

**(19) 대한민국특허청(KR)**  
**(12) 등록특허공보(B1)**

**(51) Int. Cl.<sup>6</sup>**  
**D01F 1/10**

**(45) 공고일자** 2004년 11월 09일  
**(11) 등록번호** 10-0446342  
**(24) 등록일자** 2004년 08월 20일

(21) 출원번호	10-1998-0709379	(65) 공개번호	10-2000-0015829
(22) 출원일자	1998년 11월 20일	(43) 공개일자	2000년 03월 15일
번역문제출일자	1998년 11월 20일		
(86) 국제출원번호	PCT/US1997/005696	(87) 국제공개번호	WO 1997/44508
(86) 국제출원일자	1997년 04월 08일	(87) 국제공개일자	1997년 11월 27일
(81) 지정국	국내특허 : 아일랜드 오스트레일리아 캐나다 일본 EP 유럽특허 : 오스트리아 벨기에 스위스 독일 덴마크 스페인 프랑스 영국 그리스 이탈리아 룩셈부르크 모나코 네덜란드 포르투칼 스웨덴		

(30) 우선권주장 08/646,791 1996년 05월 21일 미국(US)

(73) 특허권자	미네소타 마이닝 앤드 매뉴팩춰링 캠퍼니 미합중국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 피.오. 박스 33427 3엠 센터
(72) 발명자	템퍼란테 존 에이 미국 미네소타주 55133-3427 세인트 폴 피.오. 박스 33427-8 클룬 토마스 피
	미국 미네소타주 55133-3427 세인트 폴 피.오. 박스 33427-8 가스파 알톤 제이
	미국 미네소타주 55133-3427 세인트 폴 피.오. 박스 33427-8 나영환, 이상섭

**심사관 : 오상규**

**(54) 열가소성중합체에 대한 친수성첨가제로서의 플루오로케미칼계면활성제 및 탄화수소계면활성제 배합물**

**영세서**

**기술분야**

<1> 본 발명은 폴리프로필렌과 같은 열가소성 중합체를 포함하는 섬유 조성물에 관한 것이다. 또한, 본 발명은 보통 소수성의 열가소성 중합체로부터 내구적으로 친수성인 섬유를 제조하는 방법에 관한 것이다. 또한, 본 발명은 예컨대 기저귀의 라이너로서 유용하고 내구적으로 친수성인 섬유를 포함하는 직물과 이 섬유를 제조하는 방법에 관한 것이다.

**배경기술**

<2> 열가소성 중합체는 블로운(blown) 및 캐스케이드 필름, 압출형 사이트, 발포체, 섬유와 이로 만든 제품, 직포와 편물, 및 부직포 웨브를 비롯하여 각종 생성물을 제조하는 데 널리 사용된다. 이를 제품에 사용되는 여러 열가소성 중합체, 예컨대 폴리프로필렌은 본래 소수성이며, 열가소성 중합체의 다수의 용도가 있지만, 이러한 소수성 특성이 용도를 제한하거나 이 중합체로 만든 성형품의 표면을 변형시킬 필요가 있다. 예를 들어, 폴리올레핀은 기저귀, 여성용 보호 제품 및 개인 놀실금 제품 등의 흡수 물품의 구성에 사용되는 부직포 웨브의 제조에 사용하며, 이물품의 용도가 소수성이기 때문에 제한받는 것은 자명하다.

<3> 섬유와 이로 만든 직물을 탈이온수와 접촉시킨 뒤 건조하여도 여전히 친수성인 경우, 섬유 또는 직물은 내구적인 친수성이라고 생각된다. 친수성 섬유는 소수성 섬유에 특정 계면활성제를 국소적으로 분사 또는 피복한 후 섬유 또는 직물을 건조시키면 얻을 수 있는 것으로 알려져 있다. 그러나, 통상 이 기술을 이용하면 섬유에 남아있는 계면활성제는 수성 매체(예, 물)와 접촉시 감소되거나 완전히 제거되어, 섬유의 친수성은 내구력이 불량하게 된다. 친수성 또는 이의 결여는 각종 방법으로 측정할 수 있다. 예를 들어, 물이 친수성을 잃은 부직포 웨브와 접촉한 경우, 물은 웨브를 통하여 흐르지 않거나, 또는 바람직하지 못하게 서서히 흐른다.

<4> 특정 종류의 탄화수소, 실리콘 및 플루오로케미칼 계면활성제는 폴리올레핀에 친수성을 부여하는 데 유용한 것으로 개시되어 있다. 이를 계면활성제는 (1) 압출된 부직포 웨브에 계면활성제의 수용액을 국소적 도포, 예컨대 분무 또는 패딩(padding) 또는 발포시킨 후, 건조시키거나; 또는 (2) 웨브의 압출 전에 폴리올레핀 용융물내로 계면활성제를 혼입시키는 통상 2가지 방식중 하나의 방식으로 열가소성 수지와 접촉시킨다. 전술한 바와 같이, 계면활성제의 국소 도포에 의해 친수성으로 제조된 웨브는 수성 매체와 1회 접촉후 친수성이 저하되며, 따라서 이러한 방식으로 처리된 웨브는 내구적이지 않은 친수성으로 생각된다. 계면활성제를 국소 도포하여 친수성을 부여하는 방법의 또 다른 단점으로는 계면활성제 자체로부터 생기는 피부 자극, 불균일한 표면 및 본체(bulk) 친수성과, 계면활성제 도포시 부가되는 처리 단계

의 필요성에 기인한 추가의 비용 등이 있다. 용융 첨가제로서 열가소성 중합체내로 하나 이상의 계면활성제를 훈입하면 국소 도포와 관련된 문제점이 경감되고, 또한 계면활성제가 훈입된 직물 또는 부직포 웨브에 더 유연한 "촉감(hand)"을 제공할 수 있다.

<5> 친수성 부여제를 열가소성 중합체에 국소 도포하는 방법은, 예컨대 영국 특허 제1 337 467호에 교시되어 있다. 이 특허는 물, 분자의 소수성 부분으로서 하나이상의 직쇄 또는 분지쇄 지방족 탄화수소기를 가지는 유기 표면 작용제, 및 분자의 소수성 부분으로서 하나 이상의 직쇄 또는 분지쇄 지방족 플루오로탄소기를 가지는 유기 표면 작용제를 포함하는 수성의 국소 도포 조성물을 개시하고 있다. 익명의 제안서[1993년 9월자 RESEARCH DISCLOSURE의 초록 35324, 593]에는 물과 알코올에 재료를 반복 침지시켜 표면을 세척한 후 수불용성이고 비이온성인 탄화수소 물질을 소량 함유하는 유기 용매에 침지시켜 도포한 올레핀계 부직포의 친수성 마무리 처리 방법이 개시되어 있다.

<6> 1종 이상의 계면활성제를 열가소성 중합체 용융물에 첨가하여 섬유의 표면과 본체에 친수성을 부여하는 방법도 당업계에 교시되어 있다. 미국 특허 제4,857,251호 및 제4,920,168호(Nohr 등)에는 특정 부분을 가지는 실록산 함유 첨가제와 열가소성 중합체를 포함하는 표면 분리가능한 열가소성 조성물을 용융 압출시켜 섬유를 형성하는 방법이 개시되어 있다. 섬유가 형성된 후에, 섬유 표면에서의 첨가제의 양을 증가시키기에 충분한 시간 동안 27°C에서 95°C로 가열한다. 생성된 섬유는 열가소성 중합체 단독으로 제조한 섬유와 비교하여 표면 친수성이 증가한다.

<7> 미국 특허 제5,087,520호(Suzuki 등)는 지방산 디에탄올아미드, 폴리에테르 개질된 실리콘, 솔비탄 지방산 에스테르 및 알킬솔포네이트의 금속염의 혼합물을 가지는 폴리올레핀이나 폴리에스테르를 포함하고, 종이, 기저귀, 생리대, 놀실금 제품 등의 표면 재료로 유용한 섬유를 개시하고 있다.

<8> 미국 특허 제5,244,951호 및 제5,300,357호(Gardiner)는 플루오로지방족기 함유 비이온성 화합물과 열가소성 중합체를 포함하는 내구적인 친수성 열가소성 섬유 및 이로 부터 제조한 직물, 예컨대 기저귀용 라이너를 개시하고 있다.

### 발명의 상세한 설명

<9> 발명의 개요

<10> 간단히 요약하면, 본 발명의 제1 측면은 폴리아미드, 폴리우레тан 또는 폴리울레핀, 예컨대 폴리프로필렌 등의 열가소성 중합체와, (a) 1종 이상의 플루오로지방족기 함유 비이온성 계면활성제와 (b) 20 중량%~80 중량% 폴리옥시에틸렌을 함유하는 1종 이상의 비이온성, 비플루오르화된 폴리옥시에틸렌기 함유 계면활성제의 혼합물을 포함하는 내구적으로 친수성이 있는 열가소성 섬유를 제공하는 것이다. 계면활성제 (a)와 (b)의 혼합물은 섬유의 표면에 내구적인 친수성을 부여하기에 충분한 양으로 섬유 중에 존재한다.

<11> 본 발명의 제2 측면은 내구적인 친수성 필름 및 상기 섬유로부터 제조된 내구적인 친수성 직물과 웨브를 제공하는 것이다. 또한 본 발명은 내구적인 친수성 직물과 웨브로 제조한 유용한 물품, 예컨대 물품 중에서 수성 매체 흡수 구조물로서 작용하는 본 발명의 직물을 포함하는 의학용 드레이프, 여과 매체, 산업용 와이프 및 전지 분리기를 제공하는 것이다. 본 발명의 제3 측면은 수성 매체 불투과성의 이면 사이트, 수성 매체 투과성의 상부 사이트와 양 사이트 사이에 배치되고, 상기 웨브 또는 직물로 제조한 수성 액체 흡수(즉, 친수성)층을 포함하는, 예컨대 1 회용 기저귀, 와이퍼나 수건, 생리대, 전지 분리기 및 놀실금 패드의 제조사 유용한 다층의 수성 액체 흡수 물품을 제공하는 것이다.

<12> 또한, 본 발명은 열가소성 필름 형성 중합체, 플루오로지방족기 함유 비이온성 계면활성제 및 비플루오르화된 비이온성 폴리옥시에틸렌기 함유 계면활성제의 혼합물 또는 배합물로부터 내구적인 친수성 섬유를 제조하는 방법을 제공한다. 혼합물이나 배합물의 용융물을, 예컨대 압출 또는 성형하여 가공 처리 또는 형상화함으로써, 계면활성제가 섬유내에 분산되고 섬유의 표면에 존재하는 표면이 내구적으로 친수성이 있는 섬유를 제조한다. 일부 계면활성제는 감열성을 나타내기 때문에, 압출기에서의 처리 온도는 약 310°C 미만, 더욱 바람직하게는 약 300°C 미만으로 유지하며, 이들 계면활성제를 특정 처리 기술에 의해 이러한 온도에 노출시킨다. 섬유는 압출시 내구적으로 친수성이기 때문에 후 섬유 방사 조작, 예컨대 가열 조작을 요하지 않고 내구적인 친수성을 얻는다.

<13> 본 발명의 계면활성제 배합물에 의해 열가소성 섬유, 직물 또는 부직포 웨브에 부여된 전체 친수성은 상응적이다. 즉, 각각 단독의 계면활성제에 의한 비례적 친수성 기여도의 합으로부터 예상한 친수성 보다 크다.

<14> 이러한 상승 작용은, 플루오로케미칼/비플루오르화된 계면활성제 첨가제 배합물이 단독의 플루오로케미칼 계면활성제보다 사용하기에 훨씬 더 경제적이기 때문에 매우 유리하다.

<15> 발명의 상세한 설명

<16> 본원에서 사용한 "섬유" 및 "섬유상의"라는 용어는 직경에 대한 길이의 비율이 약 10 이상인 미립자 물질, 일반적으로 열가소성 수지를 의미한다. 섬유 직경은 약 0.5 미크론 내지 최대 1,000 미크론 이상일 수 있다. 각 섬유는 단면 기하형태가 다양할 수 있고, 고체나 중공형일 수 있으며, 예컨대 압출 전에 중합체 용융물에 염료나 안료를 첨가하여 착색시킬 수 있다. 본 발명의 계면활성제 배합물은 균일한 방법으로 각 섬유의 표면과 본체를 변형시킨다. 따라서, 일부 계면활성제를 섬유의 표면으로부터 세척해내는 경우, 섬유내에 계면활성제 저장기가 섬유의 표면에 각 계면활성제를 공급하여 섬유의 친수성을 보충한다.

<17> "부직포 웨브" 또는 "직물"은 압출 직후 섬유를 혼합하여 제조한 구성물을 의미하며, 이 구성물은 필름이 압출되는 경우 얻어지는 것보다 훨씬 더 큰 표면적 대 부피 비를 나타내며, 따라서 특히 부직포 웨브가 더욱 친수성인 경우 흡수 목적에 매우 유용하다. 친수성 부직포 웨브는, 예컨대 의료용 드레이프, 미용 화장지, 필터 매체, 산업용 와이프 및 전지 분리기를 제조하는 데 유용하다. 종종 수성 매체 흡

수 물품은, 예컨대 1회용 기저귀, 생리대, 탐폰 및 뇨실금 패드에 유용한 구조인 수성 매체 불투과성의 이면 시이트(예, 폴리프로필렌이나 폴리에틸렌), 수성매체 투과성(즉, 다공성)의 상부 시이트와, 양 시이트 사이에 배치된 수성 액체 흡수층이나 코어를 포함한다. 본 발명의 친수성 열가소성 중합체는 종래 기저귀에 통상 사용되는 나무 펄프 섬유 웨브 액체 흡수층이나 코어를 대체하거나 보충하는데 유용하다. 또한, 본 발명의 친수성 중합체를 사용하여 친수성이 필요한 물품의 상부 시이트에 친수성을 부여할 수 있다. 본 발명의 부직포 웨브나 직물은 멜트 블로운(melt-blown) 웨브 또는 스펀 본드(spun-bond) 웨브의 제조에 사용되는 공정을 이용하여 쉽게 제조된다. 예를 들어 Wente의 문헌[*Superfine Thermoplastic Fibers*, 48 INDUS. ENG'G CHEM. 1342(1956) 또는 MANUFACTURE OF SUPERFINE ORGANIC FIBERS(네이버 리서치 래보러터리즈 리포트 번호 4364, 1954)]에 개시된 방법과 유사한 방법을 사용하여 본 발명의 부직포 웨브를 제조할 수 있다.

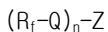
<18> 본원에서 사용한 용어 "친수성"은 수성계 액체, 극성 액체(예, 에틸렌 글리콜), 수용액(예, KOH 및 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), 또는 이의 조합물로 수화될 수 있는 능력을 의미한다.

<19> 본 발명에 유용한 열가소성 중합체는 일반적으로 소수성 중합체이며, 폴리프로필렌, 폴리에틸렌 및 폴리부틸렌 등의 섬유 형성 폴리올레핀을 포함한다. 1종 이상의 열가소성 중합체의 배합율도 유용한 것으로 간주된다. 기타 유용한 섬유 형성 열가소성 중합체로는 열가소성 폴리에스테르, 폴리우레탄 및 폴리아미드가 있다. 특히 폴리프로필렌이 바람직하다.

<20> 열가소성 부직포 웨브와 이의 응집 섬유에 친수성을 부여하는 계면활성제 배합물을 제조하는 데 유용한 플루오로케미칼 및 비플루오로케미칼(즉, 탄화수소 함유 및 실리콘 함유) 계면활성제는 모두 종류가 비이온성(즉, 분자가 이온 전하를 띠지 않음)이며, 이들은 모두 화학 구조에서 폴리옥시알킬렌 수용화 성기를 포함한다.

<21> 특히 유용한 플루오로케미칼 계면활성제는 구조중 수용화성 폴리옥시알킬렌기의 1종 이상의 블록을 포함하는 플루오로지방족기 함유 비이온성 화합물을 포함한다. 이러한 계면활성제의 종류는 미국 특허 제5,300,357호(Gardiner)에 개시되어 있으며, 본원에서 참고로 인용하였다. 일반적으로, 본 발명에 유용한 플루오로케미칼 계면활성제는 하기 화학식 I로 표시되는 계면활성제이다.

<22> [화학식 I]



<24> 상기 식에서,

<25> R<sub>f</sub>는 4개 이상의 완전히 플루오로화된 탄소 원자를 가지는 플루오로지방족기로서 직쇄, 분지쇄 또는 충분히 큰 경우 환상, 또는 이의 임의의 조합체일 수 있다. 플루오로지방족 라디칼의 골격쇄는, 골격쇄의 탄소원자에만 결합된 1개 이상의 카테나리(連環; catenary) 헤테로원자, 예컨대 산소, 6가 황 및 3가 질소 원자를 포함할 수 있다. 완전히 플루오로화된 플루오로지방족기가 바람직하지만, 수소나 염소 원자가 치환기로서 존재할 수 있으며, 단 존재하는 경우 2개의 탄소 원자 마다 어느 하나만 치환되어야 한다. R<sub>f</sub>는 다수의 탄소 원자를 포함할 수 있지만, 비교적 짧은 쇄의 경우와 비교하여, 긴 라디칼은 통상 플루오르의 이용 효율이 낮아지기 때문에 R<sub>f</sub>는 탄소 원자가 20 개 이하인 화합물이 적절하고 바람직하다. 약 6개 내지 약 12개의 탄소 원자를 포함하는 플루오로지방족 라디칼이 가장 바람직하다. 일반적으로, R<sub>f</sub>는 약 40 중량% 내지 약 78 중량% 플루오르를 포함한다. R<sub>f</sub>기의 말단부는 바람직하게는 4개 이상의 완전히 플루오로화된 탄소 원자, 예컨대 CF<sub>3</sub>CF<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>-를 포함하며, 특히 바람직한 화합물은 R<sub>f</sub> 가 퍼플루오로알킬(예, CF<sub>3</sub>(CF<sub>2</sub>)<sub>n</sub>-)인 경우와 같이 R<sub>f</sub>기가 완전히 또는 거의 완전히 플루오르화된 것이다. 적절한 R<sub>f</sub>기로는, 예컨대 C<sub>8</sub>F<sub>17</sub>-, C<sub>6</sub>F<sub>13</sub>CH<sub>2</sub> CH<sub>2</sub>- 및 C<sub>10</sub>F<sub>21</sub>-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-가 있다.

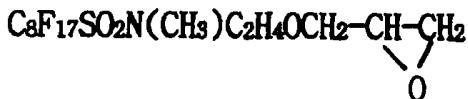
<26> 상기 화학식 I의 Q는 표시된 기 Z(비이온성, 수용화성기)와 R<sub>f</sub>를 결합시키는 수단을 제공하는 다가, 일반적으로 2가인 결합기이거나 또는 공유결합이다: Q는 헤테로원자 함유기, 예컨대 -S-, -O-, -CO-, -SO<sub>2</sub>-, -N(R)- (여기서 R은 수소 또는 O, N, S와 같은 카테나리 헤테로원자를 포함할 수 있는 C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> 치환 또는 비치환된 알킬기), -C<sub>n</sub>H<sub>2n</sub>- (n은 1 내지 6)를 포함할 수 있으며; Q는, 예컨대 -CON(R)C<sub>n</sub>H<sub>2n</sub>-, -SO<sub>2</sub>N(R)C<sub>n</sub>H<sub>2n</sub>-, -SO<sub>3</sub>C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>N(R)C<sub>n</sub>H<sub>2n</sub>-, -SO<sub>2</sub>N(R)C<sub>n</sub>H<sub>2n</sub>O[CH<sub>2</sub>CH(CH<sub>2</sub>Cl)<sub>2</sub>]O]gCH<sub>2</sub>CH(CH<sub>2</sub>Cl)<sub>2</sub>- (n=1 내지 6, g=1 내지 10), -SO<sub>2</sub>N(CH<sub>3</sub>)C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>OCH<sub>2</sub>CH(OH)CH<sub>2</sub>- , -SO<sub>2</sub>N(C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>OCH<sub>2</sub>CH(OH)CH<sub>2</sub>- , -SO<sub>2</sub>N(H)CH<sub>2</sub>CH(OH)CH<sub>2</sub>NHC(CH<sub>3</sub>)CH<sub>2</sub>- , -(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>S(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>- 및 -(CH<sub>2</sub>)<sub>4</sub>SCH(CH<sub>3</sub>)CH<sub>2</sub>-를 부여하는, 이러한 기의 조합체를 포함할 수 있다.

<27> 상기 화학식 I의 Z는 폴리(옥시알킬렌)기인 (OR')<sub>x</sub>를 포함하는 비이온성 수용화성기이며, 여기서 R'는 탄소 원자 수가 2 내지 4개인 알킬렌기, 예컨대 -CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>- , -CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>- , -CH(CH<sub>3</sub>)CH<sub>2</sub>- 및 CH(CH<sub>3</sub>)CH(CH<sub>3</sub>)-이며, x는 약 6 내지 약 20의 수이고; Z는 폴리(옥시에틸렌)기를 포함하는 것이 바람직하다. 폴리(옥시알킬렌)에서 옥시알킬렌 단위는, 예컨대 폴리(옥시프로필렌)에서의 단위와 같이 동일하거나, 또는 옥시에틸렌 및 옥시프로필렌 단위가 무작위적으로 분포된 이종 직쇄나 분지쇄, 즉 폴리(옥시에틸렌-코-옥시프로필렌)과 같은 혼합물로서, 또는 옥시프로필렌 단위의 직쇄나 분지쇄 블록으로서 존재한다. 폴리(옥시알킬렌)쇄는, 예컨대 Z가 화학식 -O-CH<sub>2</sub>-CH(O)-CH<sub>2</sub>-O-의 기를 포함하는 1종 이상의 카테나리 결합에 의해서 종단되거나 또는 이를 포함할 수 있으며, 단 이 결합은 폴리(옥시알킬렌)쇄의 수용화성 특성을 실질적으로 변화시키지 않는다. Z기는 히드록실, 저금 알킬 에테르, 알코아릴 에테르 또는 플루오로알킬 에테르로 말단화될 수 있으며, 예로는 -OCH<sub>3</sub>- , -OCH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub> , -OC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>C(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>C(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>CH<sub>3</sub> , -OC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>(C<sub>6</sub>H<sub>19</sub>)<sub>2</sub> , -OC<sub>12</sub>H<sub>25</sub> , -OC<sub>14</sub>H<sub>29</sub> , -OC<sub>16</sub>H<sub>33</sub> 또는 -O-QR<sub>f</sub>(여기서, Q 및 R<sub>f</sub>는 전술한 바와 같음)이 있다.

<28> n은 1 내지 6의 수이다.

<29> 화학식 I에 의해 상기 제시된 것들을 포함하는 플루오로지방족기 함유 비이온성 계면활성제는 미

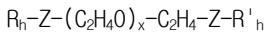
국 특허 제2,915,554호(Albrecht 등)에 개시된 방법을 비롯하여 공지된 방법을 사용하여 제조할 수 있다. Albrecht 특허에는, 예컨대 에틸렌옥시드와 활성 수소 함유 플루오로케미칼 중간체, 예컨대 플루오로지방족 알코올(예,  $R_fC_2H_4OH$ ), 플루오로지방족 산(예,  $R_fSO_2N(R)CH_2CO_2H$ ) 및 플루오로지방족 술폰아미드[예,  $R_fSO_2N(R)H$ ]를 반응시켜 각각  $R_fC_2H_4(OCH_2)_nOH$ ,  $R_fSO_2N(R)CH_2CO_2(C_2H_4O)_nH$  및  $R_fSO_2N(R)(C_2H_4O)_nH$ [여기서,  $n$ 은 3보다 큰 정수이며  $R$ 은 수소나 저급 알킬기(예, 1 내지 6개의 탄소 원자)임]를 형성시키므로써 활성 수소 함유 플루오로케미칼 중간체로부터 플루오로지방족기 함유 비이온성 화합물을 제조하는 방법을 개시하고 있다. 프로필렌 옥시드로 중간체를 처리하여 유사 화합물을 제조할 수 있다. 미국 특허 제3,787,351호(Olson)에 개시된 플루오로지방족 올리고머와 미국 특허 제2,723,999호(Cowen 등)에 개시된 특정 플루오르화된 알코올-에틸렌 옥시드 축합물은 유용한 것으로 생각되며, 상기 특허는 본원에서 참고로 인용하였다. 소수성의 장쇄 탄화수소기를 함유하는 플루오로지방족기 함유 비이온성 계면활성제는,  $BF_3$  에테레이트의 존재하에



와 같은 플루오로지방족 에폭시드를, 예컨대 각각  $CH_3C(CH_3)_2CH_2C(CH_3)_2C_6H_4(OCH_2)_9OH$  또는  $C_{12}H_{25}(OCH_2)_9OH$ 와 같은 에톡실화된 알킬페놀 또는 알코올과 반응시켜 제조할 수 있다. 이들은 또한, 먼저 에톡실화된 알킬페놀이나 알코올을 티오닐 클로라이드와 반응시켜 염화물로 전환시킨 후, 탄산나트륨 및 요오드화칼륨의 존재하에 생성된 염화물을 활성 수소 함유 플루오로지방족 술폰아미드, 예컨대  $C_8F_{17}SO_2NH(CH_3)$ 과 반응시켜 제조할 수 있다.

<30> 전술한 플루오로지방족 계면활성제와 조합하기 위한 비플루오르화된 비이온성 폴리옥시에틸렌 함유 계면활성제의 유용한 제1 종류는 일반적으로 하기 화학식 II로 표시할 수 있는 것들을 포함한다.

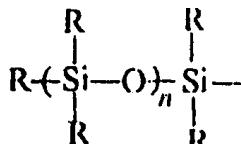
<31> [화학식 II]



<33> 상기 식에서,

<34>  $R_h$ 는 알킬기 또는 아릴기, 또는 이의 조합으로서, 치환 또는 비치환될 수 있으며, 골격쇄가 직쇄, 분지쇄 또는 충분히 큰 경우 환형, 또는 이의 임의의 조합일 수 있는 2 내지 약 20개의 탄소 원자를 포함하고; 또한 골격쇄는 경우에 따라 골격쇄의 탄소 원자에 결합된 산소, 6가 황 및 3가 질소 원자와 같은 1종 이상의 카테나리 헤테로원자를 포함할 수 있고;

<35>  $R'^h$ 는 수소 원자이거나, 또는 알킬기 또는 아릴기, 또는 이의 조합으로서, 치환 또는 비치환될 수 있고, 골격쇄가 직쇄, 분지쇄 또는 충분히 큰 경우 환형, 또는 이의 임의의 조합인 2 내지 약 20개의 탄소 원자를 포함하며; 또한 골격쇄는 경우에 따라 골격쇄의 탄소 원자에 결합된 산소, 6가 황 및 3가 질소와 같은 1개 이상의 카테나리 헤�테로원자를 포함할 수 있고,



<36> 표시된  $R_h$  및  $R'^h$ 의 하나 또는 둘은

의 폴리디알킬실록산기를 포함할 수 있으며, 이 식에서 모든  $R$ 기는 치환 또는 비치환, 직쇄 또는 분지쇄, 환형 또는 비환형일 수 있고, 하나 이상의 카테나리 헤�테로원자를 포함할 수 있는 2 내지 약 10개의 탄소 원자를 가진 알킬 또는 아릴기로서 각각 선택되며,

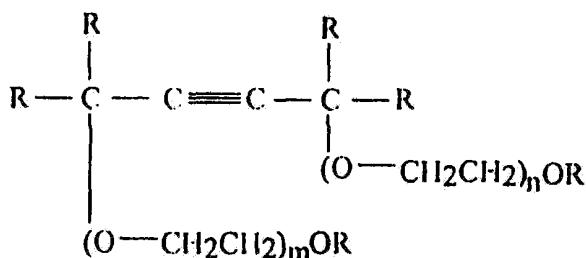
<37>  $Z$ 는 산소 또는 황원자이거나 또는 화학식  $-CO-$ ,  $-COO-$ ,  $-NH-$ ,  $-CONH-$  또는  $-N(R)-$ 일 수 있고, 여기서  $R$ 은 산소, 황 또는 질소와 같은 카테나리 헤�테로원자를 포함할 수 있고, 하나 이상의 에틸렌 옥시드 기를 포함할 수 있는 1 내지 10개의 탄소원자를 가지는 치환 또는 비치환 알킬기나 아릴기이고,  $R$ 이 알킬기인 경우, 그 알킬기는 환형 또는 개환형일 수 있고;

<38>  $x$ 는 계면활성제 중 에틸렌옥시드의 중량%가 약 20 중량% 내지 80 중량%, 바람직하게는 약 40 중량% 내지 약 70 중량%가 되도록 선택된 수이다.

<39> 상기 화학식 II의 대표적인 탄화수소 계면활성제로는 에톡실화된 알킬페놀(예, 각각 유니온 카바이드 코포레이션과 롱 푸랑 코포레이션에서 시판하는 Triton<sup>TM</sup> TX, Igepal<sup>TM</sup> CA 및 Igepal<sup>TM</sup> CO 시리즈), 에톡실화된 디알킬페놀(예, 롱 푸랑 코포레이션에서 시판하는 Igepal<sup>TM</sup> DM 시리즈), 에톡실화된 지방 알코올(예, 유니온 카바이드 코포레이션에서 시판하는 Tergitol<sup>TM</sup> 시리즈) 및 폴리옥시에틸렌 지방산 디에스테르(예, PPG 인더스트리즈 인코포레이티드에서 시판하는 Mapeg<sup>TM</sup> DO 시리즈) 등이 있다.

<40> 본 발명의 플루오로지방족 계면활성제와 병용하는 데 유용한 비플루오르화된 비이온성 폴리옥시에틸렌 함유 계면활성제의 제2 종류는 하기 화학식 III으로 표시할 수 있다.

<41> [화학식 | | |]



<43>

상기 식에서,

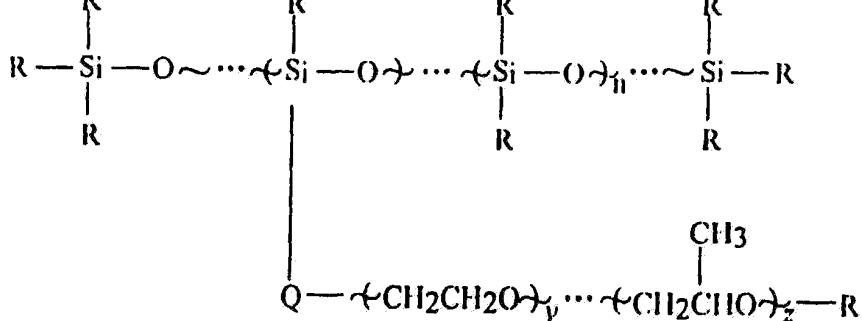
<44> n 및 m은 2 내지 약 20의 수이며, 계면활성제 중 폴리옥시에틸렌의 중량%가 20 중량% 내지 80 중량%, 바람직하게는 30 중량% 내지 60 중량%가 되도록 선택하고;

<45> 각 R은 골격쇄가 직쇄, 분지쇄 또는 충분히 큰 경우 환형, 또는 이의 임의의 조합인 2 내지 약 20개의 탄소 원자를 포함하고 치환 또는 비치환될 수 있는 알킬기 또는 아릴기로서 각각 독립적으로 선택되며; 또한 골격쇄는 경우에 따라 골격쇄의 탄소 원자에 결합된 산소, 6가 황 및 3가 질소 원자와 같은 하나 이상의 카테나리 헤테로원자를 포함할 수 있다.

<46> 1종 이상의 플루오로지방족 계면활성제와 병용하여 본 발명의 실시에 사용하기 유용한 비플루오르화된 비이온성 폴리옥시에틸렌 함유 계면활성제의 제3 종류는 일반적으로 하기 화학식 IV로 표시할 수 있는 오르가노실록산 학합물을 포함한다.

<47>

[—, —, —, —, —]



<49>

상기 식에서,

<50> n, x, y 및 z는 제시된 계면활성제 중 반복 단위의 수를 나타내며, 계면활성제중 폴리에틸렌 옥시드의 중량%가 20 중량% 내지 80 중량%, 바람직하게는 40 중량% 내지 70 중량%, 가장 바람직하게는 40 중량% 내지 60 중량%가 되도록 선택하고; 제시한 화학식에서 반복하는 실록산 단위는 계면활성제 분자 중에 무작위적으로 배치될 수 있으며;

<51> Q는 표시한 옥시알킬렌기에 규소원자를 결합하는 수단을 제공하는 다가, 일반적으로 2가인 결합 기이거나 또는 공유결합이며; Q는 헤테로원자 함유기, 예컨대  $-O-$ ,  $-CO-$ ,  $-C_nH_{2n}O-$  또는  $-OC_nH_{2n}O-$ (여기서 n은 1 내지 6의 수)를 함유하는 기를 포함할 수 있으며;

<52> 각 R은 골격쇄가 직쇄, 분지쇄 또는 충분히 큰 경우 환형, 또는 이의 임의의 조합일 수 있는 2 내지 약 20개의 탄소 원자를 포함하고 치환 또는 비치환될 수 있는 알킬기 또는 아릴기로서 독립적으로 선택되며; 또한 골격쇄는 경우에 따라 골격쇄의 탄소 원자에 결합된 산소, 6가 황 및 3가 질소 원자와 같은 하나 이상의 카테나리 헤테로원자를 포함할 수 있다.

<53> 화학식 IV로 표시되는 종류의 유용한 실리콘 계면활성제는 에톡실화된 폴리디메틸실록산, 예컨대 유니온 카바이드 코포레이션에서 시판하는 Silwet<sup>TM</sup> L-77를 포함한다.

<54>      플루오로케미칼 계면활성제 및 비플루오로케미칼 계면활성제의 배합물을 약 0.2 중량% 내지 약 5.0 중량%의 농도로 열가소성 수지에 첨가할 수 있다. 계면활성제 배합물을 약 2.0 중량% 미만 포함하는 부직포 웨브를 제조할 경우, 통상 압출전에 수지 펠렛과 화합물을 혼련 배합하거나 또는 압출 동안에 수지 펠렛과 함께 압출기 호퍼내로 액체 화합물을 계량하여 배합물을 중합체내로 혼입시킨다. 계면활성제 배합물을 약 2.0 중량% 이상 사용하는 경우, 용융 중합체 스트림이 압출기에서 방출되어 압출 다이로 유입되기 직전에 또는 압출기 배럴중 고압하에 용융된 중합체 스트림내로 화합물을 주입하는 것이 바람직하다. 편의상, 열가소성 중합체중 계면활성제 배합물의 "마스터 배치" 또는 초농축물(supconcentrate)을 만들고(예, 용융되어 펠렛으로 압출된, 계면활성제 배합물을 5 중량% 내지 30 중량% 포함하는 열가소성 수지), 웨브 압출 공정 전에 남아있는 열가소성 중합체에 첨가할 수 있다. 플루오로케미칼 계면활성제 대비플루오로케미칼 계면활성제의 유용한 비율은 9:1 내지 1:9, 바람직하게는 8:2 내지 2:8, 더욱 바람직하게는 8:2 내지 4:6이다.

<55> 본 발명의 섬유 및 직물을 이용하여, 유체 흡수 "코어" 부재의 최소한 일부로서 섬유와 직물을 사용한 기저귀, 여성용 보호 제품 및 성인 뇌실금 제품 등의 수성 매체 흡수 물품을 제조할 수 있다. 본

원에서 사용한 "흡수 물품"은 상당량의 물과 체액 등의 기타 수성 유체(즉, 액체)를 흡수할 수 있는 소비제품을 의미한다. 수성 매체 흡수 물품의 예로는 1회용 기저귀, 생리대, 탐폰, 놀실금 패드, 1회용 용변연습용 바지, 종이 수건, 지오패브릭(geofabrics), 화장지, 의료용 드레이프, 의료용 가운 등이 있다. 본 발명의 직물은 생리대, 기저귀 및 놀실금 패드 등의 물품에 사용하기 특히 적합하다.

<56> 수성 매체 흡수 물품은 수성 매체 불투과성 이면 시이트, 수성 매체 투과성 상부 시이트와, 양 시이트 사이에 배치된 수성 매체 흡수 구조를 포함하는 수성 흡수 코어를 포함한다. 불투과성 이면 시이트는, 예컨대 폴리에틸렌 또는 폴리프로필렌, 바람직하게는 두께가 약 0.038 mm 이상인 임의의 재료를 포함할 수 있으며, 우체를 흡수 물품내에 보유하는 것을 보조한다. 또한 불투과성 이면 시이트는 방수 물질로 처리한 직물을 포함할 수 있다. 투과성 상부 시이트는, 실질적으로 다공성이이고 수성 매체가 하부 흡수 코어내로 쉽게 통과하도록 하는 폴리에스테르, 폴리올레핀, 레이온 등의 재료를 포함할 수 있다. 상부 시이트 및 이면 시이트용으로 적절한 재료는 당업계에 공지되어 있다.

<57> 생리대와 그 내부에 사용하기 위한 적절한 재료에 대한 더욱 구체적인 설명은 미국 특허 제3,871,378호(Duncan 등), 제4,324,246호(Smith 등) 및 제4,589,876호(Van Tillberg)에서 찾아볼 수 있으며, 본원에서 참고로 인용하였다.

<58> 본 발명의 친수성 직물을 포함하는 1회용 기저귀는 종래의 기저귀 제조 기술을 사용하고, 통상 사용되는 나무 펄프 섬유 코어를 본 발명의 친수성 섬유로 대체 또는 보충하여 제조할 수 있다. 또한 본 발명의 친수성 종합체는 친수성을 원하는 물품의 상부 시이트에 친수성을 부여하는 데 사용할 수 있다. 따라서, 본 발명의 친수성 섬유는 단일층 또는 다층 코어 구조로 기저귀에 사용할 수 있다. 1회용 기저귀 형태의 물품은 본원에서 참고로 인용한 미국 특허 제3,592,194호(Duncan 등), 제3,489,148호(Duncan 등) 및 제3,860,003호(Buell)에 개시되어 있다.

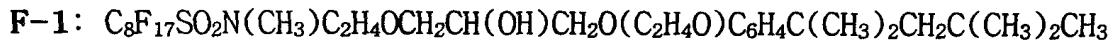
<59> 플루오로케미칼 계면활성제 및 비플루오로케미칼 계면활성제의 배합물을 열가소성 수지에 첨가하고, 수지를 통상적인 처리 기술로 처리하여 내구적인 친수성의 필름을 제조할 수 있다. 이 필름은 원하는 성능 특성에 따라 선택된 비다공성이거나 또는 다공성(기계적으로 전공시킨 필름 포함)일 수 있다. 그 결과 얻은 친수성 필름은, 예컨대 기타 용도중 여성용 위생 제품, 전자 분리기의 제작에 유용성이 있다.

### 실시예

<60> 하기의 실시예는 본 발명의 이해를 돋기 위해 제공된 것이다. 이들 실시예에서는 전술한 여러 화학식의 유용한 계면활성제를 제안 및 평가한다. 이 목록은 본 발명에 유용한 모든 계면활성제를 남김없이 설명하려는 것은 아니며, 이들 실시예는 본 발명의 범위를 제한하려는 것으로 해석해서는 안된다.

<61> 용어 해설

<62> 플루오로지방족기 함유 비이온성 화합물



<64> 화합물 F-1은 화합물 F-5와 동일한 일반 절차에 따라 제조하였으나, 단 0.624 g(0.54 mL, 0.0044 당량 또는 약 2.0 몰%)의 삼플루오르화붕소 에테레이트의 존재하에 140.86 g(0.22 당량)의 MeFOSG를 58.74 g(0.22 당량)의 Triton<sup>TM</sup> X-15(미국 코네티컷주 덴버리에 소재하는 유니온 카바이드 코포레이션의 시판품인 에톡실화된(1.0) 알킬페놀)와 반응시켜 실온에서 액체인 원하는 히드록시에테르 부가 반응 생성물을 얻었다.



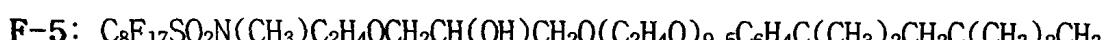
<66> 화합물 F-2는 화합물 F-5와 동일한 일반 절차에 따라 제조하였으나, 단 0.283 g(0.25 mL, 0.002 당량)의 삼플루오르화붕소 에테레이트의 존재하에 64.03 g(0.1 당량)의 MeFOSG를 33.8 g(0.1 당량)의 Igepal<sup>TM</sup> CA-420(미국 뉴저지주 크랜베리에 소재하는 롱 푸랑 코포레이션의 시판품인 에톡실화된(2.7) 알킬페놀)과 반응시켜 실온에서 액체인 원하는 히드록시에테르 부가 반응 생성물을 얻었다.



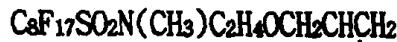
<68> 화합물 F-3은 화합물 F-5와 동일한 일반 절차에 따라 제조하였으나, 단 0.283 g(0.25 mL, 0.002 당량)의 삼플루오르화붕소 에테레이트의 존재하에 64.03 g(0.1 당량)의 MeFOSG를 42.6 g(0.1 당량)의 Triton<sup>TM</sup> X-45(유니온 카바이드 코포레이션의 시판품인 에톡실화된(5) 알킬페놀)과 반응시켜 실온에서 액체인 원하는 히드록시에테르 부가 반응 생성물을 얻었다.



<70> 화합물 F-4는 화합물 F-5와 동일한 일반 절차에 따라 제조하였으나, 단 0.95 g(0.82 mL, 0.0066 당량)의 삼플루오르화붕소 에테레이트의 존재하에 96.63 g(0.15 당량)의 MeFOSG를 81.9 g(0.15 당량)의 Triton<sup>TM</sup> X-114(유니온 카바이드 코포레이션의 시판품인 에톡실화된(7.5) 알킬페놀)와 반응시켜 실온에서 액체인 원하는 히드록시에테르 부가 반응 생성물을 얻었다.



<72> 화합물 F-5는 하기의 절차에 따라 제조하였다. 자석 교반 막대가 구비된 둥근 바닥 플라스크에



(MeFOSG, 미국 특허 제5,380,778호의

실시예 1에 개시된 것과 유사한 절차를 사용하여 에피클로로히드린과  $\text{C}_8\text{F}_{17}\text{SO}_2\text{N}(\text{CH}_3)\text{H}$ 를 반응시켜 제조함)

과 95.1 g(0.15 당량)의 Triton™ X-100(유니온 카바이드 코포레이션의 시판품인 에톡실화된(9.5) 알킬페놀)을 첨가하고, 혼합물을 73°C로 가열하였다. 이어서, 교반하면서 0.4616 g(0.40 mL, 약 2몰%)의 삼플루오르화붕소 에테레이트(미국 위스콘신주 밀워키에 소재하는 알드리치 캠파니의 시판품)를 혼합물에 한번에 첨가하고, 8분 후에 최대 88°C로 온도를 증가시킨 다음 35분 후에 온도를 다시 72°C로 한다. 약 2시간 후에, 반응 혼합물을 기체 크로마토그래피로 분석하여 잔여 MeFOSG를 포함하지 않는다는 것을 확인하였다.  $^1\text{H}$  및  $^{13}\text{C}$  NMR의 반응 혼합물 분석은 혼합물이 완전히 반응하여 실온에서 액체인 원하는 힐록시에테르 부가 반응 생성물을 형성한다는 것을 보여준다.



&lt;74&gt;

화합물 F-6은 화합물 F-5와 동일한 일반 절차에 따라 제조하였으나, 단 0.92 g(0.8 mL, 0.0065 당량)의 삼플루오르화붕소 에테레이트의 존재하에 96.6 g(0.15 당량)의 MeFOSG를 114.9 g(0.15 당량)의 Triton™ X-102(유니온 카바이드 코포레이션의 시판품인 에톡실화된(12.5) 알킬페놀)와 반응시켜 실온에서 액체인 원하는 힐록시에테르 부가 반응 생성물을 얻었다.



&lt;76&gt;

화합물 F-7은 화합물 F-5와 동일한 일반 절차에 따라 제조하였으나, 단 0.38 g(0.33 mL, 0.0027 당량)의 삼플루오르화붕소 에테레이트의 존재하에 59.1 g(0.0923 당량)의 MeFOSG를 140.85 g(0.0923 당량)의 Triton™ X-305(유니온 카바이드 코포레이션의 시판품인 에톡실화된(30) 알킬페놀)와 반응시켜 실온에서 액체인 원하는 힐록시에테르 부가 반응 생성물을 얻었다.



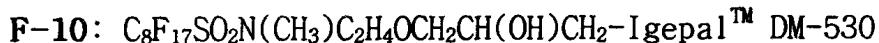
&lt;78&gt;

화합물 F-8은 화합물 F-5와 동일한 일반 절차에 따라 제조하였으나, 단 0.115 g(0.1 mL, 0.0008 당량)의 삼플루오르화붕소 에테레이트의 존재하에 64.4 g(0.1 당량)의 MeFOSG를 35.0 g(0.1 당량)의 Carbowax™ 350(유니온 카바이드 코포레이션의 시판품인 폴리에틸렌 글리콜 350 모노메틸 에테르)과 반응시켜 실온에서 액체인 원하는 힐록시에테르 부가 반응 생성물을 얻었다.



&lt;80&gt;

화합물 F-9는 화합물 F-5와 동일한 일반 절차에 따라 제조하였으나, 단 0.173 g(0.15 mL, 0.00125 당량)의 삼플루오르화붕소 에테레이트의 존재하에 33.21 g(0.05 당량)의 MeFOSG를 77.1 g(0.05 당량)의 Thanol™ 4070(유니온 카바이드 코포레이션의 시판품인 골격에 에틸렌 옥시드와 프로필렌 옥시드의 80/20(중량) 랜덤 공중합체를 가지는 4626 분자량의 트리올)과 반응시켜 실온에서 액체인 원하는 힐록시에테르 부가 반응 생성물을 얻었다.



&lt;82&gt;

화합물 F-10은 화합물 F-5와 동일한 일반 절차에 따라 제조하였으나, 단 0.53 g(0.46 mL, 0.00375 당량, MeFOSG에 대해 2.5 몰%)의 삼플루오르화붕소 에테레이트의 존재하에 99.63 g(0.1546 당량)의 MeFOSG를 111.3 g(0.15 당량)의 Igepal™ DM-530(미국 뉴저지주 크랜베리에 소재하는 롱 푸랑 코포레이션의 시판품)과 반응시켜 실온에서 고체인 원하는 힐록시에테르 부가 반응 생성물을 얻었다.



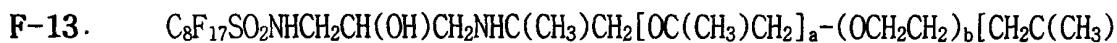
&lt;84&gt;

화합물 F-11은 화합물 F-5와 동일한 일반 절차에 따라 제조하였으나, 단 1.38 g(1.20 mL, 0.0098 당량, MeFOSG에 대해 6.3 몰%)의 삼플루오르화붕소 에테레이트의 존재하에 99.63 g(0.1546 당량)의 MeFOSG를 149.1 g(0.15 당량)의 Igepal™ DM-710(롱 푸랑 코포레이션의 시판품)과 반응시켜 실온에서 고체인 원하는 힐록시에테르 부가 반응 생성물을 얻었다.



&lt;86&gt;

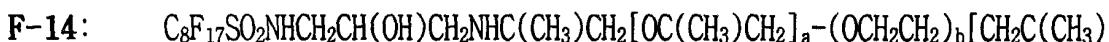
화합물 F-12는 화합물 F-5와 동일한 일반 절차에 따라 제조하였으나, 단 0.215 g(0.87 mL, 0.00153 당량, 또는 MeFOSG에 대해 2 몰%)의 삼플루오르화붕소 에테레이트의 존재하에 48.70 g(0.076 당량)의 MeFOSG를 151.64 g(0.076 당량)의 Igepal™ DM-880(롱 푸랑 코포레이션의 시판품)과 반응시켜 실온에서 고체인 원하는 힐록시에테르 부가 반응 생성물을 얻었다.



&lt;88&gt;

$\text{NH}]_c\text{CH}_2\text{CH(OH)CH}_2\text{NHSO}_2\text{C}_8\text{F}_{17}$ , 여기서  $a+c$ 는 약 2.50이고  $b$ 는 약 20이다.

<89> 화합물 F-13은 화합물 F-5와 동일한 일반 절차에 따라 제조하였으나, 단 0.14 g(0.122 mL, 0.001 당량)의 삼플루오르화붕소 에테레이트의 존재하에 64.42 g(0.1 당량)의 MeFOSG를 32.86 g(0.1 당량)의 Jeffamine<sup>TM</sup> ED-600(미국 유타주 설트레이크 시티에 소재하는 헌츠만 케미칼 코포레이션의 시판품)과 반응 시켜 실온에서 액체인 원하는 부가 반응 생성물을 얻었다.



<91>  $NH]_cCH_2CH(OH)CH_2NSO_2C_8F_{17}$ , 여기서 a+c는 약 2.5이고 b는 약 15.5이다.

<92> 화합물 F-14는 화합물 F-5와 동일한 일반 절차에 따라 제조하였으나, 단 0.14 g(0.122 mL, 0.001 당량)의 삼플루오르화붕소 에테레이트의 존재하에 64.42 g(0.1 당량)의 MeFOSG를 50.5 g(0.1 당량)의 Jeffamine<sup>TM</sup> ED-900(미국 유타주 설트레이크 시티에 소재하는 헌츠만 케미칼 코포레이션의 시판품)과 반응 시켜 실온에서 액체인 원하는 부가 반응 생성물을 얻었다.

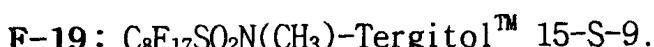
<93> F-15: 화합물 F-15,  $C_8F_{17}SO_2N(C_2H_5)(C_2H_{40})_{7.3}H$ , 에톡실화된 플루오로지방족 알코올은 미국 특허 제2,915,554호(Ahlbrecht 등)에 개시된 방법에 따라 제조하였다.

<94> F-16: 화합물 F-16, Zonyl<sup>TM</sup> FSN, 테트라히드로 플루오르화된 알킬 에톡실레이트(CAS 번호 65545-80-4)는 미국 델라웨어주 월밍تون에 소재하는 이.아이. 듀퐁 드 너무르 & 컴파니에서 시판한다.

<95> F-17: 화합물 F-17, Zonyl<sup>TM</sup> FSO, 테트라히드로 플루오르화된 알킬 에톡실레이트는 이.아이. 듀퐁 드 너무르 & 컴파니에서 시판한다.

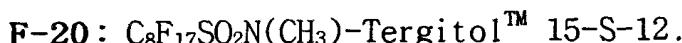
<96> F-18: 화합물 F-18,  $C_8F_{17}SO_2N(CH_3)(C_2H_4O)_{9.5}C_6H_4C(CH_3)_2CH_2C(CH_3)_2CH_3$ 는 하기의 절차에 따라 제조하였다. 상부 교반기, 온도계, 환류 응축기 및 2개의 부착된 기체 세척 병(2번째 병에는 10% 수산화나트륨 수용액이 들어있음)이 구비된 3목 둥근 바닥 플라스크에 646 g(1.0 몰)의 Triton<sup>TM</sup> X-100과 12.9 g의 Celite<sup>TM</sup> 여과제(알드리치 컴파니의 시판용)를 투입하였다. 혼합물을 60°C로 가열한 후 142.76 g(1.2 몰)의 티오닐 클로라이드를 약 22 분 동안 적가 깔대기를 통해 첨가하고, 온도를 75°C로 상승시켰다. 이어서, 4시간 동안 반응 혼합물을 통해 질소 방울을 형성시키고, 이 과정에서 혼합물 온도를 68°C~71°C로 변화시켰다. 환류 응축기와 기체 세척병을 스틸 헤드(still head)로 대체하고, 반응 혼합물을 교반하면서 약 50 torr 절대압의 진공을 가하였다. 분액의 <sup>13</sup>C 및 <sup>1</sup>H 분석으로 반응이 완결된 것으로 확인된 후에, 반응 혼합물을 C-다공성 프릿 유리 부흐너 깔대기를 통해 고온 여과시켜 밝은 황색 생성물인 Triton<sup>TM</sup> X-100 클로라이드를 얻었다.

<97> 상부 교반기, 환류 응축기 및 질소 유입 어댑터가 구비된 3목 둥근 바닥 플라스크에 125 g(0.244 당량)의  $C_8F_{17}SO_2NH_2$  (MeFOSA), 177.80 g의 Triton<sup>TM</sup> X-100 클로라이드(상기 제조법으로 얻음), 30.18 g(0.2794 당량, 15% 몰 과량)의 탄산나트륨 및 2.46 g(0.0149 당량, 또는 MeFOSA에 대해 6.26 몰%)의 요오드화칼륨을 투입하였다. 반응 혼합물을 8시간 동안 120°C로 가열하고, 이 때 기체 크로마토그래피로 분석하면 MeFOSA는 나타나지 않았다. 95°C로 냉각한 후에, 반응 혼합물을 157 g의 10% 수성 황산과 157 g의 탈이온수로 차례로 세척하였다. 세척된 반응 혼합물을 70°C 및 50 torr의 절대압의 회전식 증발기에서 증발시켜 농축하여 252.6 g의 갈색 액체(92.2% 수율)를 얻었으며, 이의 구조는 <sup>13</sup>C와 <sup>1</sup>H NMR 분광분석으로 원하는 에테르 부가 반응 생성물과 일치하는 것으로 특성규명되었다.



<99> 화합물 F-19는 화합물 F-18과 동일한 일반 제조 절차에 따라 제조하였으나, 단 13 g의 Celite<sup>TM</sup> 여과제의 존재하에 596 g(1.0 당량)의 Tergitol<sup>TM</sup> 15-S-9(미국 코네티컷주 덴버리에 소재하는 유니온 카바이드 코포레이션에서 시판하는, 2차 알코올에서 유도한  $C_{11-15}H_{23-31}(OCH_2CH_2)_9OH$ )를 142.76 g(1.2 당량)의 티오닐 클로라이드와 반응시켜 Tergitol<sup>TM</sup> 15-S-9 클로라이드를 제조하였다.

<100> 이어서, 125 g(0.244 당량)의 MeFOSA를 153.04 g(0.249 당량, 또는 2% 몰 과량)의 Tergitol<sup>TM</sup> 15-S-9 클로라이드, 37.71 g(0.355 당량, 또는 50% 몰 과량)의 탄산나트륨 및 3.57 g(0.022 당량, 또는 MeFOSA에 대해 8.8 몰%)의 요오드화칼륨과 반응시켜 암색의 액체인 원하는 에테르 부가 반응 생성물을 얻었다.



<102> 화합물 F-20은 화합물 F-18과 동일한 일반 제조 절차에 따라 제조하였으나, 단 14.56 g의 Celite<sup>TM</sup> 여과제의 존재하에 728 g(1.0 당량)의 Tergitol<sup>TM</sup> 15-S-12(미국 코네티컷주 덴버리에 소재하는 유니온 카바이드 코포레이션에서 시판하는, 2차 알코올에서 유도한  $C_{11-15}H_{23-31}(OCH_2CH_2)_{12}OH$ )를 142.76 g(1.2 당량)의 티오닐 클로라이드와 반응시켜 Tergitol<sup>TM</sup> 15-S-12 클로라이드를 제조하였다.

<103> 이어서, 125 g(0.244 당량)의 MeFOSA를 185.91 g(0.249 당량, 또는 2% 몰 과량)의 Tergitol<sup>TM</sup> 15-S-12 클로라이드, 37.71 g(0.355 당량, 또는 50% 몰 과량)의 탄산나트륨 및 8.41 g(0.0205 당량, 또는 MeFOSA에 대해 8.5 몰%)의 요오드화칼륨과 반응시켜 암색의 액체인 원하는 에테르 부가 반응 생성물을 얻

었다.

F-21: C<sub>8</sub>F<sub>17</sub>SO<sub>2</sub>N(CH<sub>3</sub>)—Genapol™ 26-L-80.

화합물 F-21은 화합물 F-18과 동일한 일반 제조 절차에 따라 제조하였으나, 단 5.5 g의 Celite™ 여과제의 존재하에 200.83 g(0.337 당량)의 Genapol™ 26-L-80(미국 노스 캐롤라이나주 샤롯데에 소재하는 헥스트 셀러니즈 코포레이션에서 시판하는, 1차 알코올에서 유도한  $C_{12-16}H_{25-33}(OCH_2CH_2)^{9.5}OH$ )를 48.12 g(0.4045 당량, 20% 몰 과량)의 티오닐 클로라이드와 반응시켜 Genapol™ 26-L-80 클로라이드를 제조하였다.

이어서, 125 g(0.244 당량)의 MeFOSA를 179.93 g(0.249 당량, 또는 2% 몰 과량)의 Genapol™ 26-L-80 클로라이드, 37.71 g(0.355 당량, 또는 50% 몰 과량)의 탄산나트륨 및 2.76 g(0.0141 당량, 또는 MeFOSA에 대해 8.5 몰%)의 요오드화칼륨과 반응시켜 담황색 액체인 원하는 에테르 부가 반응 생성물을 얻었다.

F-22:  $[C_8F_{17}SO_2N(CH_3)(C_2H_4O)_6C_2H_4]_2O$

화합물 F-22는 화합물 F-18과 동일한 일반 제조 절차에 따라 제조하였으나, 단 6 g의 Celite™ 여과제의 존재하에 600 g(2.0 당량)의 Carbowax™ 600(미국 코네티컷주 덴부리에 소재하는 유니온 카바이드 코포레이션에서 시판하는, 분자량이 600인 폴리에틸렌 글리콜)을 285.53 g(2.4 당량, 20% 물 과량)의 티오닐 클로라이드와 반응시켜 Carbowax™ 600 클로라이드를 제조하였다.

이어서, 158.1 g(0.308 당량)의 MeFOSA를 100.64 g(0.315 당량, 또는 2% 몰 과량)의 Carbowax™ 600 클로라이드, 47.85 g(0.45 당량, 또는 50% 몰 과량)의 탄산나트륨 및 5.46 g(0.0328 당량, 또는 MeFOSA에 대해 10.6 몰%)의 요오드화칼륨과 반응시켜 실온에서 고체인 원하는 에테르 부가 반응 생성물을 얻었다.

F-23 : C<sub>8</sub>F<sub>17</sub>SO<sub>2</sub>N(CH<sub>3</sub>) - Igepal™ DM-530

화합물 F-23은 화합물 F-18과 동일한 일반 제조 절차에 따라 제조하였으나, 단 6.5 g의 Celite™ 여과제의 존재하에 325.1 g(0.438 당량)의 Igepal™ DM-530(미국 뉴저지주 크랜베리에 소재하는 통 푸랑 코포레이션에서 시판하는 에톡실화된(9.6) 분지 디노닐페놀)을 62.55 g(0.525 당량, 20% 몰 과량)의 티오닐 클로라이드와 반응시켜 Igepal™ DM-530 클로라이드를 제조하였다.

이어서, 138.59 g(0.270 당량)의 MeFOSA를 200 g(0.263 당량, 또는 3% 물 부족)의 Igepal™ DM-530 클로라이드, 41.80 g(0.394 당량, 또는 50% 물 과량)의 탄산나트륨 및 2.73 g(0.0165 당량, 또는 MeFOSA에 대해 6.1 몰%)의 요오드화칼륨과 반응시켜 실온에서 고체인 원하는 에테르 부가 반응 생성물을 얻었다.

F-24 : C<sub>8</sub>F<sub>17</sub>SO<sub>2</sub>N(CH<sub>3</sub>) - Igepal™ DM-710

화합물 F-24는 화합물 F-18과 동일한 일반 제조 절차에 따라 제조하였으나, 단 6 g의 Celite™  
여과제의 존재하에 300.28 g(0.302 당량)의 Igepal™ DM-710(미국 뉴저지주 크랜베리에 소재하는 통 푸랑  
코포레이션에서 시판하는 에톡실화된(15)분지 디노닐페놀)을 51.45 g(0.3635 당량, 20% 몰 과량)의 티오  
닐 클로라이드와 반응시켜 Igepal™ DM-710 클로라이드를 제조하였다.

이어서, 104.1 g(0.203 당량)의 MeFOSA를 200 g(0.1975 당량, 또는 3% 물 부족)의 Igepal™ DM-710 클로라이드, 31.40 g(0.2962 당량, 또는 50% 물 과량)의 탄산나트륨 및 2.05 g(0.0123 당량, 또는 MeFOSA에 대해 6.1 몰%)의 요오드화칼륨과 반응시켜 실온에서 고체인 원하는 에테르 부가 반응 생성물을 얻었다.

**F-25:**  $C_8F_{17}SO_2N(C_2H_5)C_2H_4OCH_2CH(OH)CH_2O(C_2H_4O)_{9.5}C_6H_4C(CH_3)_2CH_2C(CH_3)_2CH_3$

화합물 F-25는 화합물 F-5와 동일한 일반 절차에 따라 제조하였으나, 단 62.84 g(0.1 당량)의  $C_8F_{17}SO_2N(C_2H_5)C_2H_4OCH_2CHCH_2$

0 (EtFOSG, 미국 특허 제5,025,052호에 개시된 것과 유사한 절차를 사용하여 에피클로로히드린과  $C_8F_{17}SO_2N(C_2H_5)_2$ 를 반응시켜 제조함)를 MeFOSG 대신 사용하고, 54.6 g(0.1 당량)의 Triton<sup>TM</sup> X-100을 사용하고, 0.283 g(0.25 mL, 0.002 당량)의 삼플루오르화붕소 에테레이트를 사용하여 실온에서 액체인 원하는 히드록시에테르 부가 반응 생성물을 얻었다.

F-26:  $C_8F_{17}SO_2N(C_2H_5)C_2H_4OCH_2CH(OH)CH_2O(C_2H_4O)_7\cdot_5C_6H_4C(CH_3)_2CH_2C(CH_3)_2CH_3$

화합물 F-26은 화합물 F-4를 제조하는 데 사용한 것과 유사한 절차를 사용하여 제조하였다. 구체적으로 0.283 g(0.25 mL, 0.002 당량)의 샘플로 오르화붕소 에테레이트의 존재하에 62.84 g(0.1 당량)의

EtFOSG를 54.6 g(0.1 당량)의 Triton<sup>TM</sup> X-114와 반응시켜 실온에서 액체인 원하는 하드록시에테르 부가 반응 생성물을 얻었다.

### F-27: [C<sub>8</sub>F<sub>17</sub>SO<sub>2</sub>N(C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>OCH<sub>2</sub>CH(OH)CH<sub>2</sub>]<sub>3</sub>-Thanol<sup>TM</sup>

<121> 화합물 F-27은 화합물 F-9를 제조하는 데 사용한 것과 유사한 절차를 사용하여 제조하였다. 구체적으로, 0.173 g(0.15 mL, 0.00125 당량)의 삼플루오르화붕소 에테레이트의 존재하에 31.42 g(0.05 당량)의 EtFOSG를 77.1 g(0.05 당량)의 Thanol<sup>TM</sup> 4070과 반응시켜 실온에서 액체인 원하는 하드록시에테르 부가 반응 생성물을 얻었다.

### F-28: C<sub>8</sub>F<sub>17</sub>SO<sub>2</sub>N(C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>OCH<sub>2</sub>CH(OH)CH<sub>2</sub>O(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O)<sub>8</sub>CH<sub>3</sub>

<123> 화합물 F-28은 화합물 F-8를 제조하는 데 사용한 것과 유사한 절차를 사용하여 제조하였다. 구체적으로, 0.35 g(0.31 mL, 0.0025 당량)의 삼플루오르화붕소 에테레이트의 존재하에 62.84 g(0.1 당량)의 EtFOSG를 35.0 g(0.1 당량)의 Carbowax<sup>TM</sup> 350과 반응시켜 실온에서 액체인 원하는 하드록시에테르 부가 반응 생성물을 얻었다.

### F-29: C<sub>8</sub>F<sub>17</sub>SO<sub>2</sub>N(C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O)<sub>9.5</sub>C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>C(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>C(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>

<125> 화합물 F-29는 화합물 F-18를 제조하는 데 사용한 것과 유사한 절차를 사용하여 제조하였다. 구체적으로, 2.25 kg(2.79 당량)의 탄산나트륨과 133 g(0.80 당량)의 요오드화칼륨의 존재하에 4.004 kg(7.60 당량)의 EtFOSA를 5.125 kg(7.712 당량, 또는 EtFOSA에 대해 1.015 당량 비율)의 Triton<sup>TM</sup> X-100 클로라이드와 반응시켜 실온에서 액체인 원하는 에테르 부가 반응 생성물을 얻었다.

### F-30: C<sub>8</sub>F<sub>17</sub>SO<sub>2</sub>N(C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)-Genapol<sup>TM</sup> 26-L-80

<127> 화합물 F-30은 화합물 F-21를 제조하는 데 사용한 것과 유사한 절차를 사용하여 제조하였다. 구체적으로, 0.814 kg(7.68 당량)의 탄산나트륨과 79.7 g(0.48 당량)의 요오드화칼륨의 존재하에 3.37 kg(6.4 당량)의 EtFOSA를 4.0 kg(6.53 당량, 또는 EtFOSA에 대해 1.02 당량 비율)의 Genapol<sup>TM</sup> 26-L-80 클로라이드와 반응시켜 실온에서 액체인 원하는 에테르 부가 반응 생성물을 얻었다.

<128> 탄화수소기 함유 비이온성 화합물

<129> 에톡실화된 알킬페놀:

<130> H-1: Triton<sup>TM</sup> X-15, 에톡실화된(1) 옥틸페놀, 미국 코네티컷주 덴부리에 소재하는 유니온 카바이드 코포레이션에서 시판. Triton<sup>TM</sup> X-15는 약 17 중량%의 폴리에틸렌 옥시드를 함유한다.

<131> H-2: Igepal<sup>TM</sup> CA-420, 에톡실화된(2.7) 옥틸페놀, 미국 뉴저지주 크랜베리에 소재하는 롱 푸랑 코포레이션에서 시판. Igepal<sup>TM</sup> CA-420은 약 37 중량%의 폴리에틸렌 옥시드를 함유한다.

<132> H-3: Triton<sup>TM</sup> X-45, 에톡실화된(5) 옥틸페놀, 유니온 카바이드 코포레이션에서 시판. Triton<sup>TM</sup> X-45는 약 52 중량%의 폴리에틸렌 옥시드를 함유한다.

<133> H-4: Triton<sup>TM</sup> X-114, 에톡실화된(7.5) 옥틸페놀, 유니온 카바이드 코포레이션에서 시판. Triton<sup>TM</sup> X-114는 약 62 중량%의 폴리에틸렌 옥시드를 함유한다.

<134> H-5: Triton<sup>TM</sup> X-100, 에톡실화된(9.5) 옥틸페놀, 유니온 카바이드 코포레이션에서 시판. Triton<sup>TM</sup> X-100은 약 67 중량%의 폴리에틸렌 옥시드를 함유한다.

<135> H-6: Triton<sup>TM</sup> X-102, 에톡실화된(12.5) 옥틸페놀, 유니온 카바이드 코포레이션에서 시판. Triton<sup>TM</sup> X-102는 약 73 중량%의 폴리에틸렌 옥시드를 함유한다.

<136> H-7: Triton<sup>TM</sup> X-165, 에톡실화된(16) 옥틸페놀, 유니온 카바이드 코포레이션에서 시판. Triton<sup>TM</sup> X-165는 약 77 중량%의 폴리에틸렌 옥시드를 함유한다.

<137> H-8: Triton<sup>TM</sup> X-305, 에톡실화된(30) 옥틸페놀, 유니온 카바이드 코포레이션에서 시판. Triton<sup>TM</sup> X-305는 약 87 중량%의 폴리에틸렌 옥시드를 함유한다.

<138> H-9: Igepal<sup>TM</sup> RC-620, 에톡실화된(10) 도데실페놀, 롱 푸랑 코포레이션에서 시판. Igepal<sup>TM</sup> RC-620은 약 63 중량%의 폴리에틸렌 옥시드를 함유한다.

<139> H-10: Igepal<sup>TM</sup> CO-710, 에톡실화된(11) 노닐페놀, 롱 푸랑 코포레이션에서 시판. Igepal<sup>TM</sup> CO-710은 약 79 중량%의 폴리에틸렌 옥시드를 함유한다.

<140> 에톡실화된 디알킬페놀:

<141> H-11: Igepal<sup>TM</sup> DM-530, 에톡실화된(10) 디노닐페놀, 롱 푸랑 코포레이션에서 시판. Igepal<sup>TM</sup> DM-

530은 약 56 중량%의 폴리에틸렌 옥시드를 함유한다.

<142> H-12: Igepal<sup>TM</sup> DM-710, 에톡실화된(15) 디노닐페놀, 롱 푸랑 코포레이션에서 시판. Igepal<sup>TM</sup> DM-710은 약 66 중량%의 폴리에틸렌 옥시드를 함유한다.

<143> H-13: Igepal<sup>TM</sup> DM-880, 에톡실화된(49) 디노닐페놀, 롱 푸랑 코포레이션에서 시판. Igepal<sup>TM</sup> DM-880은 약 86 중량%의 폴리에틸렌 옥시드를 함유한다.

<144> 에톡실화된 알코올:

<145> H-14: Tergitol<sup>TM</sup> 15-S-3, 2차 알코올에서 유도된 C<sub>11-15</sub>H<sub>23-31</sub>(OCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>OH, 유니온 카바이드 코포레이션에서 시판. Tergitol<sup>TM</sup> 15-S-3은 약 40 중량%의 폴리에틸렌 옥시드를 함유한다.

<146> H-15: Tergitol<sup>TM</sup> 15-S-9, 2차 알코올에서 유도된 C<sub>11-15</sub>H<sub>23-31</sub>(OCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>)<sub>9</sub>OH, 유니온 카바이드 코포레이션에서 시판. Tergitol<sup>TM</sup> 15-S-9는 약 66 중량%의 폴리에틸렌 옥시드를 함유한다.

<147> H-16: Genapol<sup>TM</sup> 26-L-80, 1차 알코올에서 유도된 C<sub>12-16</sub>H<sub>25-33</sub>(OCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>)<sub>9.5</sub>OH, 미국 노스캐롤라이나 주 샤롯태에 소재하는 퀄스트 셀라니즈 코포레이션에서 시판. Genapol<sup>TM</sup> 26-L-80은 약 66 중량%의 폴리에틸렌 옥시드를 함유한다.

<148> H-17: Tergitol<sup>TM</sup> 15-S-12, 2차 알코올에서 유도된 C<sub>11-15</sub>H<sub>23-31</sub>(OCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>)<sub>12</sub>OH, 유니온 카바이드 코포레이션에서 시판. Tergitol<sup>TM</sup> 15-S-12는 약 73 중량%의 폴리에틸렌 옥시드를 함유한다.

<149> H-18: Tergitol<sup>TM</sup> 15-S-20, 2차 알코올에서 유도된 C<sub>11-15</sub>H<sub>23-31</sub>(OCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>)<sub>20</sub>OH, 유니온 카바이드 코포레이션에서 시판. Tergitol<sup>TM</sup> 15-S-20은 약 81 중량%의 폴리에틸렌 옥시드를 함유한다.

<150> H-19: Carbowax<sup>TM</sup> 350, 폴리에틸렌 글리콜 350 모노메틸 에테르, 유니온 카바이드 코포레이션에서 시판 Carbowax<sup>TM</sup> 350은 약 92 중량%의 폴리에틸렌 옥시드를 함유한다.

<151> 모노에스테르 지방산 에톡실레이트:

<152> H-20: Calgene<sup>TM</sup> 40-L, 폴리에틸렌 글리콜 400 모노라우레이트, 미국 일리노이주 스코키에 소재하는 칼젠페이지 인코포레이티드에서 시판. Calgene<sup>TM</sup> 40-L은 약 70 중량%의 폴리에틸렌 옥시드를 함유한다.

<153> 디에스테르 지방산 에톡실레이트:

<154> H-21: Mapeg<sup>TM</sup> D0-400, 폴리에틸렌 글리콜 400 디올레이트, 미국 일리노이주 거니에 소재하는 PPG 인더스트리즈에서 시판. Mapeg<sup>TM</sup> D0-400은 약 42 중량%의 폴리에틸렌 옥시드를 함유한다.

<155> H-22: Mapeg<sup>TM</sup> D0-600, 폴리에틸렌 글리콜 600 디올레이트, PPG 인더스트리즈에서 시판. Mapeg<sup>TM</sup> D0-600은 약 52 중량%의 폴리에틸렌 옥시드를 함유한다.

<156> 에톡실화된 아민:

<157> H-23: Ethomeen<sup>TM</sup> C/15, 에톡실화후에 3차 아민을 형성하는 에톡실화된(5)코코아민, 미국 일리노이주 시카고에 소재하는 악조 케미칼스 인코포레이티드에서 시판. Ethomeen<sup>TM</sup> C/15는 약 53 중량%의 폴리에틸렌 옥시드를 함유한다.

<158> 에톡실화된 아미드:

<159> H-24: Witcamide<sup>TM</sup> M-3, 디에탄올(2) 코코아미드, 미국 일리노이주 시카고에 소재하는 위트코 케미칼 코포레이션에서 시판. Witcamide<sup>TM</sup> M-3은 약 29 중량%의 폴리에틸렌 옥시드를 함유한다.

<160> H-25: Ethomid<sup>TM</sup> 0/17, 에톡실화된(5) 올레오아미드, 미국 일리노이주 시카고에 소재하는 악조 케미칼스 인코포레이티드에서 시판. Ethomid<sup>TM</sup> 0/17은 약 42 중량%의 폴리에틸렌 옥시드를 함유한다.

<161> 에톡실화된 마captan:

<162> H-26: Alcodet<sup>TM</sup> 260, 에톡실화된(6) 도데실티올, 롱 푸랑 코포레이션에서 시판. Alcodet<sup>TM</sup> 260은 약 47 중량%의 폴리에틸렌 옥시드를 함유한다.

<163> H-27: Alcodet<sup>TM</sup> SK, 에톡실화된(8) 도데실티올, 롱 푸랑 코포레이션에서 시판. Alcodet<sup>TM</sup> SK는 약 54 중량%의 폴리에틸렌 옥시드를 함유한다.

<164> H-28: Alcodet<sup>TM</sup> 218, 에톡실화된(10) 도데실티올, 롱 푸랑 코포레이션에서 시판. Alcodet<sup>TM</sup> 218은 약 59 중량%의 폴리에틸렌 옥시드를 함유한다.

<165> 아세틸렌 디올 에톡실레이트:

- <166> H-29: Surfynol<sup>TM</sup> 420, 에톡실화된(1.3) 아세틸렌 디올, 미국 펜실베니아주 앨렌타운에 소재하는 에어 프로덕츠 앤드 케미칼스 인코포레이티드에서 시판. Surfynol<sup>TM</sup> 420은 약 20 중량%의 폴리에틸렌 옥시드를 함유한다.
- <167> H-30: Surfynol<sup>TM</sup> 440, 에톡실화된(3.5) 아세틸렌 디올, 미국 펜실베니아주 앨렌타운에 소재하는 에어 프로덕츠 앤드 케미칼스 인코포레이티드에서 시판. Surfynol<sup>TM</sup> 440은 약 40 중량%의 폴리에틸렌 옥시드를 함유한다.
- <168> H-31: Surfynol<sup>TM</sup> 465, 에톡실화된(10) 아세틸렌 디올, 미국 펜실베니아주 앨렌타운에 소재하는 에어 프로덕츠 앤드 케미칼스 인코포레이티드에서 시판. Surfynol<sup>TM</sup> 465는 약 65 중량%의 폴리에틸렌 옥시드를 함유한다.
- <169> 솔비톨 에스테르:
- <170> H-32: Span<sup>TM</sup> 80, 솔비탄 모노올레이트, ICI 아메리카스 인코포레이티드에서 시판. Span<sup>TM</sup> 80은 폴리에틸렌 옥시드를 함유하지 않는다.
- <171> H-33: Span<sup>TM</sup> 20, 솔비탄 모노라우레이트, ICI 아메리카스 인코포레이티드에서 시판 Span<sup>TM</sup> 20은 폴리에틸렌 옥시드를 함유하지 않는다.
- <172> 에톡실화된 솔비톨 에스테르:
- <173> H-34: Tween<sup>TM</sup> 80, 폴리옥시에틸렌(20) 솔비탄 모노올레이트, ICI 아메리카스 인코포레이티드에서 시판. Tween<sup>TM</sup> 80은 약 67 중량%의 폴리에틸렌 옥시드를 함유한다.
- <174> H-35: Tween<sup>TM</sup> 40, 폴리옥시에틸렌(20) 솔비탄 모노라우레이트, 미국 델러웨어주 월밍تون에 소재하는 ICI 아메리카스 인코포레이티드에서 시판. Tween<sup>TM</sup> 40은 약 71 중량%의 폴리에틸렌 옥시드를 함유한다.
- <175> 프로필렌 옥시드-에틸렌 옥시드 블록 공중합체:
- <176> H-36: Pluronic<sup>TM</sup> L-63, 폴리옥시프로필렌/폴리옥시에틸렌 2작용성 블록 공중합체, 미국 미시간주 와이언도트에 소재하는 바스프 코포레이션에서 시판. Pluronic<sup>TM</sup> L-63은 약 30 중량%의 폴리에틸렌 옥시드를 함유한다.
- <177> H-37: Tetronic<sup>TM</sup> 704, 폴리옥시프로필렌/폴리옥시에틸렌 4작용성 블록 공중합체, 미국 미시간주 와이언도트에 소재하는 바스프 코포레이션에서 시판. Tetronic<sup>TM</sup> 704는 약 40 중량%의 폴리에틸렌 옥시드를 함유한다.
- <178> H-38: Pluronic<sup>TM</sup> L-35, 폴리옥시프로필렌/폴리옥시에틸렌 2작용성 블록 공중합체, 미국 미시간주 와이언도트에 소재하는 바스프 코포레이션에서 시판. Pluronic<sup>TM</sup> L-35는 약 50 중량%의 폴리에틸렌 옥시드를 함유한다.
- <179> 실리콘 함유 에톡실레이트 비이온성 화합물
- <180> S-1: NuWet<sup>TM</sup> 500, 에톡실화된(14) 실리콘, 미국 코네티컷주 덴부리에 소재하는 OSi 스페셜리티즈 인코포레이티드에서 시판. NuWet<sup>TM</sup> 500은 약 42 중량%의 폴리에틸렌 옥시드를 함유한다.
- <181> S-2: Tegropren<sup>TM</sup> 5840, 폴리옥시에틸렌-작용성(13) 실리콘은 화학식  $(\text{CH}_3)_3\text{SiO}[\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}]_n[\text{Si}(\text{CH}_3)_2(\text{R})\text{O}]_m\text{Si}(\text{CH}_3)_3$ 로 표시되며, 여기서  $n+m$ 은 1이고 R은 분석을 통해  $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O}[\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O}]_{13}[\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{O}]_8\text{H}$ 로 결정되었다. Tegropren<sup>TM</sup> 5840은 미국 버지니아주 호프웰에 소재하는 골드슈미트 케미칼 코포레이션에서 시판하며, 약 43 중량%의 폴리에틸렌 옥시드를 함유한다.
- <182> S-3: Silwet<sup>TM</sup> L-77, 에톡실화된(7) 실리콘, 유니온 카바이드 코포레이션에서 시판. Silwet<sup>TM</sup> L-77은 약 51 중량%의 폴리에틸렌 옥시드를 함유한다.
- <183> 열가소성 중합체
- <184> Escorene<sup>TM</sup> PP3505 폴리프로필렌- 미국 텍사스주 휴스톤에 소재하는 엑손 케미칼 컴퍼니에서 시판하는 400 용융 유속을 가지는 폴리프로필렌.
- <185> Escorene<sup>TM</sup> PP3345 폴리프로필렌- 엑손 케미칼 컴퍼니에서 시판하는 35 용융 유속을 가지는 폴리프로필렌
- <186> Aspun<sup>TM</sup> 6806 폴리에틸렌- 미국 미시간주 미드랜드에 소재하는 다우 케미칼 컴퍼니에서 시판하는, 용융 지수가 105 g/10 분(시험 방법 ASTM D-1238에 의해 측정)이고 피크 융점이 124.8 °C인 폴리에틸렌.
- <187> Duraflex<sup>TM</sup> 폴리부틸렌 8510- 미국 텍사스주 휴스톤에 소재하는 쉴 케미칼 컴퍼니에서 시판하는,

용융 지수가 45(ASTM D-1238, 조건 D에 의해 측정)이고 브룩필드 점도가 640,000 cp(29번 스픈들을 사용하여 177°C에서 측정)인 폴리부틸렌 중합체.

<188> Morthane™ PS400- 웰 케미칼 컴퍼니에서 시판하는, Shore A 경도(1초 지연)가 89이고 융점 범위가 140°C~210°C인 열가소성 폴리우레탄 수지.

<189> Morthane™ 폴리에스테르계 폴리우레탄 PS440-200- 미국 일리노이주 시카고에 소재하는 모르톤 티오콜 코포레이션에서 시판하는 폴리우레탄 수지.

<190> Celanex™ 2002 폴리부틸렌 테레프탈레이트- 미국 뉴저지주 캐팅에 소재하는 훼스트 셀라니즈 코포레이션에서 시판하는 종량되지 않은 폴리우레탄 테레프탈레이트 열가소성 수지.

<191> BASF Ultramid™ B3- 미국 뉴저지주 파시파니에 소재하는 BASF 코포레이션에서 시판하는, 융점이 220°C이고 수평균 분자량이 15000이며 용융 점도가 250°C에서  $140 \text{ Pa} \cdot \text{s} (\text{D}=1000 \text{ s}^{-1})$ 인 나일론 6 폴리아미드 수지.

#### 시험 방법

##### 멜트 블로운(Melt-Blown) 압출 절차

멜트 블로운 압출 절차는 본원에서 참고로 인용한 미국 특허 제5,300,357호, 10행에 개시된 것과 동일하다. 사용한 압출기는 브라벤더 42 mm 원뿔형 트윈 스크류 압출기이며, 최대 압출 온도는 270°C~280°C이고 수집기까지의 거리는 12 인치(30 cm)이다.

<195> 계면활성제와 열가소성 중합체 혼합물을, 육안으로 균일한 혼합물이 얻어질 때까지 약 5분 동안 플라스틱 백에서 계면활성제와 열가소성 중합체를 혼련 배합하여(tumble-blending) 혼합한다.

<196> 각 혼합물에 대한 공정 조건은, 미세섬유 웨브를 블로잉하기 위해 사용되는 멜트 블로잉 다이 구조물, 웨브의 기본 질량( $55 \pm 5 \text{ g/m}^2$ )과 미세섬유의 직경( $5 \sim 18 \mu\text{m}$ )을 비롯하여 동일하다. 특별한 언급이 없으면, 압출 온도는 200°C이고, 1차 공기 온도는 210°C이며, 압력은 124 kPa(18 psi)(0.076 cm 공기 차이 폭)이고, 중합체 처리 속도는 약 180 g/hr/cm이다.

##### 스핀-본드(Spun-Bond) 압출 절차

<198> 사용한 압출기는 라이펜하우저 압출기 모델 번호 RT381(독일 노르드하인 베스트팔렌 트로이스도르프에 소재하는 라이펜하우저 컴퍼니의 시판용)이다. 압출기는 무한 변수 3ψ 분로 권선 DC 모터에 의해 37.3 kW와 최대 2200 rev/분으로 구동된다. 최대 스크류 속도는 150 rev/분으로 감소시킨다. 스크류의 직경은 70 mm이고 길이는 2100 mm이다. 전체 압출기는 길이 2.34 m × 폭 1.335 m × 높이 1.555 m이며, 중량은 2200 kg이다. 가열 동력이 총 22.1 kW인 5개의 220 V 가열 구간이 있으며, 최대 가열 구간 온도는 210°C이다.

<199> 접착 장치(bonder)는 Kusters Two-Bowl-Thermobonding-Calender(독일 노르드하인 베스트팔렌에 소재하는 쿠스터스 코포레이션에서 시판)이다. 유효 결합 폭은 1.2 m이다. 상부 패턴화된 금속 를의 결합 면적은 14.66%이고 온도는 270°F(132°C)인 반면, 하부 고무 를의 표면은 매끈하고 온도는 265°F(129°C)이다. 결합 닦 압력은 선형 인치당 57~860 파운드의 힘(3000~46000 J/cm)이다. 를은 연속적인 순환 노(爐) 오일로부터의 대류로 가열시킨다. 닦의 온도 범위는 200°F~300°F(93°C~149°C)이다. 접착 장치의 속도는 분당 3.6~65 직선 미터인 수집 벨트의 속도와 직접적인 관련이 있다.

<200> 부직포 웨브에 대한 기본 중량( $\text{g/m}^2$ )은 스픈 평평의 속도(rev/m)를 상수 71과 곱하여 계산할 수 있다. 모든 실시예에서, 사용한 기본 중량은 약 20  $\text{g/m}^2$ 이다.

##### 친수성 테스트

<202> 수도꼭지로부터 약 1인치(2.5 cm)의 거리에서 유출량이 200 mL/분인 온수(약 45°C) 또는 냉수(약 25°C)의 스트림하에서 약 3×6 인치(7.6 × 15.2 cm)의 부직포 웨브 시료를 유지하므로써 친수성 테스트를 수행한다. 다음의 등급을 사용하여 친수성을 평가한다.

1- 즉각적인 습윤화(가장 바람직한 상황)

2- 약 0.5~2.0 초 후에 습윤화

3- 2.0초~약 10초 후에 습윤화

4- 2.0초~약 10초 후에 습윤화, 단 부직포 시료가 시료 아래 둔 손과 접촉시에만 습윤화됨.

5- 습윤화되지 않음(가장 바람직하지 않은 상황)

##### 유동(Flux) 테스트

<209> 친수성으로 변형시킨 열가소성 부직포 웨브의 내구성을 측정하기 위해 유동 테스트를 계획한다.

<210> 테스트 챔버는 외경이 4인치(10 cm)이고 높이가 약 11인치(28 cm)이며, 상부로부터 5.6 인치(14.2 cm)에서 반으로 자르면 새로 절단된 각 연부에 외경이 5.25 인치(13.3 cm)인 플랜지가 부착되어 있는 유리 실린더로 구성되어 있다. 립을 만들어 4개의 3 인치(7.6 cm) "불독(bulldog)" 클램프와 개스킷을 사용하여 플랜지사이에 6 인치×6 인치(15 cm×15 cm)의 웨브 시료를 단단하게 고정시킬 수 있다. 외경이 3.55 인치(9.0 cm)인 도립 유리 깔대기로 구성된 원뿔형 수 편류관은 웨브 시료 위에 약 6 인치(15 cm) 높이에서 실린더 내에 매달고, 실린더는 평평한 폴리에틸렌 단에 두어 웨브 시료가 완전히 수평이 되게 한다. 약 25°C에서 200 mL의 수돗물을 원뿔형 편류관에 붓고 스톱 위치를 작동시킨다. 시료로 모든 물이

스며드는 시간을 측정한다. 불완전한 침투가 약 5분 내에 발생하는 경우, 시간은 >300초 단위로 기록하고 시험을 종료한다. 침투가 5분 내에 발생하는 경우에는, 침투시간을 초 단위로 기록하고 웨브 시료를 24시간 동안 건조하여 다음날 시험을 반복한다. 매우 잘 습윤화되는 웨브는 5~20초의 침투 시간을 나타낸다. 내구성이 있는 습윤화 특성을 나타내는 웨브는 4일 연속 유동 테스트 후에도 이 시간을 유지한다.

#### <211> 충돌 통과(Strike-through) 테스트

<212> 충돌 통과 테스트는, 일정량의 표면에 가한 시험 용액이 상부 사이트(친수성 부직포 재료로 제조됨)로 유입되어, 이를 통과한 다음 하부 흡수 코어나 흡수 패드에 도달하는 데 필요한 시간을 측정하기 위해 수행한다. 이 시험은 수분을 신속하게 코어에 흡수시키는 데 있어서 상부 사이트의 효율을 측정한다. 이 시험은 EDANA 테스트 150.2-93, "액체의 충돌 통과 시간"을 적용한다.

<213> 코어 적층물은 직경이 4 인치(10.2 cm)인 이톤 디크만 번호 939 여과지의 3개의 사이트를 적층시켜 제작한다. 적층물을 칭량하고 치수가 4 인치(10.2 cm)×4 인치(10.2 cm)×0.25인치(0.64 cm)인 플렉시글래스 판상에 매트면을 위로 둔다. 친수성 부직포 테스트 재료로부터 절단한 5 인치(12.7 cm)×5 인치(12.7 cm) 직사각형은 평활면을 위로 하여 코어 적층물 상부에 둔다. 중량이 800 g이고 전자 타이머에 연결된 적색 및 흑색 선이 있는 충돌 통과 플레이트(EDANA 테스트 150.2-93에 개시)를 테스트 재료의 상부에 둔다.

<214> 시험을 수행하기 위해서, 5 mL의 합성 뇨 용액(업자가 개시한 바와 같이 SynUr ine™ 합성 뇨 혼합물로부터 제조; 미국 펜실베니아주 리딩에 소재하는 엔도베이션 인코포레이티드의 시판용 합성 뇨 혼합물)을 뷰렛으로 분배하고, 충돌 통과 플레이트내로 배수시킨다. 초기 액체 흐름이 전기 회로를 완전하게 하면 타이머를 작동시킨다. 액체가 코어 적층물로 침투하여 전극의 높이 이하로 떨어지면 타이머를 정지시킨다. 이와 같이 하여, 합성 뇨가 테스트 재료를 통해 배수되는 시간을 자동적으로 기록한다. 바람직한 충돌 통과 시간은 4초 미만이다.

#### <215> 재습윤화 테스트

<216> 재습윤화 테스트는 상부 사이트의 표면에 습기를 제거하기 위해서 습윤화된 하부의 친수성 코어로부터 이미 습윤화되어 있는 상부 사이트(친수성 부직포 재료로 만듬)를 통해 나오는 액체의 양을 측정한다. 이 시험은, 시험할 상부 사이트를 포함하는 흡수성 구조물과 접촉하도록 배치하는 경우 어느 정도로 표면이 건조한 상태로 남아있는지를 추정할 수 있다. 이 테스트는 EDANA 테스트 151.0-93, "부직포 카버적층물 재습윤화"법을 적용한다.

<217> 충돌 통과 테스트로부터의 시험 설정을 사용하여, 코어 적층물이 포화될 때까지 더 많은 합성뇨를 계속하여 충돌 통과 플레이트내로 배수시킨다(필요한 시험 액체의 양은 3.9 부하율과 코어 적층물의 중량을 곱하여 계산한다) 충돌 통과 공洞(空洞)으로 완전히 배수시킨 후에, 충돌 통과 플레이트를 제거하고 이톤 디크만 번호 631 여과지(5 인치(12.7 cm)×5 인치)의 2개의 적층된 사이트로 구성된 칭량된 픽업 적층물을 남아있는 어셈블리의 상부에 두고 습윤화된 친수성 부직포 상부 사이트를 그 위에 둔다. 4 인치(10.2 cm)×4 인치(10.2 cm)의 단면적을 가지는 압축 중량 어셈블리는, (a) 1 인치(2.5 cm) 두께의 유형 A-30 폴리우레탄 스폰지 위에 폴리메틸 메타크릴레이트 사이트를 적층한 다음 8 파운드(3.6 kg)의 중량을 가하고 b) 그 적층체를 1.2 mil 폴리에틸렌 필름으로 쌀어서 만든다. 생성된 압축 중량 어셈블리를 픽업 적층물의 상부에 사각형으로 배치한다. 전자 타이머를 즉시 작동시키고, 2분 후에 어셈블리를 분리하여 픽업 적층물을 제거한다. 습윤화된 픽업 적층물을 칭량하고 흡수된 합성 뇨의 양은 건조된 픽업 적층물의 중량을 빼서 계산한다. 바람직한 재습윤화 값은 0.5 g 미만이다.

#### <218> 유출률 테스트(Percent Runoff Test)

<219> 유출률 테스트는 소정량의 액체를 기울어진 테이블상에 둔 상부 사이트(친수성 부직포 재료로 만듬)상에 부은 경우 흡수되지 않는 시험 액체의 양을 측정한다.

<220> "샌드위치"는 다음과 같이 조립한다. 2개의 이톤-디크만 #989 여과지(원료 번호 1-04-0382)를 거친 면이 위로 가도록 직접적으로 맞대어 둔다. 친수성 상부 사이트의 시료를 2겹 여과기의 상부에 모으고, 시료는 여과지의 바닥 연부를 지나 약 0.25 인치(0.64 cm) 연장시킨다. "샌드위치"의 연부를 수평으로부터 10° 기울기를 가지는 상승된 평평한 플레이트인 고정물의 상부 연부에 고정시키고, 직물 돌출부를 "활강"시킨다. 25 mL의 Syn-Urine™ 합성뇨 혼합물을 포함하는 분리 깔대기를 원형 스탠드상에 설치하여 깔대기의 바닥이 클립으로부터 1 인치 위에 및 0.5 인치(1.3 cm) 아래에 있는 "샌드위치"상에 모은다. 분리 깔대기의 정지록을 완전히 개방하고, 물을 샌드위치에 충돌시켜 부직포 웨브와 여과지를 적신다. "샌드위치"에 의해 흡수되지 않은 물은 포착 용기중 경사면의 바닥에 모인다. 포착 용기 중 물의 양을 측정하고, 유출률은 포착 용기중 물의 중량을 25로 나누고 그 몫에 100을 곱하여 계산한다.

#### <221> 실시예 1-31 및 비교예 C1-C23

<222> 실시예 1-31 및 비교예 C1-C23에서, 에톡실화된 플루오로케미칼 비이온성 계면활성제, 에톡실화된 옥틸페놀 및 이의 배합물을 포함하는 부직포 폴리프로필렌 웨브의 친수성을 측정하기 위해서 실험 방안을 수행하였으며, 각 계면활성제에 대한 에틸렌옥시드의 백분율은 다양하였다. 계면활성제와 배합물을 Escorene™ PP3505 폴리에틸렌내로 1.00 중량%로 혼입하고, 부직포 웨브는 멜트 블로운 압출 과정을 사용하여 압출시켰다.

<223> 친수성 테스트를 사용하여 고온과 저온의 수돗물에 대한 각 부직포 웨브의 친수성을 측정하고, 연구 결과를 표 1에 나타내었다. 이어서, 플루오로케미칼 및 탄화수소 계면활성제 사이의 상승적 상호작용에 대해 데이터를 조사하였다.

<224> 플루오로케미칼 및 비플루오로케미칼 계면활성제의 배합물은, 배합물의 친수성 등급이 플루오로케미칼 또는 비플루오로케미칼(탄화수소의 경우) 계면활성제 각각에 대해 가장 우수한 친수성 등급 이상인 경우 열가소성 중합체에 친수성을 부여하는 "상승작용"이 있는 것으로 생각되며, 이들 모두는 열가소

성 수지중 동일한 총 계면활성제 농도에서 측정하였다.

[표 1a]

실시예	플루오로케미칼 계면활성제		비플루오로케미칼 계면활성제			친수성	
	명칭	#EO	명칭	#EO	%PEO	고온	저온
C1	---	---	H-1	1	18	5	5
C2	---	---	H-2	2.7	37	4	4
C3	---	---	H-3	5	52	4	5
C4	---	---	H-4	7.5	62	4	5
C5	---	---	H-5	9.5	67	4	5
C6	---	---	H-6	12.5	73	4	5
C7	---	---	H-7	16	77	5	5
C8	---	---	H-8	30	87	5	5
C9	F-1	1	---	---	---	5	5
C10	F-1	1	H-1	1	18	5	5
1	F-1	1	H-3	5	52	4	5
2	F-1	1	H-5	9.5	67	2	3
C11	F-1	1	H-8	30	87	3	5
C12	F-2	2.7	---	---	---	4	5
3	F-2	2.7	H-2	2.7	37	3	5
4	F-2	2.7	H-3	5	52	2	5
5	F-2	2.7	H-4	7.5	62	1	2
6	F-2	2.7	H-5	9.5	67	1	3
7	F-2	2.7	H-6	12.5	73	1	3
C13	F-3	5	---	---	---	3	5
C14	F-3	5	H-1	1	18	5	5
8	F-3	5	H-2	2.7	37	3	5
9	F-3	5	H-3	5	52	3	4
10	F-3	5	H-4	7.5	62	1	2
11	F-3	5	H-5	9.5	67	1	2
12	F-3	5	H-6	12.5	73	1	3
13	F-3	5	H-7	16	77	2	4
C15	F-3	5	H-8	30	87	5	5
C16	F-4	7.5	---	---	---	2	4
14	F-4	7.5	H-2	2.7	37	2	3
15	F-4	7.5	H-3	5	52	1	3
16	F-4	7.5	H-4	7.5	62	1	2
17	F-4	7.5	H-5	9.5	67	1	3
18	F-4	7.5	H-6	12.5	73	1	2

## [표 1b]

C17	F-5	9.5	---	---	---	2	3
C18	F-5	9.5	H-1	1	18	3	4
19	F-5	9.5	H-2	2.7	37	2	3
20	F-5	9.5	H-3	5	52	1	3
21	F-5	9.5	H-4	7.5	62	1	2
22	F-5	9.5	H-5	9.5	67	1	2
23	F-5	9.5	H-6	12.5	73	1	3
24	F-5	9.5	H-7	16	77	3	4
C19	F-5	9.5	H-8	30	87	5	5
C20	F-6	12.5	---	---	---	1	3
25	F-6	12.5	H-2	2.7	37	2	4
26	F-6	12.5	H-3	5	52	1	3
27	F-6	12.5	H-4	7.5	62	1	3
28	F-6	12.5	H-5	9.5	67	1	3
29	F-6	12.5	H-6	12.5	73	2	3
C21	F-7	30	---	---	---	5	5
C22	F-7	30	H-1	1	18	4	5
30	F-7	30	H-2	5	52	4	4
31	F-7	30	H-5	9.5	67	4	4
C23	F-7	30	H-8	30	87	4	5

&lt;227&gt;

표 1a 및 표 1b에 제시한 데이터는 1.00 중량%의 플루오로탄소 계면활성제 F-5가 온수에서 2와 냉수에서 3(비교예 C17)의 측정 친수성 등급을 나타내는 반면(이 등급을 (2,3)으로 명명함), 각각 18, 37, 52, 62, 67, 73, 77 및 87 중량% 폴리에틸렌 옥시드를 가지는 탄화수소 계면활성제(1 중량%) H-1, H-2, H-3, H-4, H-5, H-6, H-7 및 H-8은 친수성 등급이 각각 (5,5), (4,4), (4,5), (4,5), (4,5), (4,5) 및 (5,5)(비교예 1-8)이라는 것을 보여준다. 각 H-2, H-3, H-4, H-5 및 H-6과 플루오로케미칼 계면활성제 F-5의 50/50 배합물(총 농도 1.00 중량%)(실시예 19, 20, 21, 22 및 23)은 각각 친수성 등급이 (2,3), (1,3), (1,2), (1,2) 및 (1,3)이며, 이들 모두는 친수성 등급이 (2,3)인 F-5를 단독으로 사용한 것(비교예 C17) 이상으로 우수하다.

&lt;228&gt;

탄화수소 계면활성제 H-1, H-7 및 H-8과 플루오로케미칼 계면활성제 F-5의 50/50 배합물(각각 비교예 C18, 실시예 24 및 비교예 C19)은 친수성 등급이 각각 (3,4), (3,4) 및 (5,5)이며; 이들 배합물은 친수성 등급이 F-5를 단독으로 사용한 경우(2,3)(비교예 C17)보다 불량하기 때문에 친수성에 상승작용이 있는 것으로 생각되지 않는다.

&lt;229&gt;

표 1a 및 표 1b에서, 플루오로케미칼 계면활성제와의 상승 작용의 예는, 33 중량%~77 중량%의 폴리에틸렌 옥시드를 함유하는 탄화수소 계면활성제 H-2, H-3, H-4, H-5, H-6 및 H-7과의 배합물에서 발견할 수 있다. 단 18 중량%의 폴리에틸렌 옥시드를 함유하는 탄화수소 계면활성제 H-1은, H-1 및 F-7을 단독으로 사용한 경우(각각 비교예 C1 및 C21) 친수성 값이 (5,5) 및 (5,5)인 경우와 대조적으로 플루오로케미칼 계면활성제 F-7과 혼합한 경우(비교예 C22)에만 상승작용을 나타내어 친수성 값이 (4,5)이지만, 상승작용이 미약하여 유용성이 낮다. 87 중량%의 폴리에틸렌 옥시드를 함유하는 탄화수소 계면활성제 H-8은 플루오로케미칼 계면활성제 F-1 및 F-7과 상승작용을 나타내어, 단독으로 측정된 H-8, F-1 및 F-7의 친수성 값이 (5,5)인 것(비교예 C8, C9 및 C21)과 대조적으로, 친수성 값이 (3,5) 및 (4,5)(각각 비교예 C11 및 C23)이지만, 이것도 역시 상승작용이 작아 유용성이 적다.

&lt;230&gt;

실시예 32-55 및 비교예 C24-65

&lt;231&gt;

실시예 32-55와 비교예 C24-C65에서, 플루오로케미칼 계면활성제 F-5(MeFOSG/Triton<sup>TM</sup> X-100 부가 반응 생성물), 탄화수소 및 실리콘 계면활성제와 이의 배합물을 Escorene<sup>TM</sup> PP3505 폴리프로필렌내에 각종 중량% 농도로 혼입시키고, 멜트 블로운 압출 절차를 사용하여 부직포 웨브를 압출시켰다.

&lt;232&gt;

각 부직포 웨브의 친수성은 친수성 테스트를 사용하여 측정하였다. 친수성 테스트 결과는 표 2a 내지 표 2d에 제시되어 있다.

## [표 2a]

실시예	플루오로케미칼 계면활성제		비플루오로케미칼 계면활성제			친수성	
	명칭	중량%	명칭	#EO	%PEO	고온	저온
MeFOSG/Triton™ X-100 부가 반응 생성물 단독(탄화수소 계면활성제 없음)							
C24	F-5	1.00	---	---	---	2	3
알킬페놀 에톡실레이트 단독 및 MeFOSG/Triton™ X-100 부가 반응 생성물과 함께							
C25	---	---	H-5	1.00	67	4	5
32	F-5	0.75	H-5	0.25	67	1	1
33	F-5	0.50	H-5	0.50	67	1	1
C26	---	---	H-9	0.50	63	5	5
34	F-5	0.50	H-9	0.50	63	1	2
C27	---	---	H-10	1.00	79	4	4
35	F-5	0.50	H-10	0.50	79	1	2

## [표 2b]

실시예	플루오로케미칼 계면활성제		비플루오로케미칼 계면활성제			친수성	
	명칭	증량%	명칭	#EO	%PEO	고온	저온
디알킬페놀 에톡실레이트 단독 및 MeFOSG/Triton™ X-100 부가 반응 생성물과 함께							
C28 36	---	---	H-11 H-11	1.00 0.50	56 56	5 1	5 2
C29 37	---	---	H-12 H-12	1.00 0.50	66 66	5 1	5 2
C30 C31	---	---	H-13 H-13	1.00 0.50	86 86	5 5	5 5
에톡실화된 알코올 단독 및 MeFOSG/Triton™ X-100 부가 반응 생성물과 함께							
C32 38	---	---	H-14 H-14	1.00 0.50	40 40	5 3	5 4
C33 39	---	---	H-15 H-15	1.00 0.50	69 69	5 1	5 2
C34 40	---	---	H-17 H-17	1.00 0.50	73 73	5 1	5 2
C35 C36	---	---	H-18 H-18	1.00 0.50	81 81	5 3	5 4
도노에스테르 지방산 에톡실레이트 단독 및 MeFOSG/Triton™ X-100 부가 반응 생성물과 함께							
C37 41	---	---	H-20 H-20	1.00 0.50	70 70	4 3	4 4
디에스테르 지방산 에톡실레이트 단독 및 MeFOSG/Triton™ X-100 부가 반응 생성물과 함께							

## [표 2c]

C38 42	---	---	H-21 H-21	1.00 0.50	42 42	5 1	5 3
C39 43	---	---	H-22 H-22	1.00 0.50	52 52	5 1	5 1
에톡실화된 아민 단독 및 MeFOSG/Triton™ X-100 부가 반응 생성물과 함께							
C40 44	---	---	H-23 H-23	1.00 0.50	53 53	5 1	5 2
에톡실화된 아미드 단독 및 MeFOSG/Triton™ X-100 부가 반응 생성물과 함께							
C41 45	---	---	H-24 H-24	1.00 0.50	29 29	5 1	5 3
C42 46	---	---	H-25 H-25	1.00 0.50	42 42	4 2	5 4
에톡실화된 머캅탄 단독 및 MeFOSG/Triton™ X-100 부가 반응 생성물과 함께							
C43 47	---	---	H-26 H-26	1.00 0.50	47 47	4 2	5 4
C44 48	---	---	H-27 H-27	1.00 0.50	54 54	5 1	5 2
C45 49	---	---	H-28 H-28	1.00 0.50	59 59	5 1	5 3
아세틸렌 디올 에톡실레이트 단독 및 MeFOSG/Triton™ X-100 부가 반응 생성물과 함께							
C46 50	---	---	H-29 H-29	1.00 0.50	20 20	4 4	4 4
C47 51	---	---	H-30 H-30	1.00 0.50	40 40	5 2	5 3
C48 52	---	---	H-31 H-31	1.00 0.50	65 65	4 2	4 4

## [표 2d]

솔비틀 에스테르 단독 및 MeFOSG/Triton™ X-100 부가 반응 생성물과 함께							
C49	---	---	H-32	1.00	0	5	5
C50	F-5	0.50	H-32	0.50	0	3	3
C51	---	---	H-33	1.00	0	4	4
C52	F-5	0.50	H-33	0.50	0	2	3
에톡실화된 솔비틀 에스테르 단독 및 MeFOSG/Triton™ X-100 부가 반응 생성물과 함께							
C53	---	---	H-34	2.50	67	3	4
C54	F-5	0.50	H-34	0.50	67	5	5
C55	---	---	H-35	1.00	71	4	5
C56	F-5	0.50	H-35	0.50	71	5	5
PPO-PEO 옥시드 블록 공중합체 단독 및 MeFOSG/Triton™ X-100 부가 반응 생성물과 함께							
C57	---	---	H-36	1.00	30	5	5
C58	F-5	0.50	H-36	0.50	30	5	5
C59	---	---	H-37	1.00	40	5	5
C60	F-5	0.50	H-37	0.50	40	5	5
C61	---	---	H-38	1.00	50	3	4
C62	F-5	0.50	H-38	0.50	50	5	5
실리콘 함유 에톡실레이트 단독 및 MeFOSG/Triton™ X-100 부가 반응 생성물과 함께							
C63	---	---	S-1	1.00	43	4	5
53	F-5	0.50	S-1	0.50	43	4	5
C64	---	---	S-2	1.00	43	1	3
54	F-5	0.50	S-2	0.50	43	1	1
C65	---	---	S-3	1.00	51	3	3
55	F-5	0.50	S-3	0.50	51	3	2

&lt;237&gt;

표 2a 내지 표 2d에 제시된 데이터는, 일반적으로 플루오로케미칼 계면활성제 F-5 또는 탄화수소 계면활성제를 단독으로 사용한 것과 비교하여 플루오로케미칼 계면활성제/탄화수소 계면활성제 조합물을 사용한 경우 개선된 친수성이 관찰된다는 것을 보여준다. 탄화수소 계면활성제 H-14(Tergitol™ 15-S-3), H-25(Ethomid™ 0/17) 및 H-26(Alcodet™ 260)(각각 실시예 38, 46 및 47)은 플루오로케미칼 계면활성제 F-5와 친수성 상호작용을 나타내지 않는 유일한 본 발명의 탄화수소 계면활성제이다.

&lt;238&gt;

탄화수소 계면활성제 H-32(Span™ 80), H-34(Tween™ 80), H-36(Pluronic™ L-63), H-37(Tetronic™ 704) 및 H-38(Pluronic™ L-35)(각각 비교예 C50, C54, C58, C60 및 C62)는 상승적인 성능을 나타내지 않는다.

&lt;239&gt;

탄화수소 계면활성제 H-18(Tergitol™ 15-S-20) 및 H-13(Igepal™ DM-880)은 상승적인 성능을 나타내지 않지만 80 중량%의 폴리에틸렌 옥시드를 포함하므로 본 발명의 범위 밖에 있다.

<240> 실시예 56-61 및 비교예 C66-C72

<241> 실시예 56-61 및 비교예 C66-C72에서, 플루오로케미칼 계면활성제 F-15(알코올 에톡실레이트), F-16(Zonyl<sup>TM</sup> FSN), F-17(Zonyl<sup>TM</sup> FS0), 탄화수소 계면활성제 H-5(Triton<sup>TM</sup> X-100, 에톡실화된 옥틸페놀), 및 이의 배합물을 1.00 중량%와 0.75 중량%의 농도로 Escorene<sup>TM</sup> PP3505 폴리프로필렌내에 훈입시키고, 멜트 블로운 압출절차를 사용하여 부직포 웨브를 압출시켰다.

<242> 각 부직포 웨브의 친수성은 친수성 테스트를 이용하여 측정하였으며, 결과는 표 3에 제시되어 있다.

[표 3]

실시예	플루오로케미칼 계면활성제		비플루오로케미칼 계면활성제			친수성	
	명칭	중량%	명칭	#EO	%PEO	고온	저온
폴리프로필렌(계면활성제를 사용하지 않음)							
C66	---	---	---	---	---	5	5
Triton <sup>TM</sup> X-100 단독(플루오로케미칼 계면활성제를 사용하지 않음)							
C67	---	---	H-5	1.00	67	4	5
플루오로케미칼 계면활성제 단독 및 Triton <sup>TM</sup> X-100과 함께							
C68	F-15	1.00	---	---	---	1	1
56	F-15	0.50	H-5	0.50	67	1	1
57	F-15	0.75	H-5	0.25	67	1	1
C69	F-15	0.75	---	---	---	1	2
58	F-15	0.50	H-5	0.25	67	1	1
C70	F-16	1.00	---	---	---	1	1
59	F-16	0.50	H-5	0.50	67	1	1
C71	F-16	0.50	---	---	---	2	5
60	F-16	0.40	H-5	0.10	67	1	4
C72	F-17	1.00	---	---	---	1	1
61	F-17	0.50	H-5	0.50	67	1	1

<244> 표 3에 제시된 데이터는 플루오로케미칼 계면활성제 F-15, F-16 또는 F-17과 탄화수소 계면활성제 H-5를 배합물로서 폴리프로필렌에 첨가한 경우 모두 친수성이 상승적으로 개선된다는 것을 보여준다.

<245> 실시예 62-68 및 비교예 C73-C85

<246> 실시예 62-68 및 비교예 C73-C85에서, 플루오로케미칼 계면활성제 F-8(MeFOSG/Carbowax<sup>TM</sup> 350 부가 반응 생성물), 각종 탄화수소 및 실리콘 계면활성제와 이의 배합물을 각종 중량% 농도로 Escorene<sup>TM</sup> PP3505 폴리프로필렌내에 훈입시키고, 멜트 블로운 압출 과정을 사용하여 부직포 웨브를 압출시켰다.

<247> 각 부직포 웨브의 친수성은 친수성 테스트를 이용하여 측정하였으며, 결과는 표 4a 및 표 4b에 제시되어 있다.

[표 4a]

실시예	플루오로케미칼 계면활성제		비플루오로케미칼 계면활성제			친수성	
	명칭	중량%	명칭	#EO	%PEO	고온	저온
MeFOSG/Carbowax™ 350 부가 반응 생성물 단독(탄화수소 계면활성제 없음)							
C73	F-8	1.00	---	---	---	4	5
에톡실화된 알킬페놀 단독 및 MeFOSG/Carbowax™ 350 부가 반응 생성물과 함께							
C74	---	---	H-5	1.00	67	4	5
62	F-8	0.75	H-5	0.25	67	1	1
63	F-8	0.50	H-5	0.50	67	1	1
에톡실화된 알코올 단독 및 MeFOSG/Carbowax™ 350 부가 반응 생성물과 함께							
C75	---	---	H-19	1.00	92	5	5
C76	F-8	0.50	H-19	0.50	92	5	5
모노에스테르 지방산 에톡실레이트 단독 및 MeFOSG/Carbowax™ 350 부가 반응 생성물과 함께							
C77	---	---	H-20	2.50	70	1	3
64	F-8	0.50	H-20	0.50	70	4	4
디에스테르 지방산 에톡실레이트 단독 및 MeFOSG/Carbowax™ 350 부가 반응 생성물과 함께							

[표 4b]

실시예	플루오로케미칼 계면활성제		비플루오로케미칼 계면활성제			친수성	
	명칭	중량%	명칭	#EO	%PEO	고온	저온
C78	---	---	H-21	1.00	42	5	5
65	F-8	0.50	H-21	0.50	42	1	1
C79	---	---	H-22	1.00	52	5	5
66	F-8	0.50	H-22	0.50	52	1	1
에톡실화된 솔비톨 에스테르 단독 및 MeFOSG/Carbowax™ 350 부가 반응 생성물과 함께							
C80	---	---	H-35	2.50	71	4	5
C81	F-8	0.50	H-35	0.50	71	5	5
프로필렌 옥시드-에틸렌 옥시드 블록 공중합체 단독 및 MeFOSG/Carbowax™ 350 부가 반응 생성물과 함께							
C82	---	---	H-38	2.50	50	3	4
C83	F-8	0.50	H-38	0.50	50	5	5
실리콘 함유 에톡실레이트 단독 및 MeFOSG/Carbowax™ 350 부가 반응 생성물과 함께							
C84	---	---	S-2	1.00	43	1	3
67	F-8	0.50	S-2	0.50	43	1	1
C85	---	---	S-3	1.00	51	3	3
68	F-8	0.50	S-3	0.50	51	1	1

<250> 표 4a 및 표 4b에 제시된 데이터는 플루오로케미칼 계면활성제 F-10과 배합한 대부분의 모든 탄화수소와 실리콘 계면활성제가 폴리프로필렌 부직포 웨브의 친수성을 개선시키는 데 상승 작용을 나타낸다는 것을 보여준다.

<251> 실시예 69-70 및 비교예 C86-C88

<252> 실시예 69-70 및 비교예 C86-C88에서, 플루오로케미칼 계면활성제 F-13 및 F-14(각각 Jeffamine™ ED-600 및 Jeffamine™ ED-900에 대한 MeFOSG 부가 반응 생성물), 에톡실화된 알킬페놀 계면활성제 H-5(Triton™ X-100) 및 이의 배합물을 각종 중량% 농도로 Escorene™ 3505 폴리프로필렌내에 훈입시키고, 멜트 블로운 압출 절차를 사용하여 부직포 웨브를 압출시켰다.

<253> 각 부직포 웨브의 친수성은 친수성 테스트를 이용하여 측정하였으며, 결과는 표 5에 제시되어 있다.

## [표 5]

실시예	플루오로케미칼 계면활성제		비플루오로케미칼 계면활성제			친수성	
	명칭	중량%	명칭	중량%	%PEO	고온	저온
Triton <sup>TM</sup> X-100 단독(플루오로케미칼 계면활성제는 없음)							
C68	---	---	H-5	1.00	67	4	5
플루오로케미칼 계면활성제 단독 및 Triton <sup>TM</sup> X-100과 함께							
C87	F-13	1.00	---	---	---	4	5
69	F-13	0.50	H-5	0.50	67	1	3
C88	F-14	1.00	---	---	---	4	5
70	F-14	0.50	H-5	0.50	67	1	3

<255> 표 5에 제시한 데이터는, 폴리프로필렌 중 탄화수소 계면활성제 H-5와 플루오로케미칼 계면활성제 F-13 또는 F-14의 배합물의 친수성이 상승적으로 개선된다는 것을 보여준다.

<256> 실시예 71-76 및 비교예 C89-C106

<257> 실시예 71-76 및 비교예 C89-C106에서, 플루오로케미칼 계면활성제 F-9(Thanol<sup>TM</sup> 4070에 대한 MeFOSG 부가 반응 생성물), 각종 탄화수소 및 실리콘 계면활성제와 이의 배합물을 각종 중량% 농도로 Escorene<sup>TM</sup> 3505 폴리프로필렌내에 혼입시키고, 멜트 블로운 압출 절차를 사용하여 부직포 웨브를 압출하였다.

<258> 각 부직포 웨브의 친수성은 친수성 테스트를 이용하여 측정하였으며, 결과는 표 6에 제시되어 있다.

## [표 6]

실시예	플루오로케미칼 계면활성제		비플루오로케미칼 계면활성제			친수성	
	명칭	중량%	명칭	중량%	%PEO	고온	저온
에톡실화된 알킬페놀							
C89	F-9	5.00	---	---	---	1	3
C90	---	---	H-5	5.00	67	4	5
71	F-9	2.50	H-5	2.50	67	1	2
C91	F-9	2.00	---	---	---	3	4
C92	---	---	H-5	2.00	67	4	5
72	F-9	0.75	H-5	0.75	67	1	4
모노에스테르 지방산 에톡실레이트							
C93	F-9	2.00	---	---	---	3	4
C94	---	---	H-20	2.50	70	1	3
73	F-9	1.50	H-20	0.50	70	3	4
디에스테르 지방산 에톡실레이트							
C95	F-9	2.00	---	---	---	3	4
C96	---	---	H-21	2.50	42	3	5
74	F-9	1.50	H-21	0.50	42	5	5
C97	F-9	2.00	---	---	---	3	4
C98	---	---	H-22	2.50	52	5	5
75	F-9	1.50	H-22	0.50	52	1	4
에톡실화된 솔비톨 에스테르							
C99	F-9	2.00	---	---	---	3	4
C100	---	---	H-35	2.50	50	4	5
C101	F-9	1.50	H-35	0.50	50	4	5
프로필렌 옥시드-에틸렌 옥시드 블록 공중합체							
C102	F-9	2.00	---	---	---	3	4
C103	---	---	H-38	2.50	50	3	4
C104	F-9	1.50	H-38	0.50	50	4	5
실리콘 함유 에톡실레이트							
C105	F-9	1.50	---	---	---	4	5
C106	---	---	S-2	1.00	43	1	3
76	F-9	1.50	S-2	0.50	43	3	4

<260> 표 6의 데이터는 플루오로케미칼 계면활성제 F-9와 탄화수소 계면활성제 H-5의 혼합물이 총 계면활성제 농도가 1.00 중량% 내지 5.00 중량%인 범위에서 폴리프로필렌의 친수성을 상승적으로 개선시킨다는 것을 보여준다.

<261> 또한, 탄화수소 계면활성제 H-22는 플루오로케미칼 계면활성제 F-9와 상승작용이 있지만, 탄화수소 계면활성제 H-21, H-20, H-35 및 H-38과 실리콘 계면활성제 S-2는 상승작용이 없었다.

<262> 실시예 77-86 및 비교예 C107-C126

<263> 실시예 77-86 및 비교예 C107-C126에서, 플루오로케미칼 계면활성제 F-18(Triton™ X-100에 대한 MeFOSA 부가 반응 생성물), 각종 탄화수소 계면활성제와 이의 배합물을 각종 중량% 농도로 Escorene™ 3505 폴리프로필렌내에 혼입시키고, 멜트 블로운 압출 절차를 사용하여 부직포 웨브를 압출시켰다.

<264> 각 부직포 웨브의 친수성은 친수성 테스트를 이용하여 측정하였으며, 결과는 표 7a 및 표 7b에 나타나있다.

[표 7a]

실시예	플루오로케미칼 계면활성제		비플루오로케미칼 계면활성제			친수성	
	명칭	종량%	명칭	종량%	%PEO	고온	저온
에톡실화된 알킬페놀							
C107	F-18	5.00	---	---	---	1	1
C108	---	---	H-5	4.00	67	4	5
77	F-18	2.50	H-5	2.50	67	1	1
C109	F-18	1.00	---	---	---	1	2
C110	---	---	H-5	1.00	67	4	5
78	F-18	0.50	H-5	0.50	67	1	1
에톡실화된 디알킬페놀							

[표 7b]

실시 예	플루오로케미칼 계면활성제		비플루오로케미칼 계면활성제			친수성	
	명칭	중량%	명칭	중량%	%PEO	고온	저온
C111	F-18	1.00	---	---	---	1	2
C112	---	---	H-11	1.00	56	5	5
79	F-18	0.50	H-11	0.50	56	2	3
C113	F-18	1.00	---	---	---	1	2
C114	---	---	H-12	1.00	66	5	5
80	F-18	0.50	H-12	0.50	66	2	4
에톡실화된 알코올							
C115	F-18	1.00	---	---	---	1	2
C116	---	---	H-15	1.00	66	4	5
81	F-18	0.50	H-15	0.50	66	1	1
C117	F-18	1.00	---	---	---	1	2
C118	---	---	H-16	1.00	66	4	5
82	F-18	0.50	H-16	0.50	66	1	1
C119	F-18	1.00	---	---	---	1	2
C120	---	---	H-17	1.00	73	5	5
83	F-18	0.50	H-17	0.50	73	2	5
모노에스테르 지방 에스테르 에톡실레이트							
C121	F-18	1.00	---	---	---	1	2
C122	---	---	H-20	1.00	70	4	4
84	F-18	0.50	H-20	0.50	70	2	2
디에스테르 지방 에스테르 에톡실레이트							
C123	F-18	1.00	---	---	---	1	2
C124	---	---	H-21	1.00	42	5	5
85	F-18	0.50	H-21	0.50	42	1	1
C125	F-18	1.00	---	---	---	1	2
C126	---	---	H-22	1.00	52	5	5
86	F-18	0.50	H-22	0.50	52	1	1

<267> 표 7a 및 표 7b의 데이터는, 탄화수소 계면활성제 H-17(Tergitol™ 15-S-12), H-11(Igepal™ DM-530), H-12(Igepal™ DM-710) 및 가능하게는 H-20(Calgene™ 40-L)를 제외하고 플루오로케미칼 계면활성제 F-18과 각 탄화수소 계면활성제의 혼합물이 1.00 중량% 내지 5.00 중량%의 총 계면활성제 농도 범위에서 폴리프로필렌의 친수성을 상승적으로 개선시킨다는 것을 보여준다.

<268> 실시예 87-96 및 비교예 C127-C142

<269> 실시예 87-96 및 비교예 C127-C142에서, 플루오로케미칼 계면활성제 F-19(Tergitol™ 15-S-9에 대한 MeFOSA 부가 반응 생성물) 및 F-20(Tergitol™ 15-S-12에 대한 MeFOSA 부가 반응 생성물); 탄화수소 계면활성제 H-5(Triton™ X-100, 에톡실화된 옥틸페놀)과 H-21 및 H-22(Mapeg™ DO-400 및 Mapeg™ DO-600, 폴리에틸렌 글리콜 디올레이트); 및 이의 배합물을 각종 중량% 농도로 Escorrene™ 3505 폴리프로필렌내에 혼입시키고, 멜트 블로운 압출 절차를 사용하여 부직포 웨브를 압출시켰다.

<270> 각 부직포 웨브의 친수성은 친수성 테스트를 이용하여 측정하였으며, 결과는 표 8a 및 표 8b에

나타나았다.

[표 8a]

실시예	플루오로케미칼 계면활성제		비플루오로케미칼 계면활성제			친수성	
	명칭	중량%	명칭	중량%	%PEO	고온	저온
에톡실화된 알킬페놀							
C127	F-19	1.00	---	---	---	1	2
C128	---	---	H-5	1.00	67	4	5
87	F-19	0.50	H-5	0.50	67	1	1

## [표 8b]

실시예	플루오로케미칼 계면활성제		비플루오로케미칼 계면활성제			친수성	
	명칭	중량%	명칭	중량%	%PEO	고온	저온
C129	F-19	0.75	---	---	---	2	4
C130	---	---	H-5	1.00	67	4	5
88	F-19	0.25	H-5	0.50	67	2	5
89	F-19	0.38	H-5	0.38	67	2	5
90	F-19	0.50	H-5	0.25	67	2	4
C131	F-20	1.00	---	---	---	1	1
C132	---	---	H-5	1.00	67	4	5
91	F-20	0.50	H-5	0.50	67	1	1
C133	F-20	0.75	---	---	---	1	2
C134	---	---	H-5	1.00	67	4	5
92	F-20	0.50	H-5	0.25	67	1	2
C135	F-20	0.63	---	---	---	2	2
C136	---	---	H-5	1.00	67	4	5
93	F-20	0.47	H-5	0.16	67	2	4
디에스테르 지방산 에톡실레이트							
C137	F-20	1.00	---	---	---	1	1
C138	---	---	H-21	1.00	42	5	5
94	F-20	0.50	H-21	0.50	42	1	1
C139	F-19	1.00	---	---	---	1	2
C140	---	---	H-22	1.00	52	5	5
95	F-19	0.50	H-22	0.50	52	1	1
C141	F-20	1.00	---	---	---	1	1
C142	---	---	H-22	1.00	52	5	5
96	F-20	0.50	H-22	0.50	52	1	1

<273> 표 8a 및 표 8b의 데이터는 폴리프로필렌 중 1.00 중량%에서 대부분의 계면활성제 배합물이 각각 단독으로 사용된 탄화수소 계면활성제 및 플루오로케미칼 계면활성제와 비교하여 상승적으로 개선된 친수성을 나타낸다는 것을 보여준다.

<274> 실시예 97-100 및 비교예 C143-C150

<275> 실시예 97-100 및 비교예 C143-C150에서, 플루오로케미칼 계면활성제 F-21(Genapol™ 26-L-800에 대한 MeFOSA 부가 반응 생성물) 및 F-22(Carbowax™ 600에 대한 MeFOSA 부가 반응 생성물), 탄화수소 계면활성제 H-5(Triton™ X-100, 에톡실화된 옥틸페놀)와 H-21 및 H-22(Mapeg™ DO-400 및 Mapeg™ DO-600, 폴리에틸렌 글리콜 디올레이트); 및 이의 배합물을 각종 중량% 농도로 Escorene™ 3505 폴리프로필렌내에 혼입시키고, 멜트 볼로운 압출 절차를 사용하여 부직포 웨브를 압출시켰다.

<276> 각 부직포 웨브의 친수성은 친수성 테스트를 이용하여 측정하였으며, 결과는 표 9에 나타나 있다.

## [표 9]

실시예	플루오로케미칼 계면활성제		비플루오로케미칼 계면활성제			친수성	
	명칭	중량%	명칭	중량%	%PEO	고온	저온
에톡실화된 알킬페놀							
C143	F-21	1.00	---	---	---	1	1
C144	---	---	H-5	1.00	67	4	5
97	F-21	0.50	H-5	0.50	67	1	3
C145	F-22	1.00	---	---	---	2	4
C146	---	---	H-5	1.00	67	4	5
98	F-22	0.50	H-5	0.50	67	1	1
디에스테르 지방산 에톡실레이트							
C147	F-21	1.00	---	---	---	1	1
C148	---	---	H-21	1.00	42	5	5
99	F-21	0.50	H-21	0.50	42	3	5
C149	F-21	1.00	---	---	---	1	1
C150	---	---	H-22	1.00	52	5	5
100	F-21	0.50	H-22	0.50	52	1	3

<278> 표 9의 데이터는, 탄화수소 계면활성제와 혼합시 플루오로케미칼 계면활성제 F-22는 상승작용을 나타내지만 플루오로케미칼 계면활성제 F-21은 상승작용을 나타내지 않는다는 것을 보여준다.

<279> 실시예 101-113 및 비교예 C151-C176

<280> 실시예 101-113 및 비교예 C151-C176에서, 플루오로케미칼 계면활성제 F-23(Igepal™ DM-530에 대한 MeFOSA 부가 반응 생성물), F-24(Igepal™ DM-710에 대한 MeFOSA 부가 반응 생성물), F-10(Igepal™ DM-530에 대한 MeFOSG 부가 반응 생성물), F-11(Igepal™ DM-710에 대한 MeFOSG 부가 반응 생성물) 및 F-12(Igepal™ DM-880에 대한 MeFOSG 부가 반응 생성물); 탄화수소 계면활성제 H-5(Triton™ X-100, 에톡실화된 옥틸페놀)와 H-11 및 H-12(Igepal™ DM-530 및 Igepal™ DM-710, 에톡실화된 디알킬페놀), 및 이의 배합물을 각종 중량% 농도로 Escorene™ 3505 폴리프로필렌내에 혼입시키고, 멜트 블로운 압출 절차를 사용하여 부직포 웨브를 압출시켰다.

<281> 각 부직포 웨브의 친수성은 친수성 테스트를 이용하여 측정하였으며, 결과는 표 10a 및 표 10b에 제시되어 있다.

## [표 10a]

실시예	플루오로케미칼 계면활성제		비플루오로케미칼 계면활성제			친수성	
	명칭	중량%	명칭	중량%	%PEO	고온	저온
에톡실화된 알킬페놀							
C151	F-23	5.00	---	---	---	1	3
C152	---	---	H-5	4.00	67	4	5
101	F-23	2.50	H-5	2.50	67	1	1
C153	F-23	1.00	---	---	---	5	5
C154	---	---	H-5	1.00	67	4	5
102	F-23	0.50	H-5	0.50	67	4	5
C155	F-24	5.00	---	---	---	1	1
C156	---	---	H-5	4.00	67	4	5
103	F-24	2.50	H-5	2.50	67	1	1
C157	F-24	1.00	---	---	---	3	5
C158	---	---	H-5	1.00	67	4	5
104	F-24	0.50	H-5	0.50	67	4	5
C159	F-10	1.00	---	---	---	5	5
C160	---	---	H-5	1.00	67	4	5
105	F-10	0.50	H-5	0.50	67	3	5
C161	F-11	1.00	---	---	---	5	5
C162	---	---	H-5	1.00	67	4	5
106	F-11	0.50	H-5	0.50	67	5	5
C163	F-12	1.00	---	---	---	5	5
C164	---	---	H-5	1.00	67	4	5
107	F-12	0.50	H-5	0.50	67	5	5

## [표 10b]

에특실화된 디알킬페놀							
C165	F-23	1.00	---	---	---	5	5
C166	---	---	H-11	1.00	56	5	5
108	F-23	0.50	H-11	0.50	56	5	5
C167	F-24	1.00	---	---	---	3	5
C168	---	---	H-11	1.00	56	5	5
109	F-24	0.50	H-11	0.50	56	4	5
C169	F-10	1.00	---	---	---	5	5
C170	---	---	H-11	1.00	56	5	5
110	F-10	0.50	H-11	0.50	56	4	5
C171	F-23	1.00	---	---	---	5	5
C172	---	---	H-12	1.00	66	5	5
111	F-23	0.50	H-12	0.50	66	5	5
C173	F-24	1.00	---	---	---	3	5
C174	---	---	H-12	1.00	66	5	5
112	F-24	0.50	H-12	0.50	66	4	5
C175	F-11	1.00	---	---	---	5	5
C176	---	---	H-12	1.00	66	5	5
113	F-11	0.50	H-12	0.50	66	5	5

&lt;284&gt;

표 10a 및 표 10b의 데이터는, 폴리프로필렌 중 1.00 중량%와 5.00 중량%의 농도에서 모든 플루오로케미칼 계면활성제와 탄화수소 계면활성제 H-5의 배합물은 친수성에 있어서 상승적인 개선을 나타내지만, 단 에틸렌 옥시드의 비율이 높은 플루오로케미칼 계면활성제 F-11 및 F-12에서는 친수성의 상승적인 개선이 나타나지 않는다는 것을 보여준다. 그러나, 플루오로케미칼 계면활성제 F-23 및 F-24와의 배합물에서는, 5 중량%(각각 실시예 101 및 실시예 103)의 높은 농도에서의 상승작용이 1 중량%의 낮은 농도(실시예 102 및 104)에서의 상승작용보다 양호하였다.

&lt;285&gt;

실시예 114-121 및 비교예 C179-C192

&lt;286&gt;

실시예 114-121 및 비교예 C179-C192에서, N-에틸 치환된 술폰아미드 플루오로케미칼 계면활성제 F-25 내지 F-28(EtFOSG,

&lt;287&gt;

에 대한 에틸렌 옥시드 부가 반응 생성물)과 F-29 및 F-30(EtFOSA,  $C_8F_{17}SO_2N(C_{2H_5})H$ )에 대한 에틸렌 옥시드 부가 반응 생성물); 탄화수소 계면활성제 H-4 및 H-5(Triton™ X-114 및 Triton™ X-100, 에특실화된 옥틸페놀), 탄화수소 계면활성제 H-11 및 H-12(Igepal™ DM-530 및 Igepal™ DM-710, 에특실화된 디알킬페놀); 및 이의 배합물을 각종 중량% 농도로 Escorene™ 3505 폴리프로필렌내에 훈입시키고, 멜트 볼로운 압출 절차를 사용하여 부직포 웨브를 압출시켰다.

&lt;288&gt;

각 부직 웨브의 친수성은 친수성 테스트를 이용하여 측정하였으며, 결과는 표 11a 및 표 11b에 나타나 있다.

[표 11a]

실시예	플루오로케미칼 계면활성제		비플루오로케미칼 계면활성제			친수성	
	명칭	중량%	명칭	중량%	%PEO	고온	저온
에특실화된 알킬페놀							
C177	F-26	1.00	--	--	--	2	3
C178	---	---	H-4	1.00	62	4	5
114	F-26	0.50	H-4	0.50	62	1	1
C179	F-25	1.00	--	--	--	1	2
C180	---	---	H-5	1.00	67	4	5
115	F-25	0.50	H-5	0.50	67	1	2
C181	F-27	1.00	--	--	--	3	5
C182	---	---	H-5	1.00	67	4	5
116	F-27	0.50	H-5	0.50	67	3	5

[표 11b]

실시예	플루오로케미칼 계면활성제		비플루오로케미칼 계면활성제			친수성	
	명칭	중량%	명칭	중량%	%PEO	고온	저온
C183	F-28	1.00	--	--	--	4	5
C184	---	---	H-5	1.00	67	4	5
117	F-28	0.50	H-5	0.50	67	1	1
C185	F-29	1.00	--	--	--	2	2
C186	---	---	H-5	1.00	67	4	5
118	F-29	0.50	H-5	0.50	67	1	2
C187	F-30	1.00	--	--	--	1	2
C188	---	---	H-5	1.00	67	4	5
119	F-30	0.50	H-5	0.50	67	2	3
에특실화된 디알킬페놀							
C189	F-25	1.00	--	--	--	1	2
C190	---	---	H-11	1.00	56	5	5
120	F-25	0.50	H-11	0.50	56	1	2
C191	F-25	1.00	--	--	--	1	2
C192	---	---	H-12	1.00	66	5	5
121	F-25	0.50	H-12	0.50	66	1	1

<291> 표 11a 및 표 11b의 데이터는, F-30을 제외하고, 모든 N-에틸 솔폰아미도 플루오로케미칼 계면활성제와 탄화수소 계면활성제의 배합물의 친수성이 상승적으로 개선된다는 것을 보여준다.

&lt;292&gt; 실시예 122-129 및 비교예 C193-C204

<293> 실시예 122-129 및 비교예 C193-C204에서, 플루오로케미칼 계면활성제 F-5(MeFOSG/Triton™ X-100 부가 반응 생성물), F-8(MeFOSG/Carbowax™ 350 부가 반응 생성물) 및 F-9(Thanol™ 4070에 대한 MeFOSG 부가 반응 생성물); 탄화수소 계면활성제 H-5(Triton™ X-100, 에톡실화된 옥틸페놀)와 H-21(Mapeg™ D0-400, 폴리에틸렌 글리콜 디올레이트), S-2(Tegopren™ 5840, 폴리옥시에틸렌 작용성 실리콘) 및 S-3(Silwet™ L-77, 에톡실화된 실리콘); 및 이의 배합물을 각종 중량% 농도로 Escorene™ 3505 폴리프로필렌내에 혼입시키고, 벨트 블로운 압출 절차를 사용하여 부직포 웨브를 압출시켰다.

<294> 유동 테스트 과정을 이용하여, 4일 동안 유동 테스트값을 측정하였으며, 그 결과는 표 12a 및 표 12b에 나타나있다.

[표 12a]

실시예	플루오로케미칼 계면활성제		비플루오로케미칼 계면활성제			다음의 시간이 경과한 후 유동 테스트 값			
	명칭	중량%	명칭	중량%	%PEO	1일	2일	3일	4일
플루오로케미칼 계면활성제 및 탄화수소 계면활성제의 조합물									
C193	F-5	1.00	---	---	---	5	12	12	15
C194	---	---	H-5	2.00	67	300	104	230	12
122	F-5	0.50	H-5	0.50	67	11	23	52	33
123	F-5	0.75	H-5	0.25	67	15	17	21	14
C195	F-8	1.00	---	---	---	227	79	96	76
C196	---	---	H-5	2.00	67	300	104	230	12
124	F-8	0.50	H-5	0.50	67	33	11	10	6
125	F-8	0.75	H-5	0.25	67	6	14	13	9
C197	F-9	1.00	---	---	---	>300	N/R	N/R	N/R
C198	---	---	H-5	2.00	67	300	104	230	12
126	F-9	0.75	H-5	0.75	67	92	2	3	2

## [표 12b]

실시예	플루오로케미 칼 계면활성제		비플루오로케미칼 계면활성제			다음의 시간이 경과한 후 유동 테스트 값			
	명칭	중량%	명칭	중량%	%PEO	1일	2일	3일	4일
C199	F-8	1.00	---	---	---	227	79	96	76
C200	---	---	H-21	1.00	42	300	71	31	13
127	F-8	0.50	H-21	0.50	42	5	4	3	3
플루오로케미칼 계면활성제 및 실리콘 계면활성제의 조합물									
C201	F-5	1.00	---	---	---	5	12	12	15
C202	---	---	S-2	1.00	43	13	3	22	60
128	F-5	0.50	S-2	0.50	43	4	6	35	5
C203	F-5	1.00	---	---	---	5	12	12	15
C204	---	---	S-3	1.00	51	14	5	8	24
129	F-5	0.50	S-3	0.50	51	52	13	10	6

<297> 표 12a 및 표 12b의 데이터는, 용융 첨가제로서 폴리프로필렌내로 삽입된 플루오로케미칼 계면활성제와 탄화수소 또는 실리콘 계면활성제의 조합물이 유동 테스트로 측정시 내구적인 친수성을 부여한다는 것을 보여주며, 값은 시험 4일 후에도 양호하였다.

<298> 유동 테스트 값의 상승 효과는, 동일한 중량%의 각 계면활성제를 단독으로 사용한 경우와 비교하여 플루오로케미칼 계면활성제 및 탄화수소 계면활성제의 배합물을 사용할 때 발생하였다.

<299> 시험 4일 째에, 계면활성제를 단독으로 사용한 경우와 비교하여 플루오로케미칼 계면활성제 및 실리콘 계면활성제의 배합물을 이용한 경우 우수한 유동 테스트 값을 얻었다.

<300> 실시예 130-137 및 비교예 C205-C226

<301> 실시예 130-137 및 비교예 C205-C226에서, 플루오로케미칼 계면활성제 F-5, 탄화수소 계면활성제 H-5, 및 H-5와 F-5의 배합물을 폴리부틸렌, 폴리우레탄, 폴리에틸렌, 폴리부틸렌 테레프탈레이트(PBT), 나일론 및 폴리프로필렌 열가소성 중합체에 혼입시키고, 멀트 블로운 압출 절차를 사용하여 부직포 웨브를 압출시켰다.

<302> 각 부직포 웨브의 친수성은 친수성 테스트를 이용하여 측정하였으며, 결과는 표 13a 및 표 13b에 나타나있다.

## [표 13a]

실시예	열가소성 중합체	F-5 (증량%)	H-5 (증량%)	친수성	
				고온	저온
C205	폴리부틸렌 8510	---	---	5	5
C206	폴리부틸렌 8510	2.0	---	1	1
C207	폴리부틸렌 8510	---	2.0	5	5
130	폴리부틸렌 8510	1.0	1.0	1	1
C208	폴리부틸렌 8510	1.0	---	1	3
C209	폴리부틸렌 8510	---	1.0	5	5
131	폴리부틸렌 8510	0.5	0.5	4	4
<hr/>					
C210	폴리우레탄 PS 400	---	---	5	5
C211	폴리우레탄 PS 400	1.0	---	3	3
C212	폴리우레탄 PS 400	---	1.0	3	4
132	폴리우레탄 PS 400	0.5	0.5	3	3

## [표 13b]

실시예	열가소성 중합체	F-5 (중량%)	H-5 (중량%)	친수성	
				고온	저온
C213	폴리에틸렌 6806	---	---	5	5
C214	폴리에틸렌 6806	1.0	---	1	1
C215	폴리에틸렌 6806	---	1.0	1	1
133	폴리에틸렌 6806	0.5	0.5	1	1
C216	폴리에틸렌 6806	0.4	---	1	4
C217	폴리에틸렌 6806	---	0.4	1	2
134	폴리에틸렌 6806	0.2	0.2	1	2
C218	PBT 2002	---	---	4	5
C219	PBT 2002	1.0	---	1	3
C220	PBT 2002	---	1.0	4	5
135	PBT 2002	0.5	0.5	3	5
C221	나일론 B-3	---	---	3	3
C222	나일론 B-3	1.0	---	1	1
C223	나일론 B-3	---	1.0	1	1
136	나일론 B-3	0.5	0.5	1	1
C224	폴리프로필렌 3505	---	---	5	5
C225	폴리프로필렌 3505	1.0	---	2	3
C226	폴리프로필렌 3505	---	1.0	4	5
137	폴리프로필렌 3505	0.5	0.5	1	2

<305> 표 13a 및 표 13b의 데이터는, 폴리부틸렌 프탈레이트를 제외하고 플루오로케미칼 계면활성제 F-5와 탄화수소 계면활성제 H-5의 조합물이 모든 열가소성 중합체에 대해 친수성의 상승작용에 기여한다는 것을 보여준다.

<306> 실시예 138-143 및 비교예 C227-C232

<307> 실시예 138-143 및 비교예 C227-C232에서, 플루오로케미칼 계면활성제 F-18, F-20 및 F-21, 탄화수소 계면활성제 H-5 및 H-22와 이의 배합물을 총 1.00 중량%의 농도로 Escorene™ 3445 폴리프로필렌내에 혼입시켰다. 이 때, 멀트 블로운 입출절차보다는 스펀 본드 입출 절차를 사용하여 부직포 웨브를 압출시켰다.

<308> 각 부직포 웨브의 친수성은 습윤화 시간 테스트, 충돌 통과 테스트 및 유출율 테스트를 사용하여 측정하였다. 각 칼럼에서 값이 낮을수록 웨브의 친수성은 더 우수하다. 시험 결과는 표 14에 나타나 있으며; 주어진 값은 일반적으로 3회 측정의 평균값이다.

[표 14]

실시예	플루오로케미칼 계면활성제		비플루오로케미칼 계면활성제			재습윤화 시간	총돌 통과	유출율
	명칭	중량%	명칭	중량%	%PEO			
C227	---	---	---	---	---	0.10	15.38	100.00
C228	F-18	1.1	---	---	---	0.11	2.42	14.00
C229	F-20	1.1	---	---	---	0.11	2.31	4.93
C230	F-21	1.1	---	---	---	0.10	2.28	2.4
C231	---	---	H-5	1.1	67	0.10	8.89	49.07
C232	---	---	H-22	1.1	52	0.07	14.97	76.13
138	F-18	0.55	H-5	0.55	67	0.11	2.42	4.67
139	F-18	0.55	H-22	0.55	52	0.09	6.30	53.73
140	F-18	0.55	H-5	0.55	67	0.09	2.27	0.80
141	F-20	0.55	H-5	0.55	67	0.12	2.20	3.20
142	F-20	0.55	H-22	0.55	52	0.22	8.93	33.33
143	F-21	0.55	H-5	0.55	67	0.13	3.18	0.00

&lt;310&gt;

표 14의 데이터는, 스펀 본드 프로필렌 웨브에서, 탄화수소 계면활성제 H-5가 총돌 통과 테스트 및 유출율 테스트에서 플루오로케미칼 계면활성제 F-18, F-20 및 F-21과 상승 작용을 나타낸다는 것을 보여주며, 이 테스트 값은 예상한 것보다 낮은 데, 이는 친수성이 예상된 친수성보다 더 우수하다는 것을 의미한다.

### (57) 청구의 범위

#### 청구항 1

열가소성 중합체와, (a) 구조 내에 하나 이상의 폴리옥시알킬렌기를 가지는 1종 이상의 플루오로지방족기 함유 바이온성 계면활성제와 (b) 20 중량%~80 중량% 폴리옥시에틸렌을 함유하는 1종 이상의 바이온성, 비플루오르화된 폴리옥시에틸렌기 함유 계면활성제의 혼합물을 포함하는 내구적인 친수성의 열가소성 섬유로서, 상기 혼합물이 열가소성 섬유에 내구적인 친수성을 부여하기에 충분한 농도로 섬유종에 존재하는 것인 내구적인 친수성의 열가소성 섬유.

#### 청구항 2

제1항에 기재된 섬유를 포함하는 직물.

#### 청구항 3

- a) 수성 액체 불투과성의 이면 사이트;
- b) 수성 액체 투과성의 상부 사이트; 및
- c) 상기 이면 사이트와 상부 사이트 사이에 배치된 수성 액체 흡수층을 포함하는 다층의 수성 액체 흡수 물품으로서,

상기 상부 사이트는 내구적인 친수성의 열가소성 중합체와, (1) 구조 내에 하나 이상의 폴리옥시알킬렌기를 가지는 1종 이상의 플루오로지방족기 함유 바이온성 계면활성제와 (2) 20 중량%~80 중량% 폴리옥시에틸렌을 포함하는 1종 이상의 바이온성, 비플루오르화된 폴리옥시에틸렌기 함유 계면활성제의 혼합물의 웨브를 포함하고, 상기 혼합물은 중합체에 내구적인 친수성을 부여하기에 충분한 농도로 열가소성 중합체 내에 존재하는 것인 다층의 수성 액체 흡수 물품.

#### 청구항 4

열가소성 중합체와, (a) 구조 내에 하나 이상의 폴리옥시알킬렌기를 가지는 1종 이상의 플루오로지방족기 함유 바이온성 계면활성제와 (b) 20 중량%~80 중량% 폴리옥시에틸렌을 포함하는 1종 이상의 바이온성, 비플루오르화된 폴리옥시에틸렌기 함유 계면활성제의 혼합물을 포함하는 필름으로서, 상기 혼합물은 열가소성 섬유에 내구적인 친수성을 부여하기에 충분한 농도로 필름에 존재하는 것인 필름.

#### 청구항 5

(a) 열가소성 중합체와, (1) 구조 내에 하나 이상의 폴리옥시알킬렌기를 가지는 1종 이상의 플루오로지방족기 함유 비이온성 계면활성제와 (2) 20 중량%~80 중량% 폴리옥시에틸렌을 포함하는 1종 이상의 비이온성, 비플루오르화된 폴리옥시에틸렌기 함유 계면활성제의 혼합물을 배합하는 단계[이 혼합물은 중합체에 내구적인 친수성을 부여하기에 충분한 농도로 열가소성 중합체 중에 존재함];

(b) 섬유 또는 필름의 표면을 내구적인 친수성으로 만들기 위해서, 배합물의 용융물을 가공 처리하여 섬유 또는 필름 내에 계면 활성제를 분산시켜 그 표면에 계면 활성제가 존재하는 섬유 또는 필름을 제조하는 단계를 포함하는 내구적인 친수성 섬유를 제조하는 방법.

## 요약

본 발명은 폴리아미드, 폴리우레탄 또는 폴리올레핀, 예컨대 폴리프로필렌 등의 열가소성 중합체; 및 (a) 1종 이상의 플루오로지방족기 함유 비이온성 계면활성제와 (b) 20 중량%~80 중량% 폴리옥시에틸렌을 포함하는 1종 이상의 비이온성, 비플루오로화된 폴리옥시에틸렌기 함유 계면 활성제의 혼합물을 포함하는 내구적으로 친수성이 있는 열가소성 섬유를 제공한다. 계면 활성제 (a)와 (b)의 혼합물은 섬유의 표면에 내구적인 친수성을 부여하기에 충분한 양으로 섬유중에 존재한다. 상기 섬유로 제조한 내구적인 친수성 필름 및 내구적인 친수성 섬유와 웨브도 개시하고 있다.