



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2018년12월13일
(11) 등록번호 10-1925381
(24) 등록일자 2018년11월29일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C09D 7/40 (2018.01) B05D 1/18 (2006.01)
B05D 1/28 (2006.01) B05D 7/04 (2006.01)
B05D 7/12 (2006.01) B05D 7/14 (2006.01)
(52) CPC특허분류
C09D 7/69 (2018.01)
B05D 1/18 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2016-0183030
(22) 출원일자 2016년12월29일
심사청구일자 2016년12월29일
(65) 공개번호 10-2018-0078439
(43) 공개일자 2018년07월10일
(56) 선행기술조사문헌
KR1020150142117 A
(뒷면에 계속)

(73) 특허권자
신케미코리아 주식회사
경기도 성남시 중원구 둔촌대로 555, 9층903호
(상대원동, 선일테크노피아)
에코융합섬유연구원
전라북도 익산시 서동로 594 (석암동)
(72) 발명자
김세윤
광주광역시 서구 치평로 107 105동 504호 (치평동, 금호대우아파트)
류중재
광주광역시 북구 서강로 155 301동 1502호 (운암동, 미라보아파트)
(74) 대리인
김학제, 문혜정

전체 청구항 수 : 총 15 항

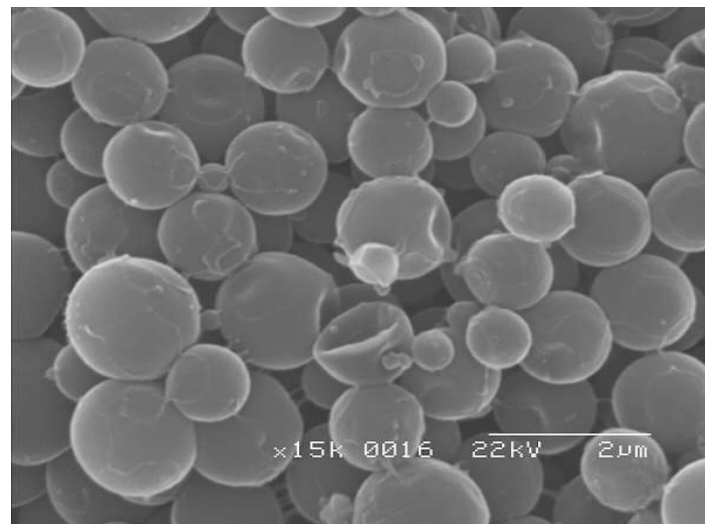
심사관 : 김계숙

(54) 발명의 명칭 다기능성 마이크로 입자 및 이의 제조방법

(57) 요약

본 발명은 기능성 나노입자를 기능성 마이크로 입자에 함침시키거나, 기능성 나노입자를 기능성 마이크로 입자 표면에 부착시켜, 한번의 코팅만으로 여러 기능을 동시에 발현할 수 있는 다기능성 마이크로 입자 및 이의 제조 방법에 관한 것으로, 본 발명에 의한 다기능성 마이크로 입자에 의하면, 여러 가지 기능을 보유한 나노입자 및 마이크로 입자를 포함하는 다기능성 단일 조성물을 이용하여, 여러 종류의 기재에 한 번의 코팅 공정에 의해 여러 기능성을 동시에 부여함으로써 생산 공정을 간소화하여 생산성 증대를 통한 원가 절감이 가능하다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

B05D 1/28 (2013.01)

B05D 7/04 (2013.01)

B05D 7/12 (2013.01)

B05D 7/14 (2013.01)

C09D 7/62 (2018.01)

(56) 선행기술조사문헌

JP1995042363 B2

KR101045351 B1

KR1020120027802 A

KR1020160053352 A

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 C0408321

부처명 중소기업청

연구관리전문기관 중소기업기술정보진흥원

연구사업명 중소기업청 산연전용 기술개발사업

연구과제명 인조 피혁 소재를 위한 상온 경화형 친환경 발수 코팅제 개발

기 여 율 1/1

주관기관 ECO융합섬유연구원

연구기간 2016.06.01 ~ 2017.05.31

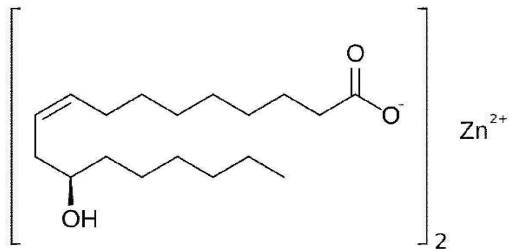
명세서

청구범위

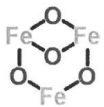
청구항 1

하기 화학식 1로 표시되는 나노 크기의 금속 착화합물로부터 형성된 나노입자가 하기 화학식 3으로 표시되는 마이크로 크기의 금속산화물의 나노 기공 내에 함침되거나 이의 표면에 부착된 다기능성 마이크로 입자.

[화학식 1]



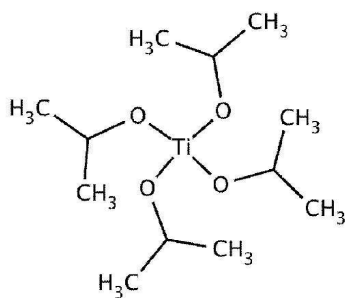
[화학식 3]



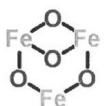
청구항 2

하기 화학식 2로 표시되는 나노 크기의 금속 착화합물로부터 형성된 나노입자가 하기 화학식 3으로 표시되는 마이크로 크기의 금속산화물의 나노 기공 내에 함침되거나 이의 표면에 부착된 다기능성 마이크로 입자.

[화학식 2]



[화학식 3]

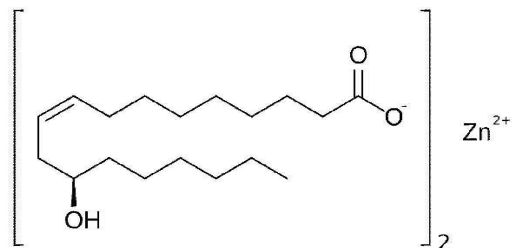


청구항 3

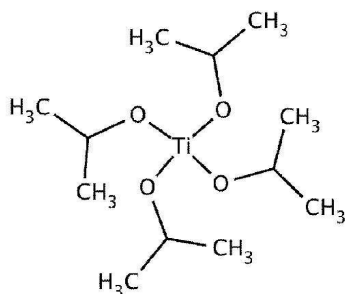
하기 화학식 1로 표시되는 나노 크기의 금속 착화합물 및 하기 화학식 2로 표시되는 나노 크기의 금속 착화합물

로부터 형성된 나노입자가 하기 화학식 3으로 표시되는 마이크로 크기의 금속산화물의 나노 기공 내에 함침되거나 이의 표면에 부착된 다기능성 마이크로 입자.

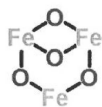
[화학식 1]



[화학식 2]



[화학식 3]



청구항 4

제 1항 또는 3항에 있어서, 상기 화학식 1로 표시되는 나노 크기의 금속 착화합물은 1nm 내지 10nm 인 것을 특징으로 하는 다기능성 마이크로 입자.

청구항 5

제 2항 또는 3항에 있어서, 상기 화학식 2로 표시되는 나노 크기의 금속 착화합물은 1nm 내지 10nm 인 것을 특징으로 하는 다기능성 마이크로 입자.

청구항 6

제 1항 내지 3항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 화학식 3으로 표시되는 마이크로 크기의 금속산화물은 0.1 μ m 내지 10 μ m 인 것을 특징으로 하는 다기능성 마이크로 입자.

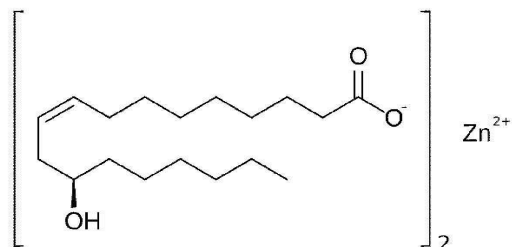
청구항 7

제 1항 내지 3항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 다기능성 마이크로 입자는 메탄올, 에탄올, 프로판올, 이소프로필알콜, 아세톤, 메틸에틸케톤, 에테르, 에스테르, 톨루엔으로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종 이상의 유기 용매 내에 1 내지 50wt% 분산된 것을 특징으로 하는 다기능성 마이크로 입자.

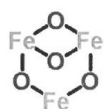
청구항 8

하기 화학식 1로 표시되는 나노 크기의 금속 착화합물로부터 형성된 나노입자를 하기 화학식 3으로 표시되는 마이크로 크기의 금속산화물의 나노 기공 내에 배향되도록 함침시키거나 이의 표면에 부착시키는 단계를 포함하는 다기능성 마이크로 입자의 제조방법.

[화학식 1]



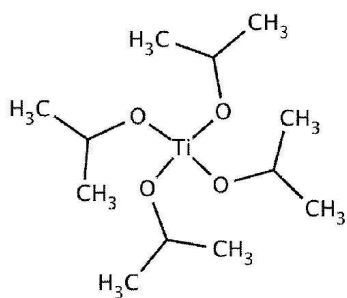
[화학식 3]



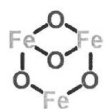
청구항 9

하기 화학식 2로 표시되는 나노 크기의 금속 착화합물로부터 형성된 나노입자를 하기 화학식 3으로 표시되는 마이크로 크기의 금속산화물의 나노 기공 내에 배향되도록 함침시키거나 이의 표면에 부착시키는 단계를 포함하는 다기능성 마이크로 입자의 제조방법.

[화학식 2]



[화학식 3]



청구항 10

제 8항 또는 9항에 있어서, 화학식 1 또는 2로 표시되는 나노 크기의 금속 착화합물로부터 형성된 나노입자를 마이크로 크기의 금속산화물에 함침시키거나 이의 표면에 부착시키는 단계는,

반응기 내에서 상기 화학식 3으로 표시되는 마이크로 크기의 금속산화물을 중량비로 5배의 증류수에 분산시키고

0.2 내지 0.4mol의 디에틸렌트리아민 또는 트리에틸렌테트라아민을 첨가하는 단계;

상기 반응기 내의 반응물을 실온으로 냉각시키고, 냉각된 반응물에 상기 화학식 1로 표시되는 나노 크기의 금속 착화합물 또는 화학식 2로 표시되는 나노 크기의 금속 착화합물을 0.4 내지 0.6mL/10sec의 속도로 적가하여 반응기 내의 반응물과 반응시키는 단계;

반응이 완료된 후에 반응기의 혼합물을 필터로 걸러내고, 증류수로 세척한 후 건조시키는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 다기능성 마이크로 입자의 제조방법.

청구항 11

제 10항에 있어서, 상기 나노 크기의 금속 착화합물을 적가하여 반응기 내의 반응물과 반응시키는 단계에서 상기 나노 크기의 금속 착화합물이 화학식 1로 표시되는 나노 크기의 금속 착화합물인 경우, 반응기 내부 온도를 70 내지 90℃로 가열하고 10 내지 14시간 동안 반응시키는 것을 특징으로 하는 다기능성 마이크로 입자의 제조방법.

청구항 12

제 10항에 있어서, 상기 나노 크기의 금속 착화합물을 적가하여 반응기 내의 반응물과 반응시키는 단계에서 상기 나노 크기의 금속 착화합물이 화학식 2로 표시되는 나노 크기의 금속 착화합물인 경우, 반응기 내부 온도를 3 내지 5℃로 유지하고 10 내지 14시간 동안 반응시키는 것을 특징으로 하는 다기능성 마이크로 입자의 제조방법.

청구항 13

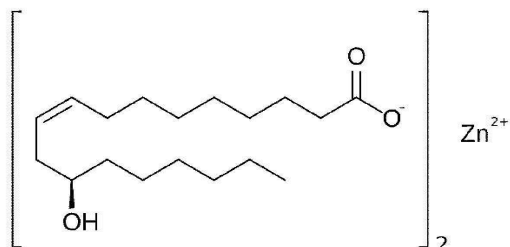
반응기 내에서 하기 화학식 3으로 표시되는 마이크로 크기의 금속산화물을 중량비로 5배의 증류수에 분산시키고 0.2 내지 0.4mol의 디에틸렌트리아민 또는 트리에틸렌테트라아민을 첨가하는 단계;

상기 반응기 내의 반응물을 실온으로 냉각시키고, 냉각된 반응물에 하기 화학식 1로 표시되는 나노 크기의 금속 착화합물 또는 화학식 2로 표시되는 나노 크기의 금속 착화합물을 0.4 내지 0.6mL/10sec의 속도로 적가하여 반응기 내의 반응물과 반응시키는 단계;

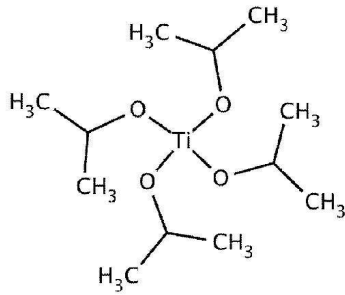
반응이 완료된 후에 반응기의 혼합물을 필터로 걸러내고, 증류수로 세척한 후 건조시켜 다기능성 마이크로 입자를 수득하는 단계;

수득된 다기능성 마이크로 입자를 바인더와 혼합시키는 단계를 포함하는 다기능성 마이크로 입자를 포함하는 조성물의 제조방법.

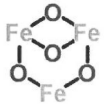
[화학식 1]



[화학식 2]



[화학식 3]



청구항 14

제 13항에 의하여 제조된 다기능성 마이크로 입자를 포함하는 조성물이 기재에 코팅된 다기능성 소재로서, 상기 기재는 섬유, 가죽, 인조 가죽, 필름, 금속, 플라스틱 및 유리로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종 이상인 것을 특징으로 하는 다기능성 소재.

청구항 15

제 14항에 있어서, 상기 코팅은 그라비아(Gravures), 마이크로 그라비아(Microgravure), 딥 코팅(dip-coating) 또는 롤-투-롤 공정(Roll-to-roll processing)에 의해 수행되는 것을 특징으로 하는 다기능성 소재.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 다기능성 마이크로 입자 및 이의 제조방법에 관한 것으로, 보다 상세하게는 기능성 나노입자를 기능성 마이크로 입자에 함침시키거나, 기능성 나노입자를 기능성 마이크로 입자 표면에 부착시켜, 한번의 코팅만으로 여러 기능을 동시에 발현할 수 있는 다기능성 마이크로 입자 및 이의 제조방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 나노입자는 크기의 단위가 10억분의 1 미터인 입자로서, 작은 크기에 기인하는 특이하고도 다양한 성질을 나타낸다. 한편, 마이크로 입자는 크기의 단위가 100만분의 1 미터인 입자로서 같은 소재로 구성된 물질이라도 나노미터(nm) 크기인지 또는 마이크로미터(μ m) 크기인지에 따라서 특성이 크게 달라진다. 나노입자와 마이크로 입자는 표면 전하, 이들의 크기에 따른 반데르발스 힘(Van Der Waals force) 등과 같은 여러 가지 특성의 차이에 의해 나노입자와 마이크로 입자를 상호 혼합하는 것조차 매우 어려운 것이 현실이다.

[0003] 특히 광학 특성을 포함하는 여러 기능성을 갖는 코팅제 및 코팅된 제품을 제조하기 위하여 나노입자와 마이크로 입자가 모두 필요한 경우가 많지만, 현재까지는 이러한 다양한 기능성을 부여하기 위하여 두 종류 이상의 코팅제를 이용하여 두 번 이상 코팅하여야만 하였다. 이는 공정의 증가로 인하여 최종 제품 생산원가가 상승하거나, 제조 효율에 심각한 문제가 제기되는 등의 단점이 있다.

선행기술문헌

특허문헌

[0004] (특허문헌 0001) 대한민국 특허출원 제10-2010-0129001호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0005] 본 발명은 상기와 같은 종래 문제점을 해결하기 위해 발명된 것으로, 본 발명의 하나의 목적은 여러 종류의 기재에 한 번의 코팅 공정으로 여러 가지 기능성을 부여할 수 있는 다기능성 마이크로 입자를 제공하는 것이다.

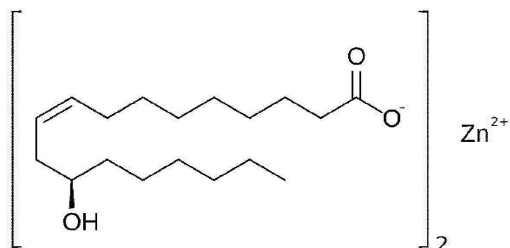
[0006] 본 발명의 다른 목적은 여러 종류의 기재에 한 번의 코팅 공정으로 여러 가지 기능성을 부여할 수 있는 다기능성 마이크로 입자를 제조하는 방법을 제공하는 것이다.

[0007] 본 발명의 또 다른 목적은 상기 다기능성 마이크로 입자를 포함하는 코팅제를 여러 종류의 기재에 코팅하여 제조된 복수의 기능성을 갖는 다기능성 소재를 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

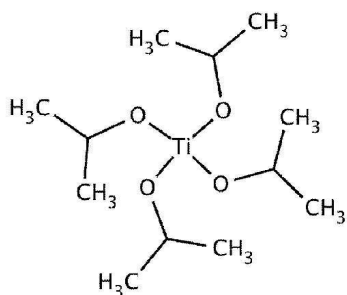
[0008] 상술한 목적을 달성하기 위한 본 발명의 하나의 양상은, 하기 화학식 1로 표시되는 나노 크기의 금속 착화합물 및/또는 하기 화학식 2로 표시되는 나노 크기의 금속 착화합물로부터 형성된 나노입자가 하기 화학식 3으로 표시되는 마이크로 크기의 금속산화물의 나노 기공 내에 함침되거나 이의 표면에 부착된 다기능성 마이크로 입자에 관한 것이다.

[0009] [화학식 1]



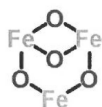
[0010]

[0011] [화학식 2]



[0012]

[0013] [화학식 3]



[0014]

[0015] 상술한 목적을 달성하기 위한 본 발명의 다른 양상은, 상기 화학식 1로 표시되는 나노 크기의 금속 착화합물 또는 상기 화학식 2로 표시되는 나노 크기의 금속 착화합물로부터 형성된 나노입자를 상기 화학식 3으로 표시되는 마이크로 크기의 금속산화물의 나노 기공 내에 배향되도록 함침시키거나 이의 표면에 부착시키는 단계를 포함하

는 다기능성 마이크로 입자의 제조방법을 제공하는 것이다.

[0016] 상술한 목적을 달성하기 위한 본 발명의 또 다른 양상은, 상기 다기능성 마이크로 입자를 포함하는 조성물을 섬유, 가죽, 인조 가죽, 필름, 금속, 플라스틱 및 유리 등 여러 종류의 기재에 코팅하여 복수의 기능성을 갖는 다기능성 소재를 제공하는 것이다.

발명의 효과

[0017] 본 발명에 의한 다기능성 마이크로 입자에 의하면, 여러 가지 기능을 보유한 나노입자 및 마이크로 입자를 포함하는 다기능성 단일 조성물을 이용하여, 여러 종류의 기재에 한 번의 코팅 공정에 의해 여러 기능성을 동시에 부여함으로써 생산 공정을 간소화하여 생산성 증대를 통한 원가 절감이 가능하다.

도면의 간단한 설명

[0018] 도 1 및 2는 실시예 1에 의해 제조된 나노입자가 함침된 다기능성 마이크로 입자의 전자현미경(SEM) 사진이다.

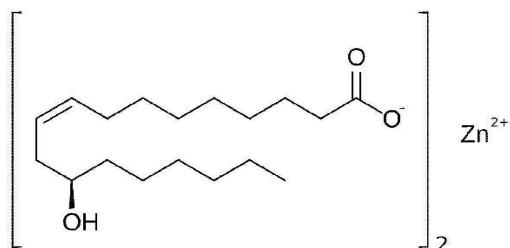
도 3 및 4는 실시예 2에 의해 제조된 나노입자가 함침된 다기능성 마이크로 입자의 전자현미경 사진이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0019] 이하, 실시예 및 도면을 참조하여 본 발명에 대하여 상세히 설명하기로 한다.

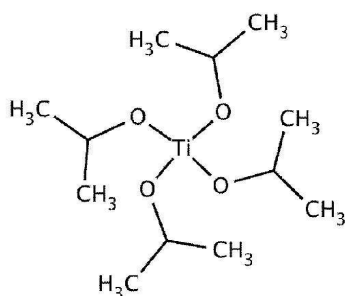
[0020] 본 발명의 일 구현예에 의한 다기능성 마이크로 입자는 하기 화학식 1로 표시되는 나노 크기의 금속 착화합물 및/또는 하기 화학식 2로 표시되는 나노 크기의 금속 착화합물로부터 형성된 나노입자가 하기 화학식 3으로 표시되는 마이크로 크기의 금속산화물의 나노 기공 내에 함침되거나 이의 표면에 부착된 것을 특징으로 한다.

[0021] [화학식 1]



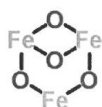
[0022]

[0023] [화학식 2]



[0024]

[0025] [화학식 3]



[0026]

[0027] 화학식 1로 표시되는 금속 착화합물은 나노입자 전구체로서 아연 리시놀리트(Zinc ricinoleate)이며, 크기는 1nm 내지 10nm 이다.

[0028]

[0029] 화학식 2로 표시되는 금속 착화합물은 나노입자 전구체로서 티타늄 tert-이소프로폭시드(Titanium tert-isopropoxide)이며, 크기는 1nm 내지 10nm 이다.

[0030] 화학식 3의 표시된 금속산화물은 산화철(II,III)(Iron(II,III)oxide)로서, 크기는 0.1 μ m 내지 10 μ m 이다.

[0031] 상기 화학식 1로 표시되는 금속 착화합물 및/또는 상기 화학식 2로 표시되는 금속 착화합물로부터 형성된 나노입자는 화학식 3으로 표시되는 마이크로 크기의 금속산화물의 나노 기공 내에 배향되어 함침되거나 이의 표면에 부착되어 발수 기능, 발열 기능 등 다양한 기능을 나타낸다.

[0032] 본 발명에서 나노입자들이 금속산화물의 나노 기공 내에 '배향된다'는 것은 나노입자들이 금속산화물의 나노 기공 내에 일정한 방향으로 배열되는 것을 의미하며 보다 구체적으로 설명하면 다음과 같다. 통상의 마이크로 입자는 브레이크-다운(Break-Down) 방식으로 제조하지만, 본 발명에 의한 마이크로 입자는 바텀-업(Bottom-Up) 방식으로 제조된다. 따라서, 마이크로 입자가 제조될 때 완벽한 구형으로 형성되지 않고 내부에 5 내지 50nm의 크기를 갖는 불규칙한 기공이 형성되는데, 이러한 마이크로 입자의 기공 내에 용매에 완전히 용해되어 있는 금속 착화합물이 함침되거나, 마이크로 입자 표면에 코팅된다. 다음, 마이크로 입자의 유기물 부분을 산-염기 반응으로 분리하면 잔존하는 금속 이온들끼리 자기조립(self-assembly) 반응이 일어난다. 즉, 나노입자들이 마이크로 입자의 기공 내에 함침되면, 기공의 크기 및 모양에 따라 나노입자의 크기 및 모양이 결정되기 때문에 이를 나노입자들이 금속산화물 마이크로 입자의 나노 기공 내에 '배향된다'고 한다.

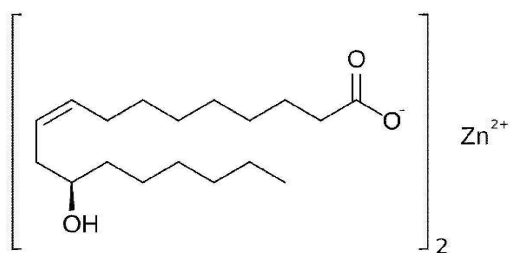
[0033] 한편, 나노입자들이 마이크로 입자의 나노 기공 표면에 코팅되면, 분산제의 양 및 종류, 온도에 따라 나노입자의 크기 및 모양이 결정되는데 대부분 구형으로 형성된다.

[0034] 본 발명에서 다기능성 마이크로 입자는 분산 용매에 1 내지 50wt%의 농도로 분산되어 있는 것이 바람직하다. 상기 범위가 1wt% 미만인 경우 분산되는 다기능성 마이크로 입자의 양이 너무 작아 이에 의한 특성이 발현되지 못하며, 50wt%를 초과하는 경우 분산성이 떨어진다.

[0035] 본 발명에서 사용가능한 분산 용매의 예로는 메탄올, 에탄올, 프로판올, 이소프로필알콜 등의 알콜, 아세톤, 메틸에틸케톤 등과 같은 케톤, 에테르, 에스테르, 톨루엔으로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종 이상의 유기 용매일 수 있으나, 반드시 이에 제한되는 것은 아니다.

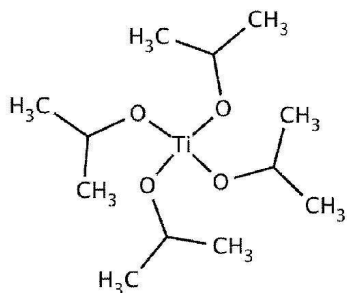
[0036] 본 발명의 일 구현예에 의한 다기능성 마이크로 입자를 포함하는 조성물은 하기 화학식 1로 표시되는 나노 크기의 금속 착화합물 또는 하기 화학식 2로 표시되는 나노 크기의 금속 착화합물로부터 형성된 나노입자를 하기 화학식 3으로 표시되는 마이크로 크기의 금속산화물의 나노 기공 내에 배향되도록 함침시키거나 이의 표면에 코팅 시킴으로써 제조될 수 있다.

[0037] [화학식 1]



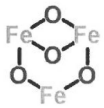
[0038]

[0039] [화학식 2]



[0040]

[0041] [화학식 3]



[0042]

[0043] 화학식 1로 표시되는 금속 착화합물은 나노입자 전구체로서 아연 리시놀리트(Zinc ricinoleate)이며, 크기는 1nm 내지 10nm 이다.

[0044]

[0045] 화학식 2로 표시되는 금속 착화합물은 나노입자 전구체로서 티타늄 tert-이소프로폭시드(Titanium tert-isopropoxide)이며, 크기는 1nm 내지 10nm 이다.

[0046] 화학식 3의 표시된 금속산화물은 산화철(II,III)(Iron(II,III)oxide)로서, 크기는 0.1 μ m 내지 10 μ m 이다.

[0047] 이하, 본 발명의 구현예들에 의한 다기능성 마이크로 입자의 제조방법을 더욱 상세하게 설명한다.

[0048] 화학식 3으로 표시되는 산화철(II,III)을 중량비로 약 5배의 증류수에 기계식 교반기로 400 내지 600rpm에서 2 내지 4시간 동안 분산한다. 여기에 안정제로서 디에틸렌트리아민(Diethylenetriamine) 또는 트리에틸렌테트라아민(Triethylenetetramine)을 0.2 내지 0.4mol 첨가하고 약 3 내지 5시간 동안 50 내지 70℃에서 400 내지 600rpm으로 반응시킨다. 반응이 완료된 후 상온으로 반응기 내의 반응물을 냉각한다. 냉각된 반응물에 화학식 1로 표시되는 아연 리시놀리트 및/또는 화학식 2로 표시되는 티타늄 tert-이소프로폭시드를 0.4 내지 0.6mL/10sec의 속도로 천천히 적가(dropping) 한다. 이때 반응기의 온도는 상온으로 유지하였다. 적가가 완료되면, 아연 리시놀리트의 경우 반응기 내부 온도를 70 내지 90℃까지 가열하고, 티타늄 tert-이소프로폭시드의 경우 반응기 내부 온도를 3 내지 5℃로 냉각을 유지시키면서 10 내지 14시간 동안 반응시킨다. 반응이 완료된 후에 반응기의 혼합물을 필터로 걸러내고, 증류수로 약 3회 정도 세척 및 필터를 반복하고, 이어서 약 100℃의 건조기에서 건조시켜 다기능성 마이크로 입자를 제조한다.

[0049] 제조된 다기능성 마이크로 입자를 바인더와 혼합하여 코팅제를 제조한 후 섬유, 가죽, 인조 가죽, 필름, 금속, 플라스틱 및 유리 등 여러 종류의 기재에 코팅하여 복수의 기능성을 갖는 다기능성 소재를 제공할 수 있다.

[0050] 상기 코팅은 그라비아(Gravures), 마이크로 그라비아(Microgravure), 딥 코팅(dip-coating)방법을 이용할 수 있고, 바람직하게는 롤-투-롤 공정(Roll-to-roll processing)으로 코팅한다.

[0051] 본 발명에서 사용가능한 섬유는 그 종류를 특별히 한정하지 않으나, 폴리올레핀계 고분자, 폴리에틸렌테레프탈레이트(PET) 또는 폴리아미드계 고분자로 구성된 합성 섬유(synthetic fabrics) 및 면 또는 마와 같은 식물성 천연 섬유 또는 양모 또는 실크와 같은 동물성 천연 섬유에 사용할 수 있다.

[0052] 또한, 상기 폴리올레핀계 고분자는 폴리에틸렌(PE), 폴리프로필렌(PP), 폴리스티렌(PS), 폴리염화비닐(PVC) 또는 폴리메틸메타아크릴레이트(PMMA)일 수 있고, 상기 폴리에틸렌테레프탈레이트(PET)는 폴리올레핀계 고분자의 공중합체 또는 축중합 고분자일 수 있으며, 상기 폴리아미드계 고분자는 지방족아미드 및 방향족아미드를 포함하나, 반드시 이에 제한되는 것은 아니다.

[0053] 이하, 실시예를 통하여 본 발명을 더욱 상세히 설명하고자 한다. 이들 실시 예는 오로지 본 발명을 보다 구체적으로 설명하기 위한 것으로, 본 발명의 요지에 따라 본 발명의 범위가 이들 실시예에 의해 제한되지 않는다는 것은 당업계에서 통상의 지식을 가진자에 있어서 자명할 것이다.

[0054] 실시예 1: ZnO나노입자가 함침된 Fe₃O₄ 마이크로 입자의 분산

[0055] 평균 입도 0.5 μ m의 산화철(II,III) 100g을 증류수 500g에 기계식 교반기로 약 500rpm에서 3시간 분산하였다. 여기에 디에틸렌트리아민 0.3mol을 첨가하고 약 4시간 동안 60℃에서 500rpm으로 반응시켰다. 반응이 완료된 후 상온으로 반응기 내의 반응물을 냉각하였다. 냉각된 반응물에 화학식 1로 표시되는 아연 리시놀리트 0.22mol을 iso-부탄올 100mL에 희석한 용액을 0.5mL/10sec의 속도로 천천히 적가하였다. 이때 반응기의 온도는 상온으로 유지하였다. 아연 리시놀리트의 적가가 완료되면, 반응기 내부 온도를 80℃까지 가열하고 12시간 동안 반응시켰다.

[0056] 반응이 완료된 후에 반응기의 혼합물을 필터로 걸러내고, 증류수로 약 3회 정도 세척 및 필터를 반복하고, 이어

서 약 100℃의 건조기에서 건조시켰다. 제조된 다기능성 마이크로 입자의 전자현미경 사진을 도 1 및 2에 도시하였다. 마이크로 입자는 미색 파우더로서 평균 입도는 초기 평균 입도인 0.5 μ m이었다. 제조된 마이크로 입자를 신케미코리아㈜의 SilliS-ShieldDry®와 혼합비율 20%:80%(마이크로 입자 : SilliS-ShieldDry®)로 혼합하여 인조 가죽에 고발수 기능, 자외선 차단 기능을 동시에 발현하는 코팅제로 제조하였다.

[0057] 실시예 2: TiO₂ 나노입자가 함침된 Fe₃O₄ 마이크로 입자의 분산

[0058] 평균 입도 0.5 μ m의 산화철(II,III) 100g을 증류수 500g에 기계식 교반기로 약 500rpm에서 3시간 분산하였다. 여기에 트리에틸렌테트라아민 0.3mol을 첨가하고 약 4시간 동안 60℃에서 500rpm으로 반응시켰다. 반응이 완료된 후 상온으로 반응기 내의 반응물을 냉각하였다. 냉각된 반응물에 화학식 2로 표시되는 티타늄 tert-이소프로폭시드 0.22mol을 메탄올 100mL에 희석한 용액을 0.5mL/10sec의 속도로 천천히 적가하였다. 이때 반응기의 온도는 상온으로 유지하였다. 티타늄 tert-이소프로폭시드의 적가가 완료되면, 반응기 내부 온도를 4℃로 냉각을 유지시키면서 12시간 동안 반응시켰다. 반응이 완료된 후에 반응기의 혼합물을 필터로 걸러내고, 증류수로 약 3회 정도 세척 및 필터를 반복하고, 이어서 약 100℃의 건조기에서 건조시켰다. 제조된 다기능성 마이크로 입자의 전자현미경 사진을 도 3 및 4에 도시하였다. 마이크로 입자는 푸른색 파우더로서 평균 입도는 초기 평균 입도인 0.5 μ m이었다. 제조된 마이크로 입자를 신케미코리아㈜의 SilliS-ShieldDry®와 혼합비율 27%:73%(마이크로 입자 : SilliS-ShieldDry®)로 혼합하여 섬유 원단에 고 발수 기능, 자외선 차단 기능 및 발열 기능을 동시에 발현하는 코팅제로 제조하였다.

[0059] 실험예 1: 인조 가죽의 표면에서 자외선에 안정한 발수 특성을 나타내는 코팅제 특성평가

[0060] 실시예 1에 의해 제조된 코팅 조성물 5mL를 일반 극세사 닦음용 용을 이용하여 30cm²의 인조 가죽에 5 내지 10 μ m의 두께로 코팅하였다. 자외선 파장 및 시간을 하기 표 1에 기재한 바와 같이 달리하면서 코팅된 인조 가죽의 발수도와 자외선에 대한 안정도를 측정하였다. 수 접촉각은 수평한 표면에 3차 증류수(초순수) 0.2mL를 떨어뜨리고, 탄젠트법을 이용하여 기재 표면과 물 표면의 접촉각을 측정하였다.

표 1

시편	수 접촉각(°)	조사된 자외선 파장 및 시간(0.30 μ m~0.4 μ m)
실시예 1	111	0시간
실시예 1	110	24시간
실시예 1	111	48시간
실시예 1	110	100시간

[0062] 상기 표 1에 의하면, 실시예 1 에서 제조된 조성물로 코팅된 인조 가죽은 높은 자외선 차단율로 인하여 우수한 내구성 및 발수(수접촉각) 특성을 나타냄을 알 수 있다.

[0063] 실험예 2: 섬유 표면에서 자외선에 안정한 발수 특성 및 발열 특성을 나타내는 코팅제 특성평가

[0064] 실시예 2에서 제조된 코팅 조성물을 100g/L로 물에 희석하여 200g/m²의 나일론 소재의 섬유 원단에 80%의 픽업률(pick up rate)로 패딩 공정(padding process) 처리하고, 자외선에 안정한 발수 특성 및 발열 특성을 동시에 갖는 다기능성 원단을 제조하였다. 자외선 파장 및 시간을 하기 표 2에 기재한 바와 같이 달리하면서 코팅된 인조 가죽의 발수도와 자외선에 대한 안정도를 측정하여 그 결과를 하기 표 2에 기재하였다.

표 2

시편	수 접촉각(°)	조사된 자외선 파장 및 시간(0.30 μ m~0.4 μ m)
실시예 2	137	0시간
실시예 2	138	24시간
실시예 2	138	48시간
실시예 2	137	100시간

[0066] 자외선 파장 및 시간을 하기 표 3에 기재한 바와 같이 달리하면서 코팅된 인조 가죽의 발열 온도와 자외선에 대한 안정도를 측정하여 그 결과를 하기 표 3에 기재하였다. 발열 온도는 적외선 카메라를 이용하여 시료에서 25cm 떨어진 거리에서 온도를 측정하였다.

표 3

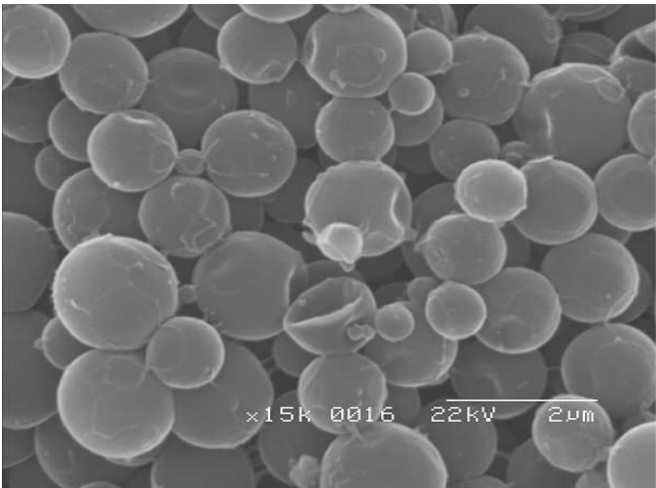
시편	발열 온도(℃), (주변 온도 20℃, 습도 57%)	조사된 적외선 파장 및 시간(0.78μm~2.5μm), (적외선 전구(300W/hr), 조사 거리 50cm),
실시예 2	33	5분
실시예 2	35	10분
실시예 2	36	15분
실시예 2	36	20분

[0067] 상기 표 2 및 3에 의하면, 실시예에 의해 제조된 조성물로 코팅된 섬유는 자외선에 안정한 발수 특성 및 발열 특성을 나타냄을 알 수 있다.

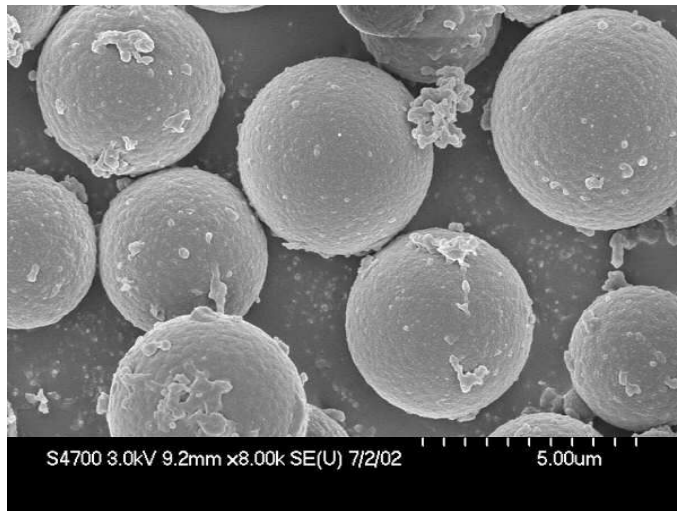
[0069] 이상에서 본 발명의 바람직한 실시예에 대하여 상세하게 설명하였으나, 본 발명은 상술한 실시예에 국한되는 것은 아니고, 본 발명의 취지 또는 범위를 벗어나지 않고 본 발명의 구조를 다양하게 변경하고 변형할 수 있다는 사실은 당업자에게 자명할 것이다. 따라서, 본 발명의 보호범위는 첨부한 특허청구범위 및 그와 균등한 범위로 정해져야 할 것이다.

도면

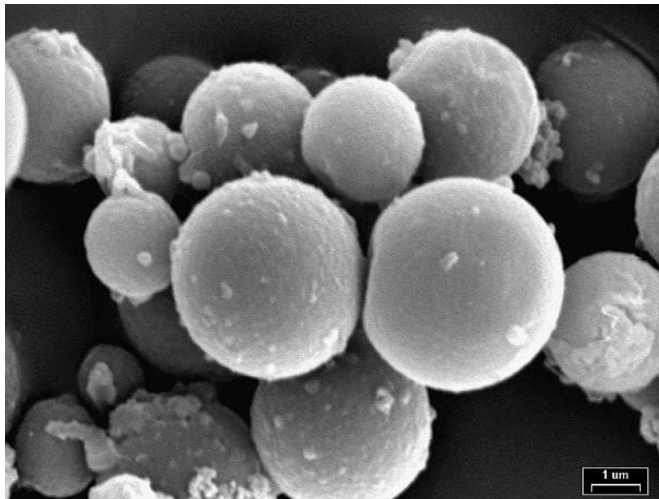
도면1



도면2



도면3



도면4

