



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2008-0083689
 (43) 공개일자 2008년09월18일

(51) Int. Cl.
D06M 15/427 (2006.01) *D06M 15/37* (2006.01)
D06M 11/83 (2006.01) *D06M 11/00* (2006.01)
 (21) 출원번호 10-2008-7018639
 (22) 출원일자 2008년07월29일
 심사청구일자 없음
 번역문제출일자 2008년07월29일
 (86) 국제출원번호 PCT/US2006/049464
 국제출원일자 2006년12월28일
 (87) 국제공개번호 WO 2007/079167
 국제공개일자 2007년07월12일
 (30) 우선권주장
 60/755,690 2005년12월30일 미국(US)

(71) 출원인
쓰리엠 이노베이티브 프로퍼티즈 컴파니
 미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 피.오.박스 33427 쓰리엠 센터
 (72) 발명자
비제르, 래리 알.
 미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427쓰리엠 센터
플린, 리차드 엠.
 미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427쓰리엠 센터
스파운, 캐롤-린
 미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427쓰리엠 센터
 (74) 대리인
김영, 양영준

전체 청구항 수 : 총 8 항

(54) 세라믹 옥사이드 섬유

(57) 요약

본 발명은 사이징 재료를 갖는 사실상 연속적인 세라믹 옥사이드 섬유의 단선에 관한 것이다. 본 발명에 따른 단선은 예를 들어 금속 매트릭스 와이어를 만드는 데 유용하다.

특허청구의 범위

청구항 1

각각의 세라믹 옥사이드 섬유는 외측 표면을 가지며, 세라믹 옥사이드 섬유의 적어도 일부의 외측 표면의 적어도 일부는 내부에 사이징 재료를 가지고, 사이징 재료는 하기 화학식에 의해 나타내어지는 조성물을 포함하는, 사실상 연속적인 세라믹 옥사이드 섬유의 단선:



[여기서,

R'은 C_xH_{2x+1} (여기서, x는 1-8임) 또는 -H로부터 선택되며;

R은 $-(C_yH_{2y})-$ (여기서, y는 1-4임), 및

$-CH_2-O-(CH_2)_m-$ (여기서, m은 2-5임)으로 이루어진 군으로부터 선택되고;

n은 수평균 분자량이 500 g/몰 내지 7,000,000 g/몰 범위 내에 있도록 선택됨].

청구항 2

제1항에 있어서, 사실상 연속적인 세라믹 옥사이드 섬유는 결정질인 단선.

청구항 3

제1항에 있어서, 사실상 연속적인 세라믹 옥사이드 섬유는 결정질 알루미늄 섬유, 결정질 알루미늄실리케이트 섬유, 결정질 알루미늄보로실리케이트 섬유 및 그 조합으로 이루어진 군으로부터 선택되는 단선.

청구항 4

제1항에 있어서, n은 수평균 분자량이 500 g/몰 내지 3,000,000 g/몰 범위 내에 있도록 선택되는 단선.

청구항 5

제1항에 있어서, n은 수평균 분자량이 500 g/몰 내지 400,000 g/몰 범위 내에 있도록 선택되는 단선.

청구항 6

사실상 연속적인 세라믹 옥사이드 섬유 - 여기서, 각각의 세라믹 옥사이드 섬유는 외측 표면을 가진 - 의 단선을 제공하는 단계;

하기 화학식:



[여기서,

R₁'은 $C_{x1}H_{2x1+1}$ (여기서 x₁은 1-8임) 또는 -H로부터 선택되며;

R₁은 $-(C_{y1}H_{2y1})-$ (여기서 y₁은 1-4임), 및 $-CH_2-O-(CH_2)_{m1}-$ (여기서 m₁은 2-5임)로 이루어진 군으로부터 선택되고;

n은 수평균 분자량이 500 g/몰 내지 7,000,000 g/몰 범위 내에 있도록 선택됨]으로 나타내어지는 조성물을 포함하는 수성계 사이징 재료로 세라믹 옥사이드 섬유의 적어도 일부의 외측 표면의 적어도 일부분을 코팅하는 단계; 및

물의 적어도 일부분을 제거하는 단계를 포함하는, 제1항에 따른 사실상 연속적인 세라믹 옥사이드 섬유의 단선을 제공하는 방법.

청구항 7

제6항에 있어서, 수성계 사이징 재료는 용액인 방법.

청구항 8

제6항에 있어서, 수성계 사이징 재료는 에멀전인 방법.

명세서

기술분야

<1> 본 발명은 세라믹 옥사이드 섬유, 보다 구체적으로는 사이징(sizing) 재료를 포함하는 세라믹 옥사이드 섬유에 관한 것이다.

배경기술

<2> 일반적으로, 사실상 연속적인 세라믹 옥사이드 섬유가 알려져 있다. 그 예에는 미국 미네소타주 세인트폴 소재의 쓰리엠 컴퍼니(3M Company)에 의해 상표명 "넥스텔(NEXTEL) 610"으로 시판되는 것과 같은 다결정질 알루미늄 옥사이드 섬유, 쓰리엠 컴퍼니에 의해 상표명 "넥스텔 440", "넥스텔 550" 및 "넥스텔 720"으로 시판되는 것과 같은 알루미늄 실리케이트 섬유, 및 쓰리엠 컴퍼니에 의해 상표명 "넥스텔 312"로 시판되는 것과 같은 알루미늄 보로실리케이트 섬유가 포함된다. 이들 연속적인 섬유는 다양한 금속 매트릭스 복합체(예를 들어, 알루미늄 및 티타늄) 및 중합체 매트릭스 복합체(예를 들어, 에폭시)에 혼입되어 이들 복합체를 보강하고 강화시킨다.

<3> 복합체의 강도를 유지하는 것이 바람직하다. 복합체 강도는 가능한 한 적은 불연속성을 가진 연속 섬유를 가짐으로써 증가된다. 불연속체의 한 가지 공급원은 연속 섬유가 스푼(spool)로부터 풀리게 되고 섬유가 파단되거나 웨딩될(shed) 때 - 보통 "스트립 백(strip back)"으로 불림 - 일어난다. 풀림 과정 동안 생성되는 이들 불연속체를 제거, 최소화, 또는 적어도 감소시킴으로써 증가된 강도의 금속 및 중합체 매트릭스 복합체의 생성을 허용하는 것이 바람직하다.

<4> 발명의 개요

<5> 일 태양에서, 본 발명은 사실상 연속적인 내화(즉, 820°C 내지 1400°C 범위의 온도에서 그 완전성 또는 유용성을 유지함) 세라믹 옥사이드 섬유의 단선(tow)을 제공하며, 여기서 각 세라믹 옥사이드 섬유는 외측 표면을 가지고, 세라믹 옥사이드 섬유의 적어도 일부의 외측 표면의 적어도 일부는 내부에 사이징 재료를 갖는다. 사이징 재료는 하기 화학식에 의해 나타내어지는 조성물을 포함한다:



<7> 여기서, R'은 C_xH_{2x+1} (여기서, x는 1-8임) 또는 -H로부터 선택되며; R은 $-(C_yH_{2y})-$ (이는 선형 또는 분지형일 수 있음) - 여기서, y는 1-4임 - , 및 $-CH_2-O-(CH_2)_m-$ (여기서, m은 2-5임) 로 이루어진 군으로부터 선택되고; n은 수평균 분자량이 500 g/몰 내지 7,000,000 g/몰 범위에 있도록 선택된다. 전형적으로, 수평균 분자량은 500 g/몰 내지 3,000,000 g/몰 범위 내이다 (몇몇 실시 형태에서는 500 g/몰 내지 600,000 g/몰, 500 g/몰 내지 400,000 g/몰, 500 g/몰 내지 300,000 g/몰, 또는 심지어 4,000 g/몰 내지 40,000 g/몰 범위 내임). 전형적으로, 사이징 재료는 0.5 내지 10 중량% 범위의 부가 중량(add-on weight)을 제공한다.

<8> "연속 섬유"는 적어도 30미터의 길이를 갖는 섬유를 말한다. 몇몇 실시 형태에서, 내화 섬유는 결정질이다(즉, 식별가능한 X-선 분말 회절 패턴을 나타냄). 몇몇 실시 형태에서, 섬유는 적어도 50(몇몇 실시 형태에서는, 적어도 55, 60, 65, 70, 75, 80, 85, 90, 95, 96, 97, 98, 99, 또는 심지어 100) 중량%의 결정질이다. 몇몇 실시 형태에서, 내화 세라믹 옥사이드 섬유(결정질 세라믹 옥사이드 섬유 포함)는 (a) 각각의 개개의 섬유의 전체 옥사이드 함량 기준으로 적어도 40 (몇몇 실시 형태에서는, 적어도 50, 60, 65, 70, 75, 80, 85, 90, 95, 96, 97, 98, 99, 또는 심지어 100) 중량%의 Al_2O_3 , 또는 (b) 각각의 개개의 섬유의 전체 옥사이드 함량 기준으로 집합적으로 40 중량% 이하 (몇몇 실시 형태에서는, 35, 30, 25, 20, 15, 10, 5, 4, 3, 2, 1, 0.5, 0.1, 또는 심지어 0 중량% 이하)의 SiO_2 , Bi_2O_3 , B_2O_3 , P_2O_5 , GeO_2 , TeO_2 , As_2O_3 , 및 V_2O_5 중 적어도 하나를 포함한다.

<9> 사이징 재료는 윤활성을 제공하며 취급 동안 섬유 가닥을 보호하는 것으로 관찰되었다. 예를 들어, 금속 매트릭스 복합체에서의 보강과 같은 섬유의 몇몇 용도에 있어서, 사이징은 전형적으로 섬유에 금속을 적용하기 이전의 처리 동안 제거된다. 사이징은 예를 들어, 섬유로부터 사이징을 연소시킴으로써 제거될 수 있다.

발명의 상세한 설명

- <10> 적합한 내화 세라믹 옥사이드 섬유의 예는 알루미늄 섬유, 알루미늄실리케이트 섬유, 알루미늄보로레이트 섬유, 알루미늄보로실리케이트 섬유, 지르코니아-실리카 섬유, 및 그 조합을 포함한다. 적합한 결정질 내화 세라믹 옥사이드 섬유의 예는 알루미늄 섬유, 알루미늄실리케이트 섬유, 알루미늄보로레이트 섬유, 알루미늄보로실리케이트 섬유, 지르코니아-실리카 섬유, 및 그 조합을 포함한다. 적합한 비결정질, 내화 세라믹 옥사이드 섬유의 예는 알루미늄보로실리케이트 섬유, 지르코니아-실리카 섬유 및 그 조합을 포함한다. 몇몇 실시 형태에서, 섬유는 섬유의 총 부피 기준으로 적어도 40(몇몇 실시 형태에서는, 적어도 50, 60, 65, 70, 75, 80, 85, 90, 95, 96, 97, 98, 99, 또는 심지어 100) 부피%의 Al_2O_3 를 포함하는 것이 바람직하다. 몇몇 실시 형태에서, 섬유는 섬유의 총 부피 기준으로 40 내지 70(몇몇 실시 형태에서는, 55 내지 70, 또는 심지어 55 내지 65) 부피% 범위의 Al_2O_3 를 포함하는 것이 바람직하다.
- <11> 부분 결정질 섬유는 결정질 세라믹과 비결정질 상의 혼합물을 포함할 수 있다(즉, 섬유는 결정질 세라믹 및 비결정질 상 둘 모두를 함유할 수 있음). 전형적으로, 연속 세라믹 섬유는 평균 섬유 직경이 적어도 약 5 마이크로미터, 더욱 전형적으로는 약 5 마이크로미터 내지 약 20 마이크로미터 범위, 몇몇 실시 형태에서는 약 5 마이크로미터 내지 약 15 마이크로미터 범위이다.
- <12> 알루미늄 섬유는 예를 들어, 미국 특허 제4,954,462호(우드(Wood) 등) 및 미국 특허 제5,185,299호(우드 등)에 개시된다. 몇몇 실시 형태에서, 알루미늄 섬유는 다결정질 알파 알루미늄 섬유이며, 이론적 옥사이드 기준으로, 알루미늄 섬유의 총 중량 기준으로 99 중량%보다 많은 Al_2O_3 및 0.2-0.5 중량%의 SiO_2 를 포함한다. 다른 태양에서, 몇몇 바람직한 다결정질 알파 알루미늄 섬유는 1 마이크로미터 미만의(또는 몇몇 실시 형태에서는, 심지어 0.5 마이크로미터 미만의) 평균 그레인(grain) 크기를 갖는 알파 알루미늄을 포함한다. 다른 태양에서, 몇몇 실시 형태에서는, 다결정질 알파 알루미늄 섬유는 미국 특허 제6,460,597호(맥컬로우(McCullough) 등)에 개시된 인장 강도 시험에 따라 측정할 때, 적어도 1.6 GPa (몇몇 실시 형태에서는, 적어도 2.1 GPa, 또는 심지어 적어도 2.8 GPa)의 평균 인장 강도를 갖는다. 예시적인 알파 알루미늄 섬유는 미국 미네소타주 세인트폴 소재의 쓰리엠 컴퍼니에 의해 상표명 "넥스텔 610"으로 시판된다.
- <13> 알루미늄실리케이트 섬유는 예를 들어, 미국 특허 제4,047,965(칼스트(Karst) 등)에 개시된다. 예시적인 알루미늄실리케이트 섬유는 미국 미네소타주 세인트폴 소재의 쓰리엠 컴퍼니에 의해 상표명 "넥스텔 440", "넥스텔 550", 및 "넥스텔 720"으로 시판된다.
- <14> 알루미늄보로레이트 및 알루미늄보로실리케이트 섬유는 예를 들어, 미국 특허 제3,795,524호(소우맨(Sowman))에 개시된다. 예시적인 알루미늄보로실리케이트 섬유는 쓰리엠 컴퍼니에 의해 상표명 "넥스텔 312"로 시판된다.
- <15> 지르코니아-실리카 섬유는 예를 들어, 미국 특허 제3,709,706호(소우맨)에 개시된다.
- <16> 단선은 섬유 분야에서 알려져 있으며, 전형적으로 일반적으로 꼬이지 않은(untwisted) 복수의 (개별) 섬유(전형적으로 적어도 100개의 섬유, 더욱 전형적으로는 적어도 400개의 섬유)를 포함한다. 몇몇 실시 형태에서, 단선은 단선 당 적어도 780개의 개별 섬유를, 그리고 몇몇 경우에는, 단선 당 적어도 2600개의 개별 섬유, 또는 단선 당 적어도 5200개의 개별 섬유를 포함한다. 다양한 세라믹 섬유의 단선은 300 미터, 500 미터, 750 미터, 1000 미터, 1500 미터, 및 그 이상의 길이를 비롯한 다양한 길이로 입수가 가능하다. 섬유는 원형, 타원형, 또는 도그본형(dogbone)인 단면 형상을 가질 수도 있다.
- <17> 본 발명에 따른 단선(들)은 하기 단계를 포함하는 방법에 의해 제조될 수 있다:
- <18> 사실상 연속적인 세라믹 옥사이드 섬유 - 여기서, 각각의 세라믹 옥사이드 섬유는 외측 표면을 가짐 - 의 단선을 제공하는 단계;
- <19> 상기 세라믹 옥사이드 섬유의 적어도 일부의 외측 표면의 적어도 일부분을 수성계 사이징 재료로 코팅하는 단계; 및
- <20> 물의 적어도 일부분을 제거하는 단계. 수성계 사이징 재료는 하기 화학식에 의해 나타내어지는 조성물을 포함한다:
- <21> $R'O-(RO)_n - H$

- <22> 여기서, R'은 C_xH_{2x+1} (여기서, x는 1-8임) 또는 -H로부터 선택되며; R은 $-(C_yH_{2y})-$ (여기서, y는 1-4임), 및 $-CH_2-O-(CH_2)_m-$ (여기서, m은 2-5임)로 이루어진 군으로부터 선택되고; n은 수평균 분자량이 500 g/몰 내지 7,000,000 g/몰 범위에 있도록 선택된다. 전형적으로, 수평균 분자량은 500 g/몰 내지 3,000,000 g/몰범위 내이다(몇몇 실시 형태에서는 500 g/몰 내지 600,000 g/몰, 500 g/몰 내지 400,000 g/몰, 500 g/몰 내지 300,000 g/몰, 또는 심지어 4,000 g/몰 내지 40,000 g/몰 범위 내임).
- <23> 적합한 사이징 재료는 폴리(테트라메틸렌 옥사이드)(예를 들어, 미국 캔자스주 위치타 소재의 인비스타 (Invista)로부터 상표명 "테라탄(TERATHANE) 2900"(수평균 분자량: 2,900 g/몰)으로 입수가가능), 폴리에틸렌 글리콜(예를 들어, 독일 프랑크푸르트 소재의 클래리언트 게엠베하 평셔널 케미칼스 디비전(Clariant GmbH Functional Chemicals Division)으로부터 상표명 "폴리글리콜(POLYGLYKOL) 35000"(수평균 분자량: 35,000 g/몰), "폴리글리콜 20000" (수평균 분자량: 20,000 g/몰), "폴리글리콜 4000S" (수평균 분자량: 4000 g/몰), "폴리글리콜 8000S" (수평균 분자량: 8000 g/몰), "폴리글리콜 1500S" (수평균 분자량: 1500 g/몰)로 입수가가능), 및 높은 수평균 분자량의 폴리에틸렌 옥사이드 물질(예를 들어, 미국 미시간주 미들랜드 소재의 다우 케미칼(Dow Chemical)로부터 상표명 "폴리옥스(POLYOX) WSR N-3000" (수평균 분자량: 400,000 g/몰), "폴리옥스 WSR N-750" (수평균 분자량: 300,000 g/몰) 및 폴리옥스 WSR-301" (수평균 분자량: 4,000,000 g/몰)로 입수가가능)를 포함한다.
- <24> 폴리(에틸렌 글리콜)과 같은 수용성 사이징 재료는 물에 용해되어 수성계 사이징 재료를 제공할 수도 있다. 수성계 사이징 재료 중 수용성 사이징 재료의 농도는 원하는 대로 선택될 수 있다. 전형적으로, 그러한 수성계 사이징 재료는 수용성 사이징 재료와 물을 조합하여, 중량 기준으로 1 내지 30% 범위, 몇몇 실시 형태에서는 1 내지 10 % 범위의 수용성 사이징 재료를 포함하는 수성계 사이징 재료를 제공함으로써 제조된다.
- <25> 물에 용해성이 아닌 재료를 이용할 때 (예를 들어, 폴리(테트라메틸렌 옥사이드)), 수성계 사이징 재료는 유화된다. 그러한 에멀전은 계면활성제를 사용하여 제조될 수 있다. 전형적으로, 에멀전을 제조하기 위해 이용되는 계면활성제의 양은 유화될 재료의 중량 기준으로 0.5 내지 10% 범위이지만, 이 범위 밖의 계면활성제의 양이 또한 유용할 수도 있다. 전형적으로, 에멀전은 고체가 5 내지 50 중량% 범위 내이다. 에멀전의 고체 퍼센트가 원하는 것보다 높으면, 이것을 물로 희석시킬 수 있다.
- <26> 일반적으로 사이징 재료는 (a) 단선 형태의 섬유를 응집성 다발(cohesive bundle)로 접합시키기에 충분한 강도, (b) 섬유/단선이 설비 및 실 유도 장치(thread guide)에 접촉하지 않고 원활성을 가져서 취급 동안 단선과 접촉하는 표면에 대한 마찰 및 접착이 감소되도록 하는 우수한 윤활/해제 특성, 및 (c) 상대적으로 낮거나 적당한 온도(예를 들어, 700°C)에서 섬유에 잔류물(예를 들어, 탄소-함유 잔류물)을 남기지 않고 신속하게 산화되는 능력을 제공하는 것으로 당업계에서 관찰되었다. 후자는 금속 매트릭스 와이어 제조 방법의 실시 형태에서 특히 바람직하며, 여기서 사이징 재료는 전형적으로 상대적으로 낮거나 온건한 온도에서 단선을 가열시킴으로써 상대적으로 짧은 기간(예를 들어, 30초 미만) 내에 용이하게 제거된다. 사이징 재료의 제거는 사이징 재료가 산화되고 있는 영역 내로 산화 가스(예를 들어, 공기)를 펌핑함으로써 향상된다. 산화 가스의 원하는 유량은 특정 상황(예를 들어, 특정 사이징 재료, 사이징 재료의 양, 섬유 속도, 온도, 열구역의 길이 등)에 의존하겠지만, 예시적인 유량은 약 5 리터/분 내지 약 10 리터/분 범위의 유량을 포함한다.
- <27> 또한, 본 발명에 대해 특정된 사이징 재료는 섬유가 소결로에서 배출될 때 섬유에 사이징 재료를 적용시키는 것을 포함하여, 효과적으로 섬유(예를 들어, 약 15°C-200°C 범위의 온도의 섬유)에 적용될 수 있다.
- <28> 본 발명에 따른 단선은 예를 들어, 금속 매트릭스 복합 와이어를 제조하는 데 유용하다. 예시적인 금속 매트릭스 재료는 알루미늄, 아연, 주석, 마그네슘, 및 그 합금(예를 들어, 알루미늄과 구리의 합금)을 포함한다. 금속 매트릭스 복합 와이어를 제조하는 기술은 당업계에 알려져 있으며, 예를 들어, 미국 특허 제5,501,906호(데브(Deve)), 미국 특허 제6,180,232호(맥컬로우 등), 미국 특허 제6,245,425호(맥컬로우 등), 미국 특허 제6,336,495호(맥컬로우 등), 미국 특허 제6,544,645호(맥컬로우 등), 미국 특허 제6,447,927호(맥컬로우 등), 미국 특허 제6,460,597호(맥컬로우 등), 미국 특허 제6,329,056호(데브 등), 미국 특허 제6,344,270호(맥컬로우 등), 미국 특허 제6,485,796호(카펜터(Carpenter) 등), 미국 특허 제6,559,385호(존슨(Johnson) 등), 미국 특허 제6,796,365호 (맥컬로우 등), 미국 특허 제6,723,451호(맥컬로우 등) 및 미국 특허 제6,692,842호(맥컬로우 등) 및 미국 특허 제6,913,838호(맥컬로우 등); 2003년 3월 31일자로 출원된 미국 특허 출원 제10/403,643호, 2004년 2월 13일자로 출원된 미국 특허 공개 제2005-0178000-A1호, 2004년 2월 13일자로 출원된 미국 특허 공개 제2005-0181228-A1호, 2004년 6월 17일에 출원된 미국 공개 제 2005-0279526-A1호, 2004년 6월 17일자로 출원

된 미국 특허 공개 제2005-0279527-A1호, 및 미국 특허 제7,093,416호에서 논의된 것들을 포함한다.

- <29> 본 발명에 따라 사이징된 섬유로 만들어진 금속 매트릭스 복합 와이어의 실시 형태는 본 발명에서 이용되는 사이징 재료를 포함하지 않는 섬유(다른 사이징 재료로 사이징된 섬유 포함)로 만든 금속 매트릭스 복합 와이어와 비교하여 더 강한(예를 들어, 약 2-8%) 것으로 관찰되었다.
- <30> 본 발명의 이점 및 실시 형태들은 하기 실시예에 의해 추가로 예시되지만, 이들 실시예에 인용된 특정 물질 및 그 양뿐만 아니라 기타 조건 및 상세 사항도 본 발명을 부당하게 제한하는 것으로 해석되어서는 안된다. 모든 부 및 백분율은 달리 표시되지 않으면 중량 기준이다.

실시예

- <31> 실시예 1
- <32> 52.2 kg (115 lbs.) 의 고휘 폴리(테트라메틸렌 옥사이드) (2900 g/몰의 수평균 분자량; 미국 캔자스주 위치타 소재의 인비스타로부터 상표명 "테라탄 2900"으로 입수함)를 60°C (140°F) 로 가열된 오븐에 하룻밤 두어 용융시켰다. 교반기를 구비한 284 리터(75 갤런)의, 유리 라이닝된 물 재킷형(water-jacketed) 수용기를 60°C (140°F)로 만들었다. 교반기를 80 rpm으로 설정하고, 용융 폴리(테트라메틸렌 옥사이드) ("테라탄 2900")로 반응기를 충전시켰다. 이어서, 52.2 kg (115 lbs.)의 에틸 아세테이트(미국 위스콘신주 밀워키 소재의 시그마-알드리치(Sigma-Aldrich)로부터 입수함)를 반응기에 첨가하고, 이어서 8.7 kg (19.1 lbs.)의 옥타데실메틸(폴리옥시에틸렌[15]) 암모늄 클로라이드(미국 일리노이주 시카고 소재의 악조 노벨(Akzo Nobel)로부터 상표명 "에토쿠아드(ETHOQUAD) 18/25"로 입수함)를 첨가하였다.
- <33> 교반기(80 rpm)를 구비한 두 번째의 284 리터(75 갤런)의 유리 라이닝된 물 재킷형 반응기를 60°C (140°F)로 만들었다. 0.2 마이크로미터 필터(미국 미네소타주 미니아폴리스 소재의 씨.씨.데이 컴퍼니(C.C.Day Co.)로부터 입수함; 부품 번호 25-10110-002-01-WG)를 통해 여과된 114 kg (253 lb)의 탈이온수를 반응기에 첨가하였다. 교반기 속도를 100 rpm으로 증가시켰다. 반응기와 수용기 둘 모두의 온도가 60°C (140°F)가 되면, 수용기에 대한 질소 압력을 증가시켜 첫 번째 반응기로부터의 내용물이 두 번째 반응기로 유동하도록 하였다.
- <34> 2단계 균질기(타입70-M-310-TBS; 미국 매사추세츠주 에버렛 소재의 맨톤-가우린 매뉴팩처링 컴퍼니(Manton-Gaulin Manufacturing Co.)로부터 입수함; 탈이온수로 플러싱함)의 물 유입구 연결부를 튜브와 0.2 마이크로미터 필터(씨.씨. 데이 컴퍼니로부터 입수함; 부품 번호 25-10110-002-01-WG)를 이용하여 균질기의 유입구에 부착시켰다. 25 마이크로미터 필터 카트리지(씨.씨.데이 컴퍼니로부터 입수함; 부품 번호 -25-RYA10T)를 반응기의 유출구와 균질기의 유입구 연결부 사이에 부착하였다. 균질기의 작동 압력을 20.7 MPa (3000 psig)로 설정하고, 혼합물을 20.7 MPa (3000 psig)로 펌핑하였다. 일단 균질기로부터의 산출물이 고체가 전혀 없는 청백색 에멀전이면, 이 산출물을 폴리에틸렌 라이너를 가진 208 리터 (55 갤런) 드럼 내로 향하게 하였다.
- <35> 청백색 에멀전을 두 번째로 균질기를 통과시키고, 산출물을 다시 폴리에틸렌 라이너를 가진 208 리터 (55 갤런) 드럼 내로 향하게 하였다. 첫 번째 반응기에 응축물 디칸터(decanter)를 장착하고, 이를 탈이온수로 플러싱하고 세정한 후, 청백색 에멀전을 (청결한) 반응기 내로 충전시켰다. 교반기를 60 rpm으로 만들고, 재킷 온도를 38°C (100°F)로 설정하였다. 이어서, 반응기를 밀폐하고 내용물에 진공 (8 kPa (60 mm Hg))을 걸었다. 에틸 아세테이트 증류물을 디칸터에 수집하면서, 진공을 서서히 5.3 kPa (40 mm Hg)로 증가시켜 과다한 발포를 최소화시켰다. 45.4 kg (100 lbs.)의 에틸 아세테이트가 수집되었을 때, 증류를 종료시키고, 반응기를 21°C (70°F)로 냉각시키고, 생성된 에멀전을 25마이크로미터 카트리지 필터(씨.씨.데이 컴퍼니로부터 입수함; 부품 번호 SWF-25-RYA10T)를 통해 19 리터 (5 갤런)의 폴리에틸렌 라이닝된 통 내로 배출시키고, 뚜껑을 덮었다.
- <36> 생성된 에멀전을 하기 절차에 따라 코팅 스테이션을 이용하여 알파 알루미나 섬유(10,000 데니어; 미국 미네소타주 세인트폴 소재의 쓰리엠 컴퍼니에 의해 상표명 "넥스텔 세라믹 옥사이드 파이버(CERAMIC OXIDE FIBER) 610"*으로 시판됨)의 단선에 코팅하였다. 상기에 설명한 바와 같이 "테라탄 2900" 에멀전을 탈이온수를 이용하여 5% "테라탄 2900" 에멀전으로 희석하고, 코팅 스테이션의 사이징 트레이 내에 두었다. 사이징 물을 코팅 트레이에 침지시켜 에멀전을 취한다. 단선을 사이징 물에 34.7 m/분 (114 ft/분)의 속도로 통과시켜 사이징을 하나의 섬유 단선에 코팅시켰다. 사이징 적용 물의 속도는 1.5%의 사이징 순 코팅 중량을 제공하도록 설정하였다. 코팅된 섬유 단선을 건조 캔(100°C로 가열된 15 cm (6 인치) 직경의 크롬-코팅된 강철 물) 주위에 12회 감고, 이어서 판지 실린더 상에 권취하였다.
- <37> [* 이용한 섬유는 에멀전 적용 이전에 언사이징(unsized)하였다. 쓰리엠에 의해 시판되는 섬유는 전형적으로 그

위에 사이징을 보유한 채 판매된다. 그러한 사이징은 전형적으로 섬유를 5분 동안 적어도 700℃로 가열함으로써 제거할 수 있다.]

<38> 섬유 단선에 적용된 사이징의 양은 사이징된 단선의 1 미터(3 ft) 조각을 칭량하고($w_{\text{초기}}$), 사이징된 단선 조각을 5분간 700℃ 노에 두고, 노로부터 샘플을 꺼내고, 실온으로 냉각시키고, 이어서 샘플을 재칭량($w_{\text{최종}}$)함으로써 결정하였다. 적용된 사이징의 중량% (S_w)를 하기 식을 이용하여 계산하였다:

$$S_w = \frac{(w_{\text{초기}} - w_{\text{최종}})}{w_{\text{초기}}} \times 100$$

<39>

<40> 건조된 사이징 재료의 부가 중량은 약 2 중량%였다. 사이징 재료는 깨끗하게 섬유에서 연소 제거된 것으로 시각적으로 관찰되었다.

<41> 실시예 2

<42> 4 리터 (1 갤런) 유리 단지에 2858 그램의 탈이온수를 충전시켰다. 카울 블레이드 믹서(Cowl's blade mixer)를 장착한 오버헤드 믹서를 유리 단지 내로 삽입하고, 500 rpm이 되게 하고, 150 그램의 폴리에틸렌 글리콜 (300,000 g/몰의 수평균 분자량; 미국 미시간주 미들랜드 소재의 다우 케미칼로부터 상표명 "폴리옥스 WSR N-750"으로 입수함)을 카울 블레이드에 의해 생성된 와동에서 서서히 (약 30분에 걸쳐) 첨가하였다. 생성된 혼합물을 약 60 시간 동안 플랫폼 셰이커 테이블(platform shaker table)(미국 뉴저지주 에디슨 소재의 뉴 브런스윅 사이언티픽 컴퍼니 인크.(New Brunswick Scientific Co. Inc.)로부터 상표명 "이노바(INNOVA) 2000"으로 입수함) 상에 두었다.

<43> 생성된 용액을 실시예 1에 설명된 바와 같이 알루미늄 섬유 단선 상에 코팅하였다. 건조된 사이징 재료의 부가 중량은 약 1 중량%였다. 사이징 재료는 깨끗하게 섬유에서 연소 제거된 것으로 시각적으로 관찰되었다.

<44> 실시예 3

<45> 실시예 3은 3 그램의 폴리에틸렌 글리콜(1500 g/몰 수평균 분자량; 미국 위스콘신주 밀워키 소재의 시그마-알드리치로부터 상표명 "PEG 1500"으로 입수함)을 폴리에틸렌 글리콜 전에 탈이온수에 첨가한 것을 제외하고는 실시예 2에 설명한 바와 같이 제조하였다.

<46> 생성된 용액을 실시예 1에 설명된 바와 같이 알루미늄 섬유 단선 상에 코팅하였다. 건조된 사이징 재료의 부가 중량은 약 1.5 중량%였다. 사이징 재료는 깨끗하게 섬유에서 연소 제거된 것으로 시각적으로 관찰되었다.

<47> 실시예 4

<48> 실시예 4는 150 그램의 폴리에틸렌 글리콜(20,000 g/몰의 수평균 분자량; 시그마-알드리치로부터 상표명 "PEG 20,000"으로 입수함)을 폴리에틸렌 글리콜 대신 사용하였음을 제외하고는 실시예 2에 설명한 바와 같이 제조하였다. 생성된 물질은 투명한 용액이었다.

<49> 생성된 용액을 실시예 1에 설명된 바와 같이 알루미늄 섬유 단선 상에 코팅하였다. 건조된 사이징 재료의 부가 중량은 약 1 중량%였다. 사이징 재료는 깨끗하게 섬유에서 연소 제거된 것으로 시각적으로 관찰되었다.

<50> 실시예 5

<51> 3.8 리터 (1 갤런) 유리 단지에 2850 그램의 탈이온수를 충전시켰다. 카울 블레이드 믹서를 구비한 오버헤드 믹서를 유리 단지 내로 삽입하고, 500 rpm으로 만들고, 150 그램의 폴리에틸렌 글리콜(35,000 g/몰의 수평균 분자량; 미국 노스캐롤라이나주 마운트 홀리 소재의 클래리언트 코포레이션으로부터 상표명 "폴리글리콜 35000"으로 입수함)을 카울 블레이드에 의해 생성된 와동에서 서서히(약 10분에 걸쳐) 첨가하였다. 생성된 물질은 투명한 무색 용액이었다.

<52> 생성된 용액을 희석시키고, 실시예 1에 설명된 바와 같이 알루미늄 섬유 단선 상에 코팅하였다. 건조된 사이징 재료의 부가 중량은 약 1 중량%였다. 사이징 재료는 깨끗하게 섬유에서 연소 제거된 것으로 시각적으로 관찰되었다.

<53> 실시예 6

<54> 6 리터 스테인레스강 비이커에 2970 그램의 탈이온수를 충전시키고, 믹서(미국 뉴욕주 하우포즈 소재의 찰스 로스 앤드 선 컴퍼니(Charles Ross & Son Co.)로부터 상표명 "로스 믹서 에멀시파이어(ROSS MIXER EMULSIFIER)"

로 입수된 모델 # ME100L)를 비이커 내로 삽입하였다. 믹서를 5000 rpm으로 만들고, 30 그램의 폴리에틸렌 글리콜(4,000,000 g/몰의 수평균 분자량; 다우 케미칼로부터 상표명 "폴리옥스 WSR-301"로 입수함)을 물에 서서히(약 15분에 걸쳐) 첨가하였다. 생성된 혼합물을 웨이커 테이블(실시예 2 참고; 125 rpm) 상에 12시간 동안 두었다.

<55> 생성된 용액을 실시예 1에 설명된 바와 같이 알루미늄아 섹슈의 단선 상에 코팅하였다. 건조된 사이징 재료의 부가 중량은 약 1.5 중량%였다. 사이징 재료는 깨끗하게 섹슈에서 연소 제거된 것으로 시각적으로 관찰되었다.

<56> 실시예 7

<57> 6 리터 스테인레스강 비이커에 2985 그램의 탈이온수를 충전시켰다. 카울 블레이드 믹서를 구비한 오버헤드 믹서를 유리 단지 내로 삽입하고, 500 rpm으로 만들고, 15 그램의 폴리에틸렌 글리콜(7,000,000 g/몰의 수평균 분자량; 다우 케미칼로부터 상표명 "폴리옥스 WSR-303"으로 입수함)을 물에 서서히(약 30분에 걸쳐) 첨가하였다. 생성된 혼합물을 웨이커 테이블(실시예 2 참고; 125 rpm) 상에 12시간 동안 두었다.

<58> 생성된 용액을 실시예 1에 설명된 바와 같이 알루미늄아 섹슈의 단선 상에 코팅하였다. 건조된 사이징 재료의 부가 중량은 약 2 중량%였다. 사이징 재료는 깨끗하게 섹슈에서 연소 제거된 것으로 시각적으로 관찰되었다.

<59> 실시예 8

<60> 6 리터 스테인레스강 비이커에 2850 그램의 탈이온수를 충전시키고 로스(Ross) 스크린 헤드를 구비한 믹서("로스 믹서 에멀시파이어")를 비이커 내로 삽입하였다. 믹서를 5000 rpm으로 만들고, 물을 약 60°C로 가열하고, 30 그램의 폴리에틸렌 글리콜("폴리옥스 WSR N-750")을 물에 서서히(약 15분에 걸쳐) 첨가하였다. 생성된 혼합물을 통상적인 롤러 테이블(약 40 rpm)에 12시간 동안 두어, 흐린 용액을 얻었다.

<61> 생성된 용액을 실시예 1에 설명된 바와 같이 알루미늄아 섹슈의 단선 상에 코팅하였다. 건조된 사이징 재료의 부가 중량은 약 1.3 중량%였다. 사이징 재료는 깨끗하게 섹슈에서 연소 제거된 것으로 시각적으로 관찰되었다.

<62> 실시예 9

<63> 6 리터 스테인레스강 비이커에 2850 그램의 탈이온수를 충전시키고 로스(Ross) 분산 블레이드를 구비한 믹서("로스 믹서 에멀시파이어")를 비이커 내로 삽입하였다. 믹서를 5000 rpm으로 만들고, 150 그램의 폴리에틸렌 글리콜(400,000의 수평균 분자량; 다우 케미칼로부터 상표명 "폴리옥스 WSR N-3000"으로 입수함)을 물에 서서히(약 30분에 걸쳐) 첨가하였다. 이것에 의해 투명한 용액이 생성되었다.

<64> 생성된 용액을 실시예 1에 설명된 바와 같이 알루미늄아 섹슈의 단선 상에 코팅하였다. 건조된 사이징 재료의 부가 중량은 약 1.5 중량%였다. 사이징 재료는 깨끗하게 섹슈에서 연소 제거된 것으로 시각적으로 관찰되었다.

<65> 실시예 10

<66> 실시예 10은, 폴리에틸렌 글리콜(4000 g/몰의 수평균 분자량; 클래리언트 코포레이션으로부터 상표명 "폴리글리콜 4000S"로 입수함)을 "PEG 1500" 폴리에틸렌 글리콜 대신 탈이온수에 첨가한 것을 제외하고는 실시예 3에 설명된 바와 같이 제조하였다.

<67> 생성된 용액을 실시예 1에 설명된 바와 같이 알루미늄아 섹슈의 단선 상에 코팅하였다. 건조된 사이징 재료의 부가 중량은 약 1.3 중량%였다. 사이징 재료는 깨끗하게 섹슈에서 연소 제거된 것으로 시각적으로 관찰되었다.

<68> 실시예 11

<69> 실시예 11은, 폴리에틸렌 글리콜(8000 g/몰의 수평균 분자량; 클래리언트 코포레이션으로부터 상표명 "폴리글리콜 8000S"로 입수함)을 "폴리글리콜 4000S" 폴리에틸렌 글리콜 대신 탈이온수에 첨가한 것을 제외하고는 실시예 10에 설명된 바와 같이 제조하였다.

<70> 생성된 용액을 실시예 1에 설명된 바와 같이 알루미늄아 섹슈의 단선 상에 코팅하였다. 건조된 사이징 재료의 부가 중량은 약 2 중량%였다. 사이징 재료는 깨끗하게 섹슈에서 연소 제거된 것으로 시각적으로 관찰되었다.

<71> 실시예 12

<72> 실시예 12는 147 그램의 "폴리옥스 WSR N-750" 및 3.02 그램의 "PEG-1500"을 150 그램의 "폴리옥스 WSR N-750" 폴리에틸렌 글리콜 대신 탈이온수에 첨가한 것을 제외하고는 실시예 2에 설명된 바와 같이 제조하였다. 건조된 사이징 재료의 부가 중량은 약 1.2 중량%였다. 사이징 재료는 깨끗하게 섹슈에서 연소 제거된 것으로 시각적

으로 관찰되었다.

<73>

본 발명의 다양한 변형 및 변경은 본 발명의 범주 및 사상으로부터 벗어남이 없이 당업자에게 명백하게 될 것이며, 본 발명이 본 명세서에 나타낸 예시적인 실시 형태들로 부당하게 한정되지 않음을 이해하여야 한다.