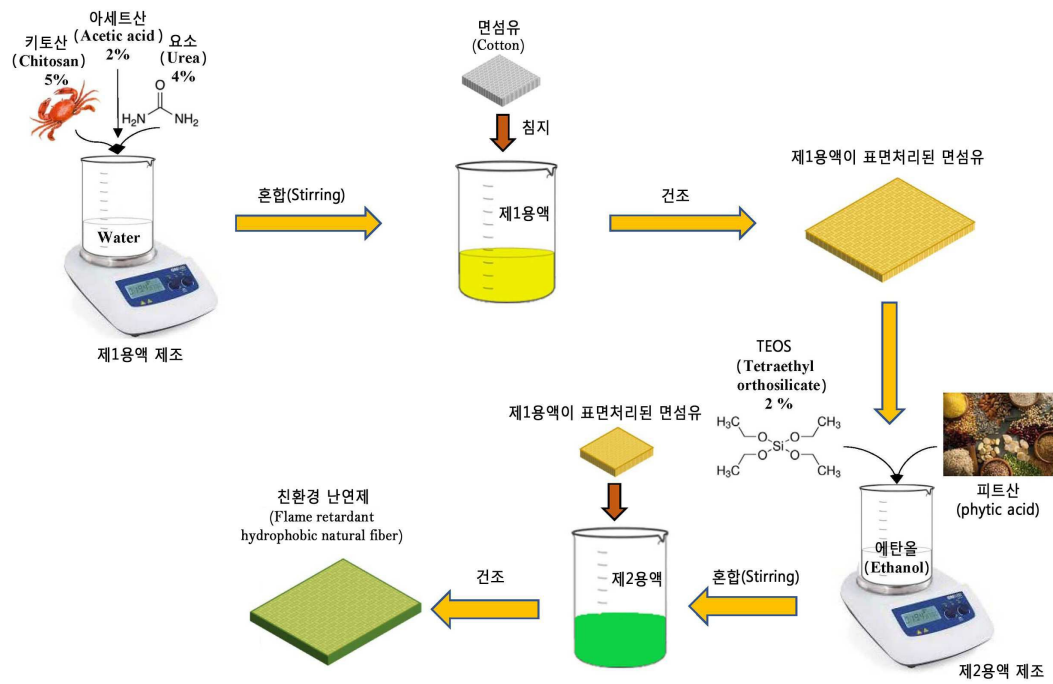
- [0110] 본 발명에 의하면, 가연성의 천연섬유를 친환경 난연제를 이용하여 표면처리 함에 따라 난연성 및 내구성을 향상시킬 수 있다.
- [0111] 본 발명에 의하면, 단순화된 공정으로 천연섬유의 난연성을 향상시킬 수 있으며, 우수한 난연성을 갖는 동시에 표면의 내구성이 향상된 친환경 난연섬유를 얻을 수 있다.
- [0112] 이상의 설명은 본 발명의 기술 사상을 예시적으로 설명한 것에 불과한 것으로서, 본 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자라면 본 발명의 본질적인 특성에서 벗어나지 않는 범위에서 다양한 수정 및 변형이 가능할 것이다.
- [0113] 따라서, 본 발명에 개시된 실시예들은 본 발명의 기술 사상을 한정하기 위한 것이 아니라 설명하기 위한 것이고, 이러한 실시예에 의하여 본 발명의 기술 사상의 범위가 한정되는 것은 아니다. 본 발명의 보호 범위는 아래의 청구범위에 의하여 해석되어야 하며, 그와 동등한 범위 내에 있는 모든 기술 사상은 본 발명의 권리범위에 포함되는 것으로 해석되어야 할 것이다.

도면

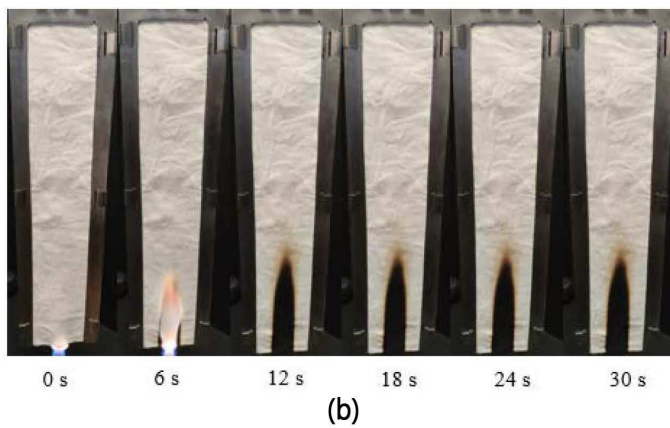
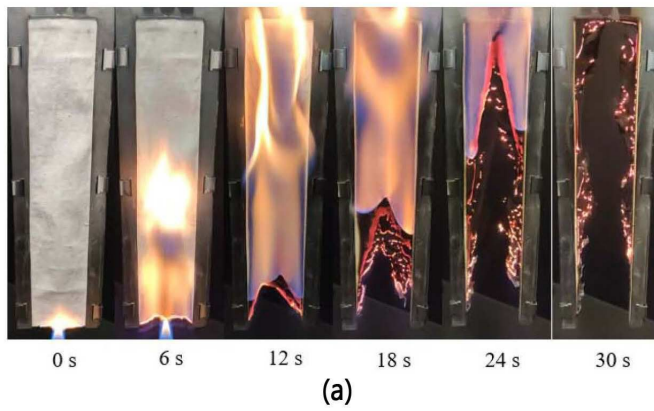
도면1



도면2



도면3



도면4

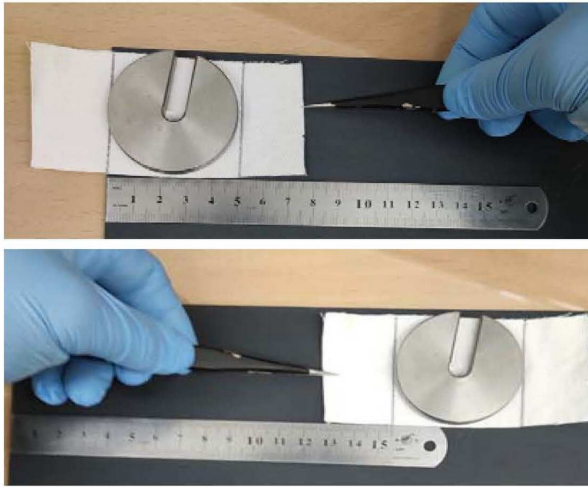


(a)

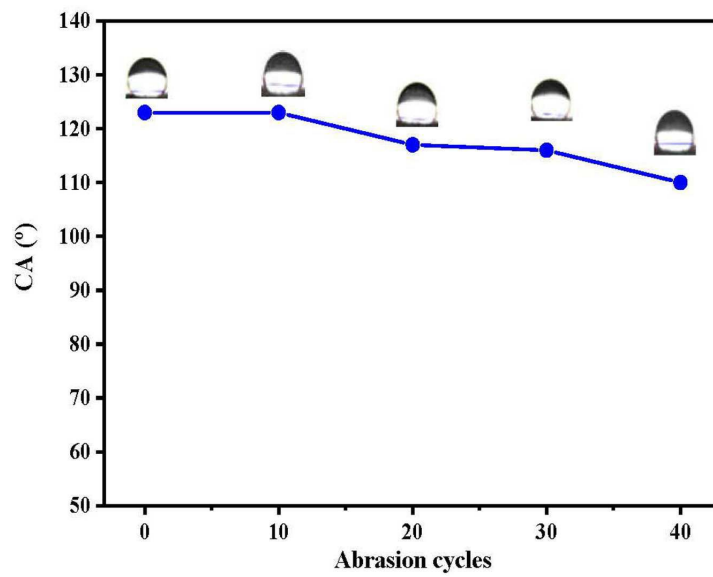


(b)

도면5

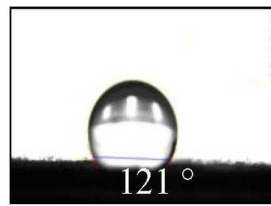
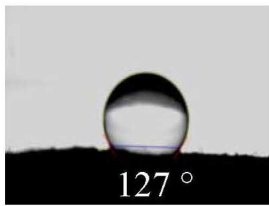


(a)



(b)

도면6



(a)



(b)

도면7

