

<연구논문(학술)>

상전이물질(PCM)과 Nylon 6를 이용한 Sheath/Core 형태의 복합섬유 제조, 물리적 특성 및 항균가공특성 연구

김학수 · 황지용 · 임상현¹ · 임정남² · 손영아[†]

충남대학교 유기소재·섬유시스템공학과, ¹(주)티앤엘, ²한국생산기술연구원

Preparation, Physical Characteristics and Antibacterial Finishing of PCM/Nylon Fibers having Sheath/Core Structure

Hak-Soo Kim, Ji-Yong Hwang, Sang-Hyun Lim¹, Jeong-Nam Lim² and Young-A Son[†]

Department of Advanced Organic Materials and Textile System Engineering,
Chungnam National University, Daejeon, Korea

¹T&L Co., Ltd., Ansung, Korea

²Convergent Textile Technology Group, Korea Institute of Industrial Technology, Ansan, Korea

(Received: November 18, 2014 / Revised: December 11, 2014 / Accepted: December 19, 2014)

Abstract: In this study, Aftreatment properties of PCM/Nylon sheath/core fabrics have been determined. Especially, the relationship between finishing property and content including of PCM ratio. Samples of PCM/Nylon fabrics were monitored, separately, with 2% o.w.f solutions of each of the berberine chloride, cetylpyridinium chloride(CPC), benzyldimethylhexadecyl ammonium chloride(BDHAC) and dodecyltrimethyl ammonium bromide(DTAB). Various temperatures and liquor ratio and pH conditions were also studied to optimize aftreatment properties. Berberine chloride finished sample showed the good color fastness. Cetylpyridinium chloride(CPC) finished sample showed very effective antibacterial properties against *Staphylococcus aureus* and *Klebsiella pneumoniae*.

Keywords: aftreatment, antibacterial finishing agent, berberine chloride, PCM/Nylon, phase change materials

1. 서 론

최근의 섬유소재의 기술개발은 1980년대 태동한 신 합섬에 여러 기능을 부여한 복합 고기능 섬유소재 개발 중심으로 고도화되고 있다. 특히, 건강 및 레저분야에서 사용되는 고기능성 섬유소재에 대한 관심이 나날이 증대되고 있다. 건강분야에서는 환경오염 및 직장에서의 스트레스로 인한 각종 질병균의 예방 및 퇴치가 요구되고 있으며, 레저 및 스포츠 분야에서는 활동 중 체온조절 기능이 요구되고 있다. 이러한 건강 및 레저 섬유소재 외에도 건강한 삶을 추구하는 웰니스(wellness) 섬유소재가 주목받고 있는 실정이다^{1,2)}.

본 연구에서 사용한 섬유소재는 외부환경변화에 대한 온도조절 및 제어가 가능한 상전이물질(phase changing materials, PCM)을 함유하는 섬유소재로서, 외부환경에 따라 인체에서 발산 또는 흡수하는 열을 이용해 일정 수준의 체온을 유지시켜 주는 쾌적·건강성 섬유소재이다³⁾.

상전이물질(PCM)이란 고체에서 액체, 액체에서 기체로의 변화 등, 하나의 상태에서 또 다른 상태로 변하는 과정에서 열을 축적하거나 저장한 열을 방출하는 물질을 말한다. 이러한 상전이물질(PCM)이 상변화 시에 축적 또는 방출하는 열을 잠열(latent heat)이라고 한다. 잠열은 에너지 저장능력이 가열 또는 냉각에 따라 변화하는데, 수반되는 열량이 현열(sensible heat)보다 뛰어나다고 보고되고 있다^{4,5)}. 현열을 저장할 경우, 단위 열량을 저장함에 있어 큰 부피의 열 저장매체 및 이를 비축하기 위한 공

[†]Corresponding author: Young-A Son (yason@cnu.ac.kr)

Tel.: +82-42-821-6620 Fax.: +82-42-821-8870

©2014 KSDF 1229-0033/2014-12/311-321

Table 1. Fiber composition and physical properties(PCM/Nylon)

| Characteristics | Unit | Core 40% | Core 50% | Core 60% |
|------------------|-------|-----------|-----------|-----------|
| PCM/Nylon | v/v % | 60/40 | 50/50 | 40/60 |
| Linear density | den | < 3 | < 3 | < 3 |
| Tensile strength | g/den | 3.2 - 3.6 | 3.1 - 3.4 | 2.8 - 3.2 |
| Elongation | % | < 40 | < 40 | < 40 |
| Latent heat | J/g | 11 - 15 | 13 - 17 | 16 - 21 |

간이 필요하다. 그러나 잠열을 저장할 경우, 열 저장매체의 부피 및 비축공간이 현열에 비해 작으며 일정한 온도에서 열을 방출 또는 흡수한다는 장점이 있다. 온도조절 기능성 섬유는 고부가가치를 갖는 소재로 의류용, 생활용, 산업용 섬유제품 등 다양한 분야에서 활용가능하다.

기존에는 상전이물질이 봉입된 마이크로캡슐을 후가공 시 바인더로 섬유에 고착시키거나 습식방사 또는 용융방사 시 마이크로캡슐을 첨가하는 방식으로 섬유에 적용하였지만 많은 문제점이 발생하였다^{6,7)}.

PCM 마이크로캡슐을 바인더로 섬유에 고착한 경우, 코팅된 캡슐들이 세탁 중에 떨어져 나가는 탈착현상과 터치감이 떨어지는 단점이 있었다. 또한 가공된 캡슐을 용융방사하는 경우, 방사 시 고온의 영향으로 인해 캡슐이 터지거나 노즐에 응집되어 방사가 제대로 이루어지지 않았다.

이에 본 연구에서는 복합방사 기술을 활용하여 마이크로캡슐화하지 않은 상전이물질을 섬유 내부에 직접 도입한 온도조절 섬유소재 개발하였으며, 이를 인체/생체 친화적이며 반영구적인 온도조절이 필요한 섬유소재 및 제품에 적용하고자 한다⁸⁾.

후가공에 적용할 berberine chloride, cetylpyridinium chloride(CPC), dodecyltrimethylammonium bromide(DTAB), benzyltrimethylhexadecylammonium chloride(BDHAC)은

항균성 가공제로서, 4급 암모늄염계의 항균제와 유사하게 화학구조 내에 캐티온을 띠는 질소 원자를 포함하고 있어 항균성을 띠고 있다⁹⁻¹¹⁾.

이번 연구에서는 항균성 가공제 4종을 농도, 온도, pH, 욕비의 다양한 조건에서 PCM/Nylon 복합 섬유에 적용하여 가공특성을 확인하였다¹²⁻¹⁵⁾. 그리고 PCM/Nylon으로 제조한 spacer fabric(3D fabric), 부직포 형태의 스킨/헬스케어 제품에 항균성 가공제를 이용하여 가공공정을 실시하였고, 세탁견뢰도 및 항균도 측정시험을 의뢰하였다.

2. 실험

2.1 시료 및 시약

PCM과 Nylon이 각각 core, sheath를 이루고 있는 복합섬유를 제조한 후 실험시료로서 사용하였다. 복합방사를 통해 제조한 3종의 PCM/Nylon 복합 섬유의 물성을 Table 1에 나타내었다.

PCM/Nylon sheath/core 구조의 복합섬유를 제조하기 위해 순도 98.0%의 octadecane을 PCM 물질로 사용하였다. 또한 M/B(master batch) carrier 소재로는 PP(polypropylene)를 사용하였으며, 상용화제로는 개질 폴리올레핀을 사용하였다. 이는 Nylon과 PP가 극성, 비극성을 가짐으로써, PP가 core의 PCM이

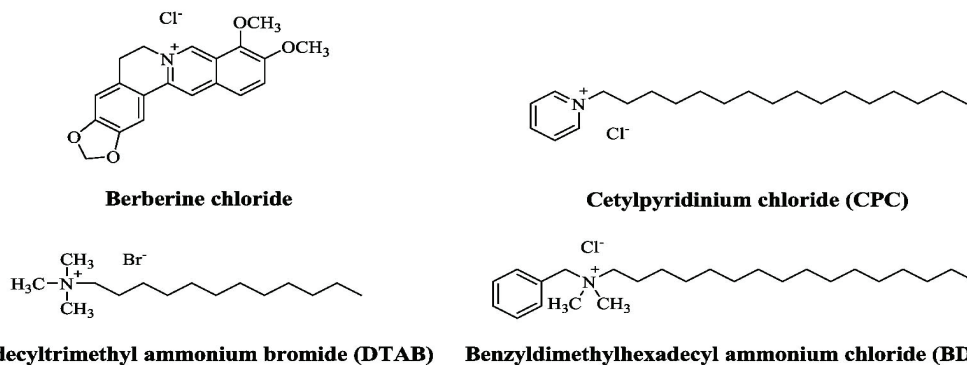


Figure 1. Structure of antibacterial finishing agents.

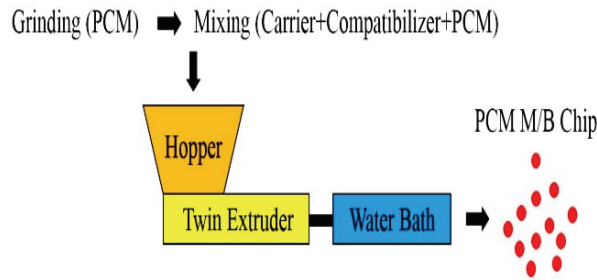


Figure 2a. PCM M/B manufacturing process Method (1).

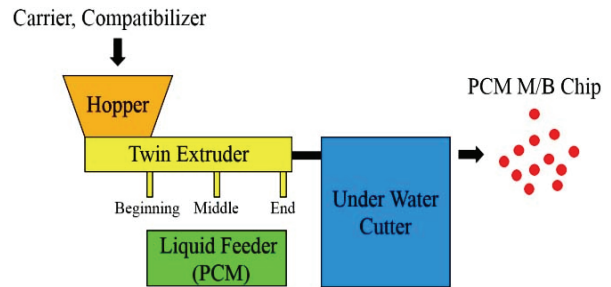


Figure 2b. PCM M/B manufacturing process Method (2).

Nylon으로 구성된 sheath 밖으로 migration되는 것을 방지할 수 있기 때문이다.

복합섬유 후가공 시, 사용한 berberine chloride와 CPC, DTAB, BDHAC 4종의 항균성 가공제는 Sigma Aldrich Chemical로부터 구매하였으며, 가공제 구조들을 Figure 1에 나타내었다. 또한, Samchun chemical로부터 pH buffer solution을 구입하여 사용하였다.

2.2 PCM을 함유한 M/B(master batch) chip의 제조공정

Figure 2a, 2b는 PCM M/B chip 제조공정의 모식도이다.

Figure 2a Method (1)은 PCM과 상용화제를 1차 혼합 후, carrier 소재와 extruder를 통해 혼련 압출한 뒤, water bath를 통해 pellet화한 방법이다.

Figure 2b Method (2)는 carrier와 상용화제를 extruder를 통해 혼련하는 중에 liquid feeder를 사용하여 PCM 물질을 혼입하고, under-water-cutting기를 통해 pellet화한 방법이다.

2.3 PCM M/B chip을 이용한 복합방사 공정

PCM/Nylon 복합섬유의 core 물질인 PCM M/B의 용점 및 용융 특성을 고려하여 Nylon 6 소재를 sheath material로 선정하였고, PCM과 Nylon 6를 5:5의 비율로 제조하였다.

Figure 3은 PCM/Nylon 복합섬유를 제조하기 위한 복합방사 개념도로써, 서로 다른 투입구를 통해 Nylon 6 chip과 PCM M/B를 주입하는 방사공정이다.

2.4 PCM/Nylon 복합섬유의 후가공 과정 및 조건

PCM/Nylon 복합섬유의 후가공 특성을 알아보기 위하여, 4가지의 영향인자를 선택하여 후가공을 실시하였다. 각각의 항균성 가공제에 대하여 60, 70, 80, 90°C의 온도조건, pH 3.5, pH 7, pH 11의 조건, 가공제 농도(2-5% o.w.f)의 조건, 다양한 욕비에서의

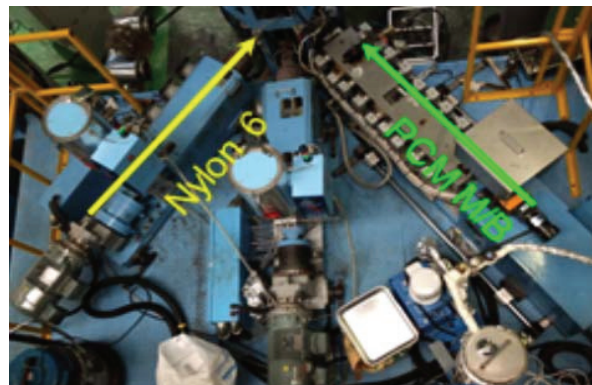


Figure 3. Conceptual diagram of sheath/core compounding spinning.

후가공 특성을 비교하여 최종적으로 항균성 가공제들을 이용한 PCM/Nylon 복합섬유의 최적 후가공 조건을 확보하고자 하였다. pH 조건은 아래의 방법을 통하여 준비하였다.

- Acidic condition : At pH 3-3.5 provided by the addition of 1gdm⁻³ acetic acid
- Neutral condition : With no addition of acid or alkali to the bath(using the pH 7 buffer solution)
- Alkaline condition : At pH 11, with the addition of 1gdm⁻³ sodium carbonate

이후, PCM/Nylon 시료 0.5g을 4종의 항균성 가공제로 처리하였고, 후가공 공정은 Figure 4에 나타내었다.

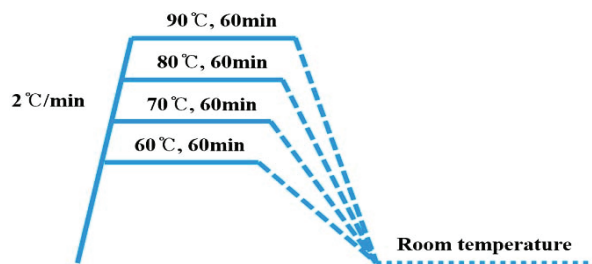


Figure 4. Aftertreatment profile.

Table 2. M/B(mater batch) properties according to compounding method and carrier/compatibilizer ratio

| Carrier/ Compatibilizer ratio (wt%) | Method (1) | | | | Method (2) | | | |
|--|---------------------------|-----------------|--------------------------------|--------------------------------|---------------------------|-----------------|--------------------------------|--------------------------------|
| | Homo geneous mixing | Chip cutting | Anti- blocking 1 of Chip | Anti- blocking 2 of Chip | Homo geneous mixing | Chip cutting | Anti- blocking 1 of Chip | Anti- blocking 2 of Chip |
| 0/100 | good | - | - | - | - | - | - | - |
| 20/80 | good | bad | - | - | - | - | - | - |
| 30/70 | good | bad | - | - | - | - | - | - |
| 40/60 | good | bad | - | - | - | - | - | - |
| 50/50 | good | bad | - | - | - | - | - | - |
| 60/40 | good | good | bad | - | good | good | bad | - |
| 70/30 | good | good | good | good | good | good | good | good |
| 80/20 | bad | good | good | good | good | good | good | good |
| 90/10 | bad | good | - | - | normal | good | good | good |

2.5 후가공 기기

후가공 기기는 고온·고압 IR 염색기(ACE-6000T, 에이스계측사, 포트 용량 120cm³)를 이용하였으며, 분석기기로는 Agilent 8453 spectrophotometer 기기와 datacolor SF 600 plus 측색기를 사용하여 후가공 전/후의 흡광도 및 색채와 색차를 측정하였다.

2.6 세탁견뢰도

항균성 가공제를 적용한 PCM/Nylon 복합섬유의 세탁견뢰도를 측정하였다. 세탁견뢰도 시험은 KS K ISO 105-C06, A1S법에 의거하여 실시하였으며, 공인시험기관을 통하여 실시하였다.

2.7 항균성

항균성 가공제를 적용한 PCM/Nylon 복합섬유의 항균도 시험은 KS K 0693: 0211법에 의거하여 정균감소율을 조사하고 항균도를 측정하였다. 이때 사용된 공시균은 *Staphylococcus aureus* ATCC 6538 (황색포도상구균)과 *Klebsiella pneumoniae* ATCC 4352(폐렴간균)이며 FITI 시험연구원에 의뢰하여 실시하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1 M/B chip의 제조공정 및 Carrier/상용화제 조성의 영향

Table 2에 Figure 2a, 2b의 Method (1), (2)를 통해 제조된 PCM M/B의 특성을 나타내었다. Method (2)로 제조된 PCM M/B의 경우, Method (1)로 제조된 PCM M/B에 비하여 넓은 범위에서 균일한 혼련 특성을 보였다. 또한 혼련 방법에 따른 PCM 로딩률을 비교하였으며, 이를 Table 3에 나타내었다. 그 결과, Method (2)가 Method (1)에 비해 PCM 로딩률이 높으며, 이는 균일 혼련의 영향 및 cutting 시 발생하는 PCM 손실분이 보다 적기 때문이다. 즉, Method (2)의 under-water-cutting 방식은 Method (1)의 strand cutting 방식에 비해 수지를 단시간에 냉각시켜 PCM 최소화 한다. 이에 Method (2)의 제조방법으로 제조한 PCM M/B를 추후 실험에 사용하였다. 또한, Carrier/상용화제의 영향을 확인하기 위해 조성을 0/100-90/10으로 변화시키면서 생산한 M/B의 특성을 Table 2에 나타내었다. 이를 통해, 용점이 낮은 상용화제 비율이 증가할수록 PCM 물질과의 균일

Table 3. Difference of PCM loading ratio according to compounding method

| Carrier/ Compatibilizer ratio(wt%) | Content of PCM (wt%) | Method (1) | | Method (2) | |
|--|----------------------------|------------------|----------|------------------|----------|
| | | Latent heat(J/g) | Yield(%) | Latent heat(J/g) | Yield(%) |
| 70/30 | 30 | 8 - 12 | 17 - 25% | 1 - 19 | 44 - 47 |
| 80/20 | 30 | 7 - 8 | 12 - 17% | 17 - 18 | 42 - 45 |
| 90/10 | 30 | - | - | 18 - 19 | 44 - 47 |

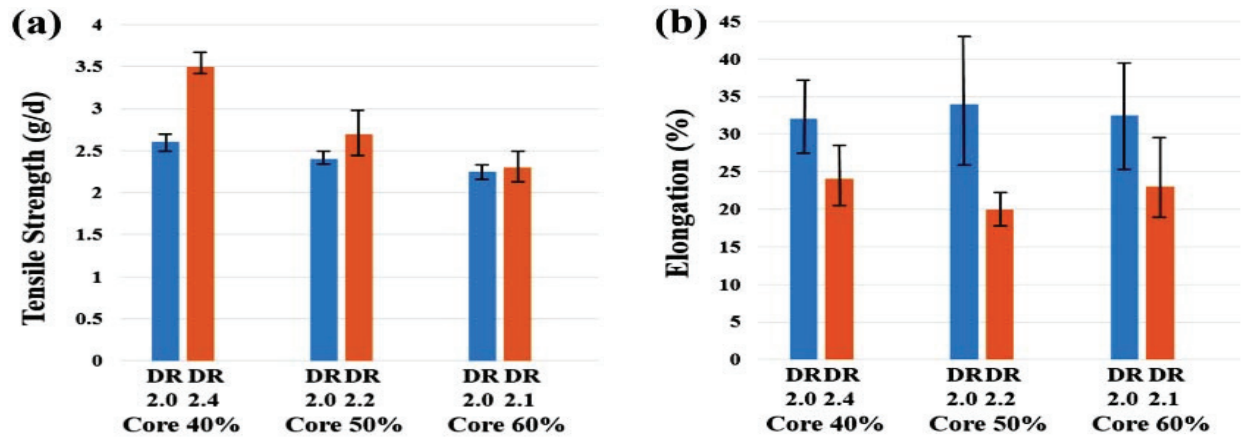


Figure 5. Changes of (a) tensile strength and (b) elongation depending on PCM rate.

혼련성은 증가하지만, cutting성 및 이송성은 불량해지는 경향을 확인하였다.

이러한 결과를 통해, 방사성을 확보할 수 있는 적정 함량범위는 Carrier 대비 10wt% 이하라는 사실을 확인하였다. 이에 상용화제 비율을 10wt%로 설정하고 이 후의 실험을 실시하였다.

3.2 PCM/Nylon sheath/core 복합섬유의 sheath/core 함량 변화에 따른 영향

PCM/Nylon sheath/core 복합섬유 방사 시, sheath/core의 함량 변화가 섬유 물성에 미치는 영향을 알아보기 위하여 sheath/core 함량비를 60/40, 50/50, 40/60으로 변화시켰으며, Figure 5에 함량비 변화에 의한 강력 및 신도의 변화를 나타내었다.

PCM/Nylon 복합섬유의 PCM 함량 증가에 따라 강력이 감소하는 경향을 보였으며, 신도는 큰 차이가 없었다. 또한, sheath성분(Nylon 6)이 증가함에 따라 연신비를 증가시킬 수 있었으며, 이에 따른

강력 향상 또한 가능성을 확인하였다.

3.3 연신속도 및 온도의 영향

미연신사 상태로 방사 완료 후, 실의 강력 향상을 위해 연신실험을 실시하였다. 130°C의 세팅 온도에서, 권취속도를 400, 600m/min으로 각각 변화시킨 후 그에 따른 연신사의 강력과 신도를 비교하였다.

Figure 6은 권취속도에 따른 강력 및 신도 변화를 나타낸 것이다. 권취속도가 낮을 경우, 동일 연신조건에서는 강력이 낮지만 최대 연신비가 더 높아지고 있다. 이러한 결과를 통하여 최대 연신후의 섬유강도는 권취속도가 낮을 때가 더 높은 경향을 보인다는 것을 확인하였다.

또한, 연신온도가 연신사의 강력에 미치는 영향을 확인하기 위하여 권취속도는 일정하게 유지하고 연신온도를 변화시켜 실험하였다. PCM 함량 50%, 연신비 2.0의 조건에서 1차 온도를 80°C, 85°C, 100°C로 설

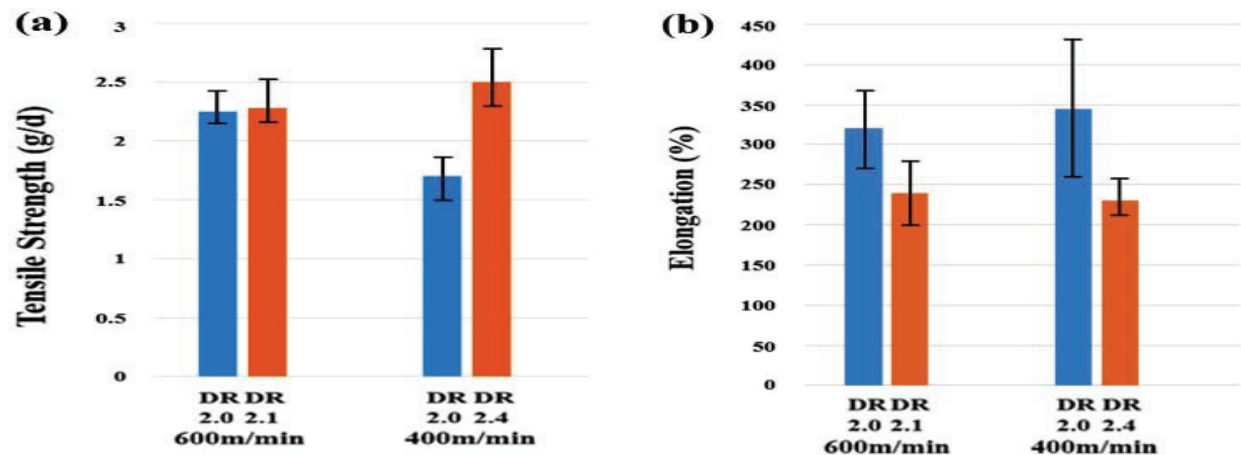


Figure 6. Changes of (a) tensile strength and (b) elongation depending on winding speed.

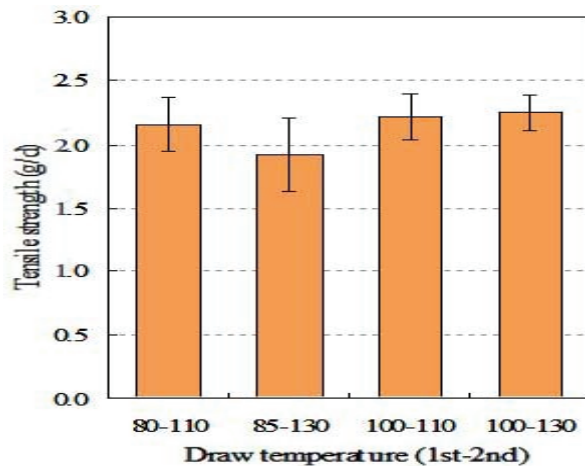


Figure 7. Changes of tensile strength according to the draw temperature.

정하고, setting 온도를 110°C, 130°C로 변화시키면서 실험을 실시하였다.

Figure 7은 연신온도에 따른 연신사의 강력 변화를 나타낸 것으로 연신온도 변화에 따른 강력 차이가 거의 없음을 보여준다. 이에 연신 후공정 조건을 고려하여 1차 연신온도를 100°C, setting 온도는 130°C로 선정하였다.

3.4 PCM 함량에 따른 PCM/Nylon 복합섬유의 잠열 변화

Core의 함량을 40%, 50%, 60%로 증가시킴으로써, 복합섬유의 잠열이 어떻게 변화하는지 관찰하고자 DSC를 이용하여 core 함량별로 10-40°C까지의 잠열값을 Figure 8에 나타내었다.

그 결과, PCM core의 함량이 증가할수록 PCM/Nylon 복합섬유의 잠열이 증가하는 경향을 확인하였다.

3.5 PCM/Nylon 복합섬유의 구조 확인

Figure 9는 PCM/Nylon 복합섬유의 DSC 분석결과이다. 32°C 부근에서 PCM 용융 피크, 160°C 부근에서는 PP 용융 피크, 225°C 부근에서 Nylon 6의 용융 피크가 관찰되었다.

분석결과를 종합해보면, 설계한 바와 같이 PCM을 함유한 PP수지가 복합사의 core 성분을 이루고 있으며, Nylon 6가 sheath로써 core 성분을 감싸고 있는 sheath/core 형태의 PCM/Nylon 복합섬유가 제조되었다는 것을 확인하였다. 또한 PCM/Nylon 복합섬유의 단면을 Figure 10에 나타내었다.

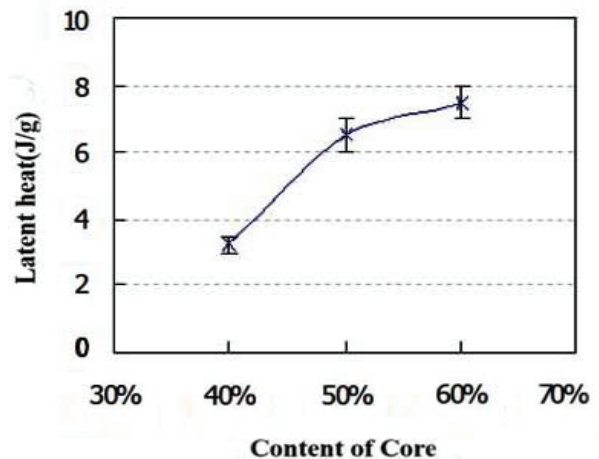


Figure 8. Changes of latent heat according to content of core in PCM/Nylon fibers.

3.6 PCM/Nylon 복합섬유 후가공 공정에서의 가공제 농도에 따른 영향

합성섬유 후가공에 있어, 중요한 영향을 미칠 것으로 판단되는 영향인자들 중, 가공제의 농도에 따른 영향을 알아보려고 하였다.

우선 온도조건은 98°C, pH 7, 가공제는 berberine chloride를 사용하였으며, 농도 범위를 1, 2, 3, 4, 5% o.w.f로 설정한 후 각각의 조건에서 후가공을 실시하였다. Berberine chloride의 농도 변화(1-5% o.w.f)에 대한 후가공결과를 측색기로 측정하였으며, CIE 1931 chromaticity diagram 및 K/S 값으로 결과를 나타내었다.

Figure 11의 CIE 1931 chromaticity diagram을 보면 berberine chloride의 농도 증가에도 불구하고, 비슷한 색도 좌표 값을 얻었다. K/S 값 역시, 차이가

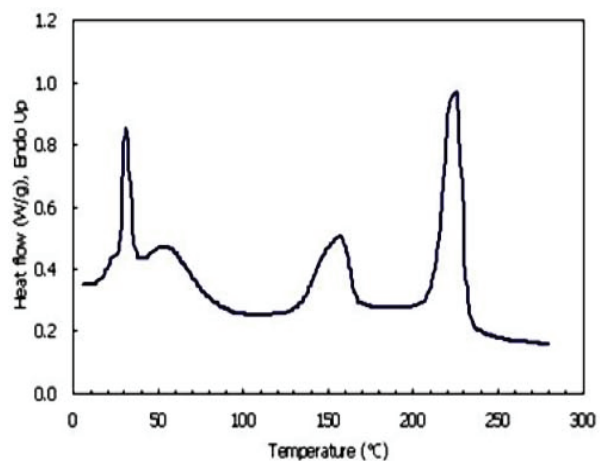


Figure 9. DSC analysis of the PCM/Nylon fiber.

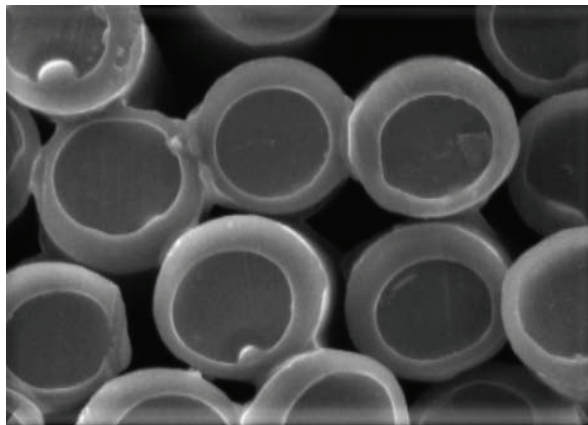
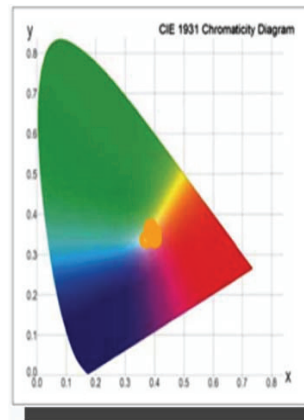


Figure 10. Sheath/core structure of PCM/Nylon fibers (magnification: 40×2000).



| Concentration (%) | K/S |
|-------------------|-------|
| 1 | 1.154 |
| 2 | 1.323 |
| 3 | 1.438 |
| 4 | 1.519 |
| 5 | 1.594 |

Figure 11. Effect of concentration for Berberine chloride on PCM/Nylon fiber.

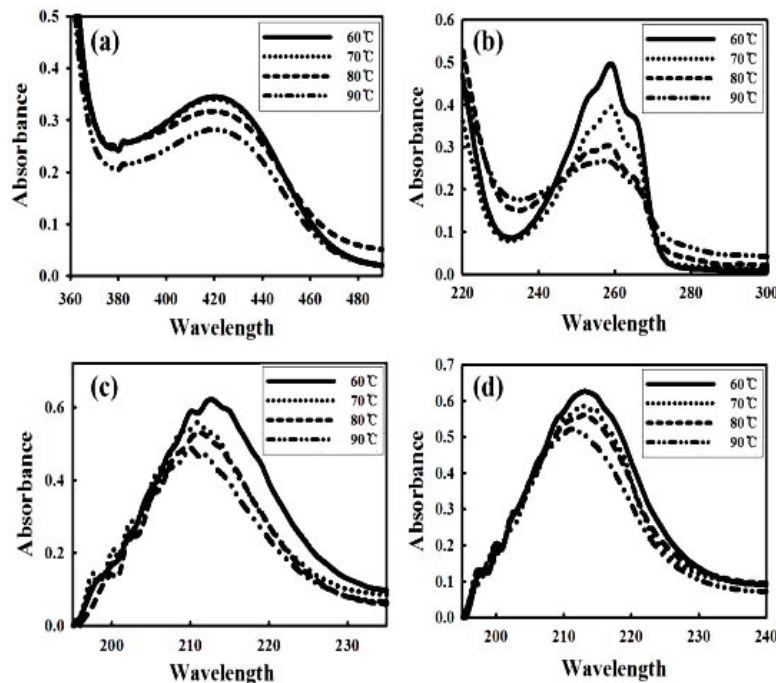
크지 않음을 확인하였다. 따라서 환경 및 경제적인 측면을 고려하여, berberine chloride 가공제를 이용한 PCM/Nylon 복합섬유 후가공은 최소한의 농도를 사용하고자 하였으며, 이에 2% o.w.f 조건으로 추후 실험을 실시하였다.

3.7 PCM/Nylon 복합섬유 후가공 공정에서의 온도에 따른 영향

후가공 공정에서 온도는 섬유소재의 후가공 특성 및 경제적 측면에서 매우 중요한 영향인자이다.

후가공 공정에서 온도는 섬유소재의 후가공 특성 및 경제적 측면에서 매우 중요한 영향인자이다. 이번 실험에서는 PCM/Nylon 복합섬유를 4가지 항균성 가공제(2% o.w.f)를 이용하여 60, 70, 80, 90°C의 온도 범위에서 60분 동안 후가공을 진행하였다. 이들 가공제에 대한 온도별 후가공 결과를 Figure 12에 나타내었다. 온도조건의 범위(60-90°C)에 따른 berberine chloride, CPC, DTAB, BDHAC 가공제들의 후가공 전/후의 흡광도 및 K/S 값을 비교하였다.

후가공 공정에서의 온도가 증가할수록 상대적으



| Antibacterial Finishing Agents | Temperature (°C) | K/S |
|--------------------------------|------------------|-------|
| (a) Berberine chloride | 60 | 0.945 |
| | 70 | 1.035 |
| | 80 | 1.062 |
| | 90 | 1.198 |
| (b) CPC | 60 | - |
| | 70 | - |
| | 80 | - |
| | 90 | - |
| (c) DTAB | 60 | - |
| | 70 | - |
| | 80 | - |
| | 90 | - |
| (d) BDHAC | 60 | - |
| | 70 | - |
| | 80 | - |
| | 90 | - |

Figure 12. Absorption spectra and K/S values of (a) Berberine chloride, (b) CPC, (c) DTAB, (d) BDHAC depending on temperature condition.

로 큰 흡광도 그래프의 차이와 K/S 값의 상승을 보였으며 이러한 결과는, 고온일수록 가공제가 섬유에 고착이 잘 되었음을 의미한다. 또한, CPC, DTAB, BDHAC는 자외선 영역의 흡수 파장대를 갖는 흰색의 가공제들이기에, 이 가공제들은 K/S 값과는 관계가 없으며, 이 후의 측색 실험들 역시 동일하게 berberine chloride만을 측정하였다.

이러한 결과를 토대로 berberine chloride, CPC, DTAB, BDHAC 가공제를 이용한 PCM/Nylon 복합섬유의 가공 최적온도는 상대적으로 보다 높은 온도와 물의 끓는점 등을 고려하여 90°C 이상의 온도로 추후 실험을 실시하였다.

3.8 PCM/Nylon 복합섬유 후가공 공정에서의 pH의 조건에 따른 영향

Berberine chloride, CPC, DTAB, BDHAC의 4가지 항균성 가공제를 이용하여, pH 조건에 따른 후가공결과를 Figure 13에 나타내었다. 후가공 전/후의 흡광도와 K/S 값을 측정해 본 결과, 4종의 항균성 가공제 모두 pH 11의 염기성 조건에서 상대적으로 전/후 차이가 큰 흡광도 값 및 K/S 값을 나타내었다.

이러한 결과를 통해, 항균성 가공제의 PCM/Nylon 복합섬유에 대한 후가공은 염기성의 조건에서 효율적인 것으로 확인하였고, 염기성 조건 하에서 추후 실험을 실시하였다.

3.9 PCM/Nylon 복합섬유 후가공 공정에서의 욕비에 대한 영향

PCM/Nylon 복합섬유의 후가공 시, 욕비에 대한 영향을 확인하고자 욕비를 40:1, 60:1, 100:1의 조건으로 하여 실험을 실시하였다.

앞선 실험의 결과를 토대로, 항균성 가공제 2% o.w.f, pH 11, 90°C 이상의 온도에서 오직 욕비만을 달리하여 후가공을 실시하였다.

Figure 14에 berberine chloride, CPC, DTAB, BDHAC의 욕비별 후가공 전/후의 흡광도 그래프 및 K/S

값을 나타내었다. 그 결과, 4종의 가공제 모두 40:1의 욕비에서 높은 K/S 값을 갖는 것을 확인하였다.

3.10 세탁견뢰도 평가

Berberine chloride 항균성 가공제로 후가공한 PCM/Nylon 복합섬유의 세탁견뢰도를 측정하고자 하였다. 다른 가공제들은 흰 색상으로 세탁견뢰도 측정에 다소 적합하지 않아, 대표적으로 berberine chloride로 가공한 시료를 의뢰하였다. 세탁견뢰도 측정은 KS K ISO 105-C06 A1S법에 의거하여 실시하였고, 세탁견뢰도 시험결과를 Table 4에 나타내었다. 전체적으로 평균 4급 이상의 우수한 세탁견뢰도 특성을 나타내는 것을 확인하였으며, 이는 가공제가 PCM/Nylon 복합섬유에 대하여 친화력을 가지고 고착이 되었음을 의미한다.

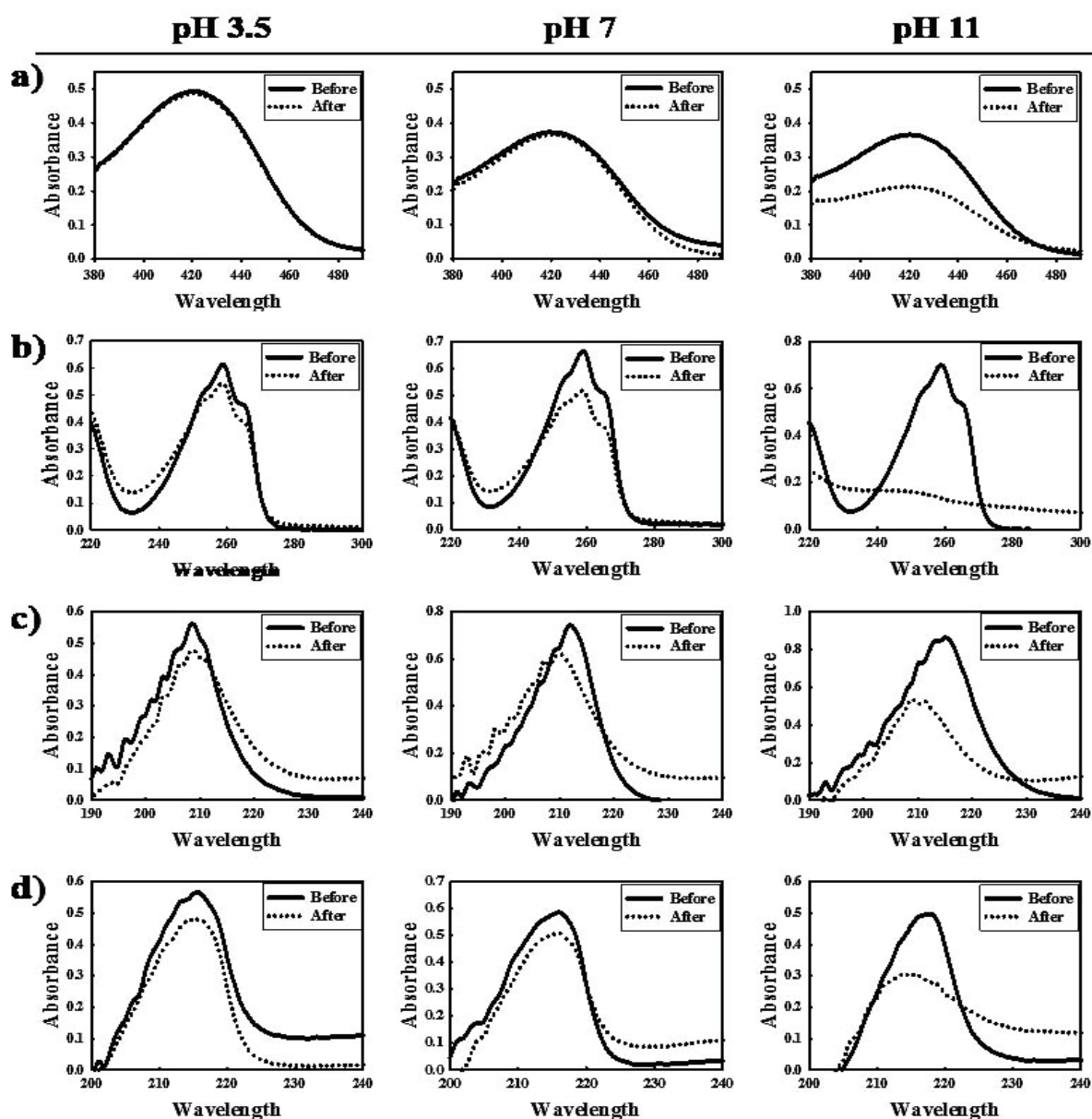
3.11 항균도 평가

일반적으로 미생물의 세포벽은 음이온으로 대전되어 있으므로, 항균성 가공제에 함유되어 있는 질소 양이온기에 미생물의 음이온기가 정전기적으로 끌려간다. 이후, 미생물의 세포벽이 질소 양이온기에 접촉함과 동시에 세포막의 인지질 극성화로 세포막 조직의 균형이 깨지면서 파괴된다. 이러한 연구결과를 토대로, PCM/Nylon 복합섬유를 김스용 안감과 베개시트 등의 제품으로 적용한 후, 항균도 측정시험을 공인시험기관에 의뢰하였다.

선행연구를 통해 이번 실험에서 사용한 4가지 항균성 가공제 모두 항균성을 가짐을 확인하였다¹⁶⁾. 이번 시험의뢰는, 앞선 실험을 통해 얻은 최적의 후가공 조건으로 진행하였으며 세탁견뢰도 평가에 사용한 berberine chloride을 제외한 나머지 가공제들 중, CPC 가공제를 사용한 시료를 시험의뢰하여 Table 5에 나타내었다. 항균도 측정시험은 *Staphylococcus aureus*와 *Klebsiella pneumoniae*에 대한 정균감소율(percent reduction of bacteria)로서 측정하였으며 그 결과, *Staphylococcus aureus*와 *Klebsiella pneumoniae*에 대해 99.99% 이상의 정균감소율을 보였다.

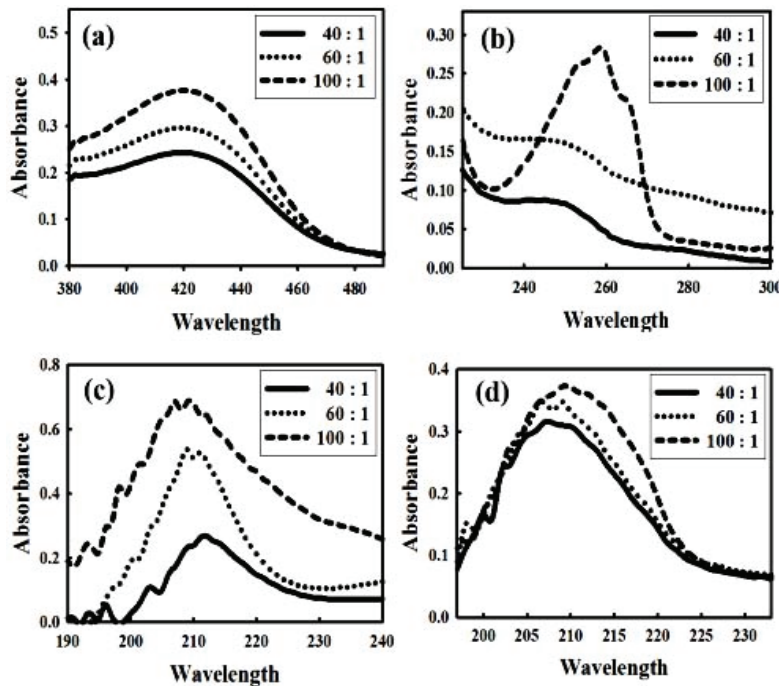
Table 4. Wash fastness assessments of PCM/Nylon fabric processed with Berberine chloride

| Sample | Change in color | Acetate | Cotton | Nylon | Polyester | Acrylic | Wool |
|-----------|-----------------|---------|--------|-------|-----------|---------|------|
| PCM/Nylon | 4-5 | 4-5 | 4-5 | 4 | 4-5 | 4-5 | 4 |



| Antibacterial finishing agents | pH | K/S |
|--------------------------------|-----|-------|
| (a) Berberine chloride | 3.5 | 0.475 |
| | 7 | 1.173 |
| | 11 | 3.055 |
| (b) CPC | 3.5 | - |
| | 7 | - |
| | 11 | - |
| (c) DTAB | 3.5 | - |
| | 7 | - |
| | 11 | - |
| (d) BDHAC | 3.5 | - |
| | 7 | - |
| | 11 | - |

Figure 13. Absorption spectra and K/S values of (a) Berberine chloride, (b) CPC, (c) DTAB (d) BDHAC according to pH conditions.



| Antibacterial finishing agents | Liquor ratio | K/S |
|--------------------------------|--------------|-------|
| (a) Berberine chloride | 40:1 | 3.264 |
| | 60:1 | 3.097 |
| | 100:1 | 2.507 |
| (b) CPC | 40:1 | - |
| | 60:1 | - |
| (c) DTAB | 40:1 | - |
| | 60:1 | - |
| | 100:1 | - |
| (d) BDHAC | 40:1 | - |
| | 60:1 | - |
| | 100:1 | - |

Figure 14. Absorption spectra and K/S values of (a) Berberine chloride, (b) CPC, (c) DTAB (d) BDHAC depending on liquor ratio.

Table 5. Antibacterial activity of PCM/Nylon fabric processed with CPC

| Sample | Bacteria reduction rate(%) | |
|-------------------|------------------------------|------------------------------|
| | <i>Staphylococcus aureus</i> | <i>Klebsiella pneumoniae</i> |
| 3D Fabric foam | 99.99 | 99.99 |
| Undercast-padding | 99.99 | 99.99 |

이 결과로 하여 후가공에 사용된 항균성 가공제가 PCM/Nylon 복합섬유에 대한 고착이 이루어졌으며, 이로 하여금 우수한 항균성을 나타냄을 확인하였다.

4. 결 론

본 실험에서는 상전이물질인 PCM을 이용하여 외부환경변화에 대한 온도조절 및 제어가 가능한 PCM/Nylon 복합섬유를 제조하였으며 DSC, 단면사진 등의 분석을 통하여 PCM core 및 Nylon sheath 구조를 확인하였다. 또한 PCM M/B (master batch) 제조공정 및 carrier/상용화제 조성이 미치는 영향, PCM 함량에 따른 잠열, 강력 및 신도의 변화에 대한 영향을 분석하였으며 연신속도 및 제조온도에

따른 특성 또한 확인하였다.

후가공 단계에서는 4종의 항균성 가공제를 이용하여 앞서 제조된 PCM/Nylon 복합섬유에 적용하였다. PCM/Nylon 복합섬유 후가공 시, 최적의 조건을 확보하고자 가공제의 농도, 온도, pH, 욱비 등의 다양한 조건에서 실험을 실시하였다. UV-Vis 분광기, 측색기를 이용하여 후가공 전/후의 흡광도 및 K/S 값들을 비교 분석하여 최적의 후가공 조건을 조사하였다.

그 결과, PCM/Nylon 복합섬유에 대한 항균성 가공제의 가공성은 상대적으로 농도 및 온도가 높을수록, pH가 염기성일수록, 욱비가 낮을수록 가공성이 향상됨을 흡광도 및 K/S 값을 통해 확인하였다. 또한, 공인시험기관에 세탁견뢰도 및 항균도 시험평가를 의뢰하였으며, 그 결과 4급 이상의 높은 세탁견뢰도 결과와 99.99% 이상의 높은 정균감소율을 확인하였다.

Acknowledgement

This research was supported by a grant from the fundamental R&D program for the core technology of industries funded by the ministry of knowledge economy, Republic of Korea.

References

1. D. W. Hong, Development of Wellness Scale for Adolescents and the Effects of Wellness Program, Ph.D. Thesis, Kyungpook National University, 2009.
2. D. K. Oh, G. W. Yang, and Y. H. Rho, Development of Intelligent Thermoregulation Textile Material for Sportswear, Proceedings of the Korean Society of Dyers and Finishers Conference, Daegu, Vol.24, No.1 p.98, 2012.
3. H. I. Kim, X. Z. Jin, H. W. Choi, and S. M. Park, Preparation of Polyurea Microcapsules Containing Phase Change Material and their Application on Fiber Composites, *Textile Coloration and Finishing (J. of Korea Soc. Dyers and Finishers)*, **19**(1), 37(2007).
4. K. Koo, J. D. Choe, J. S. Choi, E. A. Kim, and Y. M. Park, Preparation and Physical Characteristics of High-Performance Heat Storage-Release Fabrics with PCMMc: Wet Coating Process, *Textile Coloration and Finishing(J. of Korea Soc. Dyers and Finishers)*, **19**(1), 24(2007).
5. D. V. Hale, M. J. Hoover, and M. J. O'Neill, "Phase Change Materials Handbook, NASA Contractor Report NASA CR-61365", NASA Marshall Space Flight Center, Alabama, pp.25-27, 1971.
6. K. Hong and S. Park, Melamine Resin Micro-capsules Containing Fragrant Oil: Synthesis and Characterization, *Materials Chemistry and Physics*, **58**, 128(1999).
7. W. Y. Jeong and S. K. An, Physical and Mechanical Properties of Breathable Waterproof Fabrics Manufactured by Wet and Dry Coating Processes, *J. of Korean Fiber Society*, **38**(9), 460(2001).
8. K. H. Seo, S. H. Lim, J. N. Lim, Y. A. Son, M. C. Jeong, Y. J. Oh, and K. J. Min, Korea Pat. 10-2014-0120005(2014).
9. T. K. Kim, S. H. Yoon, Y. J. Lim, and Y. A. Son, Dyeability Improvement of Berberine Colorant by Electrostatic Attractive Force of a Reactive Anionic Agent, *Textile Coloration and Finishing (J. of Korea Soc. Dyers and Finishers)*, **15**(6), 47(2003).
10. H. S. Lee, Y. E. Eom, and D. O. Eom, Narrowbore High Performance Liquid Chromatography of Berberine and Palmatine in Crude Drugs and Pharmaceuticals with Ion-pair Extraction using Cobalt Thiocyanate Reagent, *J. of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*, **21**, 59(1999).
11. S. Y. Han and S. C. Choi, Antibacterial Characteristics of the Extracts of Yellow Natural Dyes, *Textile Coloration and Finishing (J. of Korea Soc. Dyers and Finishers)*, **12**(5), 315(2000).
12. T. K. Kim, S. H. Yoon, and Y. A. Son, Effect of Reactive Anionic Agent on Dyeing of Cellulosic Fibers with Berberine Colorant, *Dyes and Pigments*, **60**, 121(2004).
13. T. K. Kim and Y. A. Son, Effect of Reactive Anionic Agent on Dyeing of Cellulosic Fibers with Berberine Colorant Part 2: Anionic Agent Treatment and Antimicrobial Activity of a Berberine Dyeing, *Dyes and Pigments*, **64**, 85(2005).
14. K. Y. Nam and J. S. Lee, Dyeing Properties and Functionality of Methanol Extract from *Juniperus chinensis* Heartwood, *Textile Coloration and Finishing(J. of Korea Soc. Dyers and Finishers)*, **25**(3), 194(2013).
15. S. Y. Lee, J. S. Won, J. J. Yoo, W. G. Hahm, and S. G. Lee, Physical Properties of Recycled Polyester Yarns According to Recycling Methods, *Textile Coloration and Finishing(J. of Korea Soc. Dyers and Finishers)*, **24**(1), 91(2012).
16. Y. A. Son and G. Sun, Durable Antimicrobial Nylon 66 Fabrics: Ionic Interactions with Quaternary Ammonium Salts, *J. of Applied Polymer Science*, **90**, 2194(2003).