



(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2015년08월26일

(11) 등록번호 10-1547710

(24) 등록일자 2015년08월20일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

F01N 3/021 (2006.01) *B01D 39/00* (2006.01)

B01D 53/94 (2006.01) *F01N 3/28* (2006.01)

(21) 출원번호 10-2010-7000367

(22) 출원일자(국제) 2008년05월19일

심사청구일자 2013년04월05일

(85) 번역문제출일자 2010년01월08일

(65) 공개번호 10-2010-0041756

(43) 공개일자 2010년04월22일

(86) 국제출원번호 PCT/US2008/064091

(87) 국제공개번호 WO 2008/156942

국제공개일자 2008년12월24일

(30) 우선권주장

60/943,688 2007년06월13일 미국(US)

60/992,449 2007년12월05일 미국(US)

(56) 선행기술조사문헌

KR100540028 B1

JP07041376 A

(73) 특허권자

쓰리엠 이노베이티브 프로퍼티즈 컴파니

미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 피.오.박스 33427 쓰리엠 센터

(72) 발명자

디에츠 피터 터

미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427 쓰리엠 센터

만다나스 마이클 패트릭 엠

미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427 쓰리엠 센터

(74) 대리인

양영준, 김영

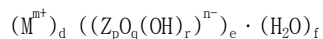
전체 청구항 수 : 총 4 항

심사관 : 함중현

(54) 발명의 명칭 내침식성 장작 재료와 그 제조 및 사용 방법

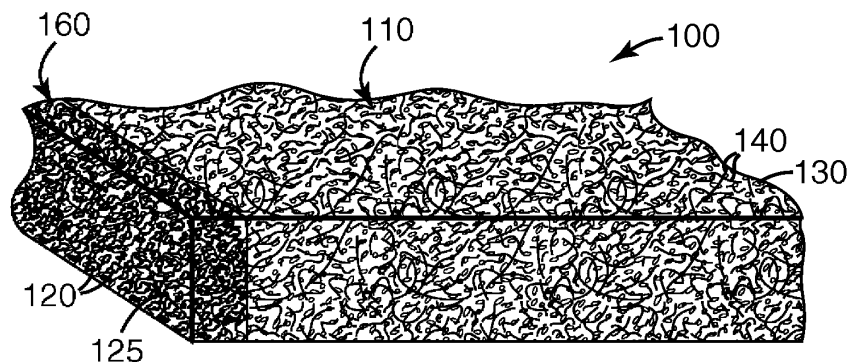
(57) 요약

내침식성 장작 재료는 무기 섬유를 포함하고 주연 에지를 갖는 장작 재료; 및 주연 에지를 따라 무기 섬유 상에 내향 배치된 보강 조성물의 층을 포함한다. 보강 조성물은 하기 화학식:



(여기서, M은 H⁺ 이외의 양이온 종을 나타내고; O는 산소를 나타내고; Z는 붕소 또는 인을 나타내고; f는 0 이상의 실수이고; d, n, q 및 r은 0 이상의 정수이고; e, m 및 p는 1 이상의 정수이고; d × m은 e × n과 같음)으로 나타내어지는 적어도 하나의 화합물을 포함한다. 장작 재료는 오염 제어 장치에 유용하다. 장작 재료의 제조 방법이 또한 개시된다.

대표도 - 도1



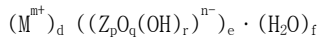
특허청구의 범위

청구항 1

무기 섬유를 포함하고, 제1 주연 에지를 포함하는 복수의 주연 에지를 갖는 장착 재료; 및

제1 주연 에지를 따라 장착 재료 상에 내향 배치되지만 장착 재료의 전체에 걸쳐 연장되지 않는 보강 조성물의 층을 포함하며;

하기 화학식:



[여기서, 각각의 M^{m+} 는 $m+$ 의 양전하를 갖는, H^+ 이외의 양이온 종을 독립적으로 나타내고;

$(Z_pO_q(OH)_r)^{n-}$ 는 $n-$ 의 전하를 갖는 종을 나타내며, Z 는 붕소 또는 인을 나타내고, 또한

f 는 0 이상의 실수이고;

d , n , q 및 r 은 0 이상의 정수이고;

e , m 및 p 는 1 이상의 정수이고;

$d \times m$ 은 $e \times n$ 과 같음]으로 나타내어지는 적어도 하나의 화합물이 건조 중량 기준으로 보강 조성물의 50중량% 초과를 구성하는, 유연성의 내침식성 장착 재료.

청구항 2

하우징;

하우징 내에 배치된 오염 제어 요소; 및

오염 제어 요소와 하우징 사이에 배치되는 제1항의 유연성의 내침식성 장착 재료를 포함하는 오염 제어 장치.

청구항 3

제1항의 유연성의 내침식성 장착 재료가 오염 제어 요소와 하우징 사이에 배치되도록 오염 제어 요소가 그 내부에 배치된 하우징 내에 상기 유연성의 내침식성 장착 재료를 배치하는 단계를 포함하는, 오염 제어 장치를 제조하는 방법.

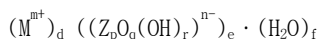
청구항 4

무기 섬유, 및 제1 주연 에지를 포함하는 복수의 주연 에지를 포함하는 장착 재료를 제공하는 단계;

액체 비히클(liquid vehicle)에 용해된 보강 조성물을 포함하는 건조가능한 용액을 제1 주연 에지를 따라 무기 섬유에 적용하는 단계; 및

건조가능한 용액을 실질적으로 건조시켜, 제1 주연 에지를 따라 내향 배치되는 보강 조성물을 포함하지만 장착 재료의 전체에 걸쳐 연장되지 않는 층을 제공하는 단계를 포함하며;

하기 화학식:



[여기서, 각각의 M^{m+} 는 $m+$ 의 양전하를 갖는, H^+ 이외의 양이온 종을 독립적으로 나타내고;

$(Z_pO_q(OH)_r)^{n-}$ 는 $n-$ 의 전하를 갖는 종을 나타내며, Z 는 붕소 또는 인을 나타내고, 또한 f 는 0 이상의 실수이고;

d , n , q 및 r 은 0 이상의 정수이고;

e , m 및 p 는 1 이상의 정수이고;

$d \times m$ 은 $e \times n$ 과 같음]으로 나타내어지는 적어도 하나의 화합물이 건조 중량 기준으로 보강 조성물의 50중량% 초과를 구성하는, 유연성의 내침식성 장착 재료를 제조하는 방법.

청구항 5

삭제

청구항 6

삭제

청구항 7

삭제

청구항 8

삭제

청구항 9

삭제

청구항 10

삭제

청구항 11

삭제

청구항 12

삭제

청구항 13

삭제

청구항 14

삭제

청구항 15

삭제

청구항 16

삭제

청구항 17

삭제

청구항 18

삭제

청구항 19

삭제

청구항 20

삭제

청구항 21

삭제

청구항 22

삭제

청구항 23

삭제

청구항 24

삭제

청구항 25

삭제

청구항 26

삭제

명세서

배경 기술

- [0001] 오염 제어 장치는 대기 오염을 제어하기 위해 자동차에 사용된다. 2가지 유형의 이러한 장치, 즉 촉매 변환기 및 디젤 미립자 필터 또는 트랩이 현재 널리 사용되고 있다. 촉매 변환기는 변환기 내에 장착된 모놀리식 구조체 상에 전형적으로 코팅된 촉매를 포함한다. 모놀리식 구조체("모놀리스"(monolith)라고 불림)는 전형적으로 세라믹이지만, 금속 모놀리스도 사용되어 왔다. 촉매는 대기 오염을 제어하기 위해 자동차 배기 가스 내의 일산화탄소 및 탄화수소를 산화시키고 질소 산화물을 환원시킨다. 일반적으로, 디젤 미립자 필터 또는 트랩은 전형적으로 다공성 결정질 세라믹 재료로 제조된 벌집형 모놀리식 구조체("모놀리스"라고도 불림)를 갖는 벽 유동 필터(wall flow filter)이다.
- [0002] 전형적으로, 이들 장치의 각 유형은, 구성될 때, 금속 또는 세라믹일 수 있으며 가장 일반적으로는 세라믹인 모놀리식 구조체 또는 요소를 그 내부에 유지하는 금속 하우징을 갖는다. 세라믹 모놀리스는 일반적으로 상당한 양의 표면적을 제공하기 위해 매우 얇은 벽을 가지고, 부서지기 쉽고 파손되기 쉽다. 더욱이, 자동차 촉매 변환기에 사용되는 세라믹 모놀리스에 관한 현재의 산업 동향은 더 평탄한 외부 표면을 갖는 모놀리스를 지향하고 있으며, 이는 캐닝(canning) 동안 세라믹 모놀리스에 장착 재료의 접착력을 유지하는 것을 더욱 어렵게 만든다. 세라믹 모놀리스는 또한 전형적으로 그것이 사용시 보유되는 전형적인 금속 하우징(예를 들어, 스테인레스강 하우징)보다 크기가 한 차수 작은 열팽창 계수를 갖는다. 노면 충격 및 진동으로 인한 세라믹 모놀리스의 손상을 피하고, 열팽창 차이를 보상하고, 배기 가스가 모놀리스와 금속 하우징 사이를 통과하는 것을 방지하기 위하여, 세라믹 매트 또는 팽창성(intumescent) 시트 재료를 흔히 세라믹 모놀리스와 금속 하우징 사이에 배치한다.
- [0003] 사용 중에, 장착 재료의 전방 에지(leading edge)가 고온 배기 가스에 의해 침식될 수 있으며, 이는 예컨대 장착 재료의 기계적 파손 또는 배기 가스의 장착 재료의 통과 및 모놀리스의 우회, 또는 자유 질석 또는 섬유 파편에 의한 세라믹 모놀리스 셀(cell)의 막힘(plugging)으로 이어질 수 있다.
- [0004] 오늘날, 오염 제어 장치에서 배기 가스 충격(impingement)에 의해 야기되는 침식을 감소시키기 위해서 상업적으로 사용되는 방법이 현재 2가지가 있다. 본 기술 분야에서 "소프트 시일"(soft seal)로 알려진 제1 방법에서는 캐닝 단계 이전에 다결정질 매트 내의 내침식성 스트립이 장착 매트 주연 전방 에지에 테이핑되거나 아니면 부착된다. 제2 방법은 캐닝 단계 동안 장착 매트 주연 전방 에지에 강화 용액(rigidizing solution)을 적용하는 것을 포함한다. 전형적인 적용 방법은 장착 매트로 감싼 모놀리스를 스테인리스강 셸(shell) 또는 캔(can) 내

로 삽입하기 직전에 강화 용액을 장착 매트的主연 전방 에지 상으로 디핑(dipping), 분무 또는 페인팅하는 것, 또는 매트 및 모놀리스가 쉘 또는 캔 내로 삽입된 후에 원하는 에지 상에 강화 용액을 드리핑(dripping)하는 것이 포함된다. 이러한 과정은 캐닝 공정 동안 행해져야 하는데, 그 이유는 강화 용액은 건조될 경우 장착 매트가 모놀리스를 감쌀 때 장착 매트가 크랙을 일으키지 않고는 지지 매트가 모놀리스를 감쌀 수 없는 정도로 지지 매트의 에지를 경직시키기 때문이다. 이와 같은 습식 공정은 본질적으로 다루기 힘들며, 전형적으로 바람직하지 않다.

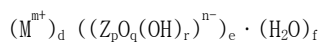
발명의 내용

[0005] 일 태양에서, 본 발명은,

[0006] 무기 섬유를 포함하고, 제1 주연 에지를 포함하는 복수의 주연 에지를 갖는 장착 재료, 및

[0007] 제1 주연 에지를 따라 장착 재료 상에 내향 배치되지만 장착 재료의 대부분과 접촉하지 않는 보강 조성물의 층을 포함하는 가요성인 내침식성 장착 재료를 제공하며;

[0008] 하기 화학식으로 나타내어지는 적어도 하나의 화합물이 건조 중량 기준으로 보강 조성물의 대부분을 구성한다:



[0010] 여기서, 각각의 M^{m+} 는 $m+$ 의 양전하를 갖는, H^+ 이외의 양이온 종(cationic species)을 독립적으로 나타내고;

[0011] $(Z_pO_q(OH)_r)^{n-}$ 는 $n-$ 의 전하를 갖는 종을 나타내며, Z 는 붕소 또는 인을 나타내고; 또한

[0012] f 는 0 이상의 실수이고;

[0013] d , n , q 및 r 은 0 이상의 정수이고;

[0014] e , m 및 p 는 1 이상의 정수이고;

[0015] $d \times m$ 은 $e \times n$ 과 같다.

[0016] 소정 실시 형태에서, 보강 조성물의 추가적인 층은 제2 주연 에지를 따라 장착 재료 상에 내향 배치될 수 있다.

[0017] 본 명세서에서 사용되는 바와 같이, 용어 "유연성"은 하기에 포함되는 유연성 시험을 통과할 수 있음을 의미하고; 용어 "층"은 전체 장착 재료에 걸쳐 연장되는 것은 제외하며; 윗첨자 "+"는 양전하를 말하는 반면 윗첨자 "-"는 음전하를 말한다. 추가적으로, d 가 0인 경우에, n 은 또한 반드시 0이며, 양(quantity) $(Z_pO_q(OH)_r)$ 은 어떠한 순전하(net charge)도 갖지 않을 것이다.

[0018] 본 발명에 따른 내침식성 장착 재료는 오염 제어 장치에 사용하기 적합할 수 있다. 따라서, 다른 태양에서, 본 발명은 하우징, 하우징 내에 배치된 오염 제어 요소, 및 오염 제어 요소와 하우징 사이의 본 발명에 따른 내침식성 장착 재료를 포함하는 오염 제어 장치를 제공한다.

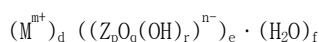
[0019] 다른 태양에서, 본 발명은 오염 제어 장치의 제조 방법을 제공하며, 본 방법은 내침식성 장착 재료가 오염 제어 요소와 하우징 사이에 배치되도록 본 발명에 따른 내침식성 장착 재료를 오염 제어 요소가 그 내부에 배치된 하우징 내에 배치하는 단계를 포함한다.

[0020] 또 다른 태양에서, 본 발명은 내침식성 장착 재료의 제조 방법을 제공하며, 본 방법은 무기 섬유, 및 제1 주연 에지를 포함하는 복수의 주연 에지를 포함하는 장착 재료를 제공하는 단계;

[0021] 액체 비히클(liquid vehicle)에 용해된 보강 조성물을 포함하는 건조가능한 용액을 제1 주연 에지를 따라 무기 섬유에 적용하는 단계; 및

[0022] 건조가능한 용액을 실질적으로 건조시켜, 제1 주연 에지를 따라 내향 배치되는 보강 조성물을 포함하지만 장착 재료의 대부분과 접촉하지 않는 층을 제공하는 단계를 포함하며,

[0023] 하기 화학식:



- [0025] [여기서, 각각의 M^{m+} 는 $m+$ 의 양전하를 갖는, H^+ 이외의 양이온 종을 독립적으로 나타내고;
- [0026] $(Z_pO_q(OH)_r)^{n-}$ 는 $n-$ 의 전하를 갖는 종을 나타내며, Z 는 붕소 또는 인을 나타내고, 또한
- [0027] f 는 0 이상의 실수이고;
- [0028] d , n , q 및 r 은 0 이상의 정수이고;
- [0029] e , m 및 p 는 1 이상의 정수이고;
- [0030] $d \times m$ 은 $e \times n$ 과 같음]으로 나타내어지는 적어도 하나의 화합물이 건조 중량 기준으로 보강 조성물의 대부분을 구성하며, 상기 내침식성 장착 재료는 유연성이다.
- [0031] 소정 실시 형태에서, 상기 적어도 하나의 화합물은 붕산, 보레이트 염, 인산, 포스페이트 염, 전술한 것의 수화물, 및 그 조합으로 이루어진 군으로부터 선택된다. 소정 실시 형태에서, 각각의 M^{m+} 는 독립적으로 금속 양이온 및 NR_4^+ (여기서, 각각의 R 은 독립적으로 H 또는 알킬 기를 나타냄)로 이루어진 군으로부터 선택된다. 소정 실시 형태에서, 보강 조성물은 유기 성분이 본질적으로 없다. 소정 실시 형태에서, 무기 섬유는 적어도 일부분은 결합제에 의해서 함께 접합된다. 소정의 이러한 실시 형태에서, 결합제는 유기 재료를 포함한다.
- [0032] 소정 실시 형태에서, 장착 재료는 건조 평량이 제곱미터당 0.4 내지 15 킬로그램이다. 소정 실시 형태에서, 장착 재료는 미팽창 팽창성 재료를 추가로 포함한다. 소정의 이러한 실시 형태에서, 미팽창 팽창성 재료는 질석, 흑연, 또는 그 조합을 포함한다. 소정 실시 형태에서, 무기 섬유는 세라믹 섬유를 포함한다. 소정 실시 형태에서, 보강 조성물의 층은 내향 두께가 1 cm 이하이다. 소정 실시 형태에서, 본 방법은 내침식성 장착 재료를 오염 제어 장치에 사용하기 적합하게 하는 단계를 추가로 포함한다.
- [0033] 본 발명에 따른 내침식성 장착 재료는 우선 첫째로 유연하다는 것이며, 이에 의해 파열 또는 파손 없이 전형적인 모놀리스 둘레에 감길 수 있다. 또한, 전술된 것들과 같은 오염 제어 장치에 사용될 때, 내침식성 장착 재료는 배기 가스에 대하여 어느 정도의 내침식성을 부여한다. 또한, 내침식성 장착 재료는 일반적으로 제조가 용이하며, 캐닝 공정 동안 장착 재료의 전방 에지에의 경질화 용액의 적용과 같은 추가적인 단계를 필요로 하지 않는다.
- [0034] 본 명세서에서 사용되는 바와 같이, 용어 "건조가능한"은 존재하는 임의의 액체 비히클이 증발에 의해 적어도 실질적으로 제거될 수 있음을 의미한다.

도면의 간단한 설명

- [0035] 도 1은 본 발명의 일 실시 형태에 따른 예시적인 내침식성 장착 재료의 개략 사시도.
- 도 2는 본 발명의 일 실시 형태에 따른 예시적인 오염 제어 장치의 단면도.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0036] 도 1은 예시적인 본 발명에 따른 내침식성 장착 재료(100)를 도시한다. 이제, 도 1을 참고하면, 장착 재료(110)는 선택적으로 결합제(도시되지 않음)에 의해 함께 접합되는 무기 섬유(140), 및 선택적인 미팽창 팽창성 입자(130)를 갖는다. 장착 재료(110)는 제1 및 제2 주연 에지(125, 122임)를 각각 포함하는 복수의 주연 에지를 갖는다. 보강 조성물의 층(160)은 제1 주연 에지(125)를 따라 무기 섬유(140) 상에 내향 배치되는 보강 조성물(120)을 포함하지만 장착 재료(110)의 대부분과 접촉하지 않는다.
- [0037] 필요하다면, 보강 조성물의 제2 층은 선택적으로 원래의 주연 에지 반대측의 제2 주연 에지를 따라 유사하게 배치될 수 있다.
- [0038] 장착 재료는 충분히 얹히고/얹히거나 함께 접합되어 응집성 웹(cohesive web)을 형성하는 무기 섬유를 포함한다. 섬유는 기계적 공정(예를 들어, 니들태깅(needle tacking) 또는 고수압직조(hydroentanglement))에 의해 얹히고/얹히거나 결합제(예를 들어, 유기 결합제, 무기 결합제, 또는 그 조합)를 사용하여 함께 접합될 수 있다. 일부 실시 형태에서, 장착 재료는 유기 섬유를 또한 포함할 수 있지만, 그렇다고 하더라도 유기 섬유는 전형적으로 소량으로 포함된다.
- [0039] 예를 들어, 유용한 무기 섬유에는 유리 섬유, 세라믹 섬유, 비-산화물 무기 섬유, 예컨대 스테인리스강 섬유 또

는 붕소 섬유, 및 그 혼합물이 포함된다.

[0040] 유용한 세라믹 섬유에는, 예를 들어, 알루미늄보로실리케이트 섬유, 알루미늄실리케이트 섬유, 알루미늄 섬유, 이들의 열처리된 변형물(version), 및 그 혼합물이 포함된다. 적합한 알루미늄보로실리케이트 섬유의 예에는 미국 미네소타주 세인트 폴 소재의 쓰리엠 컴퍼니(3M Company)로부터 상표명 "넥스텔(NEXTEL) 312 세라믹 파이버", "넥스텔 440 세라믹 파이버", 및 "넥스텔 550 세라믹 파이버"로 구매가능한 것들이 포함된다. 적합한 알루미늄실리케이트 섬유의 예에는 미국 뉴욕주 나이아가라 폴즈 소재의 유니프랙스 코퍼레이션(Unifrax Corp.)으로부터 상표명 "파이버프랙스(FIBERFRAX)" 7000M으로, 미국 조지아주 어거스타 소재의 써멀 세라믹스(Thermal Ceramics)로부터 "세라파이버(CERAFIBER)"로, 그리고 일본 도쿄 소재의 니폰 스틸 케미컬 컴퍼니(Nippon Steel Chemical Company)로부터 "SNSC Type 1260 D1"로 구매가능한 것들이 포함된다. 적합한 구매가능한 알루미늄 섬유의 예에는 영국 위드네스 소재의 샤필(Saffil)로부터 상표명 "샤필(SAFFIL)"로 입수가능한 다결정질 알루미늄 섬유가 포함된다. 적합한 세라믹 섬유는 또한 미국 제3,795,524호 (소우만(Sowman)) 및 제4,047,965호 (카스트(Karst) 등)에 개시되어 있다.

[0041] 다른 적합한 무기 섬유의 예에는 석영 섬유, 실리카 함량이 높은 비정질 및 결정질 섬유, 알루미늄 섬유 및 고알루미늄 섬유, 비정질 및 결정질 알루미늄-실리카 섬유, 산화물 및 비-산화물 섬유, 금속 섬유, 용융물로부터의 블로우잉(blowing), 스피닝(spinning) 및 풀링(pulling)에 의해 형성된 섬유, 졸-겔 형성된 섬유, 유기 전구체로부터 형성된 섬유, 유리 섬유, 침출 유리 섬유(leached glass fibers), 및 실질적으로 무기물 조성인 다른 섬유들이 포함된다. 적합한 무기 섬유는 또한 유기 및 무기 재료의 사이징(sizing) 또는 표면 코팅(surface coating)을 포함할 수 있다. 명백하게는, 적합한 무기 섬유는 단독으로 또는 다른 적합한 무기 섬유와 조합하여 사용될 수 있다.

[0042] 일반적으로, 상당량의 솟(shot)을 포함하는 무기 섬유는 솟이 없는 또는 부분적으로 세정된 무기 섬유보다 덜 비싸다. 그러나, 솟이 없는 무기 섬유는 일반적으로 더 탄성적인 물품(예를 들어, 웹, 시트, 매트)을 제공하는데, 이는 실온으로의 복귀를 포함하는 모든 온도에서 유지력(holding forces)을 더 잘 유지한다. 따라서, 장작 재료는 장작 재료의 총 건조 중량을 기준으로 50, 30 중량% 미만, 또는 심지어 15 중량% 미만 또는 그보다 적은 솟을 포함할 수 있다.

[0043] 장작 재료에 적합한 유기 결합제가 본 기술 분야에 공지되어 있으며, 라텍스 형태의 중합체 및 탄성중합체(예를 들어, 천연 고무 라텍스, 스티렌-부타디엔 라텍스, 부타디엔-아크릴로니트릴 라텍스, 및 아크릴레이트와 메타크릴레이트 중합체 및 공중합체의 라텍스)를 포함한다. 전형적으로, 본 기술 분야에 알려진 바와 같이, 유기 결합제는, 특히 습식(wet laid) 제조 공정 동안, 응집제(flocculating agent)를 사용하여 웹의 섬유 상으로 응집된다. 적합한 무기 결합제가 이러한 용도로 본 기술 분야에 알려져 있으며, 수-팽윤성의 미교환된 형태로 또는 응집 후 2가 또는 다가 양이온을 갖는 교환된 염으로서의 테트라실리식 플루오린 운모(tetrasilicic fluorine mica), 및 벤토나이트를 포함한다.

[0044] 선택적으로, 장작 재료는, 전형적으로 원하는 최종 용도에 따라, 하나 이상의 팽창성 재료(미팽창, 부분 팽창, 팽창될 수 있는 재료 또는 그 혼합물일 수 있는 재료)를 포함할 수 있다. 예를 들어, 약 500℃를 초과하는 온도에서 사용하기 위해서는 미팽창 질석 재료가 적합한데, 이는 이들 재료가 약 300℃ 내지 약 340℃의 온도 범위에서 팽창하기 시작하기 때문이다. 촉매 변환기에서 팽창하는 금속 하우징과 모놀리스 사이에 팽창하는 겹을 채우는 것이 유용할 수 있다. 디젤 모놀리스 또는 미립자 필터에서와 같이 약 500℃ 미만의 온도에서 사용하기 위해서는, 팽창가능한 흑연 또는 팽창가능한 흑연과 미팽창 질석 재료의 혼합물이 바람직할 수 있는데, 그 이유는 팽창가능한 흑연이 약 210℃에서 팽창하거나 또는 부풀기 시작하기 때문이다. 처리된 질석이 또한 유용하며 전형적으로 약 290℃의 온도에서 팽창한다.

[0045] 유용한 팽창성 재료의 예에는 미팽창 질석 박편 또는 광석(ore), 처리된 미팽창 질석 박편 또는 광석, 부분적으로 탈수된 질석 광석, 팽창가능한 흑연, 팽창가능한 흑연과 처리되거나 또는 처리되지 않은 미팽창 질석 광석의 혼합물, 하이드로바이오타이트(hydrobiotite), (예컨대, 미국 특허 제3,001,571호 (해치(Hatch))에 기재된 바와 같은) 수 팽윤성 합성 테트라실리식 플루오린 운모, (예를 들어, 미국 특허 제4,521,333호(그레이엄(Graham) 등)에 기재된 바와 같은) 알칼리 금속 규산염 과립, 가공된 팽창가능한 규산나트륨(예를 들어, 쓰리엠 컴퍼니로부터 상표명 "익스판트롤(EXPANTROL)"로 구매가능한 불용성 규산나트륨), 및 그 혼합물이 포함된다. 구매가능한 팽창가능한 흑연 재료의 예는 미국 오하이오주 클리블랜드 소재의 유카 카본 컴퍼니(UCAR Carbon Co.)로부터 상표명 "그래포일(GRAFOIL) 등급 338-50" 팽창가능한 흑연 박편으로 입수가능한 것이다. 처리된 미팽창 질석 박편 또는 광석은 인산이수소암모늄, 질산암모늄, 염화암모늄, 염화칼륨, 또는 본 기술 분야에 알려

저 있는 다른 적합한 화합물과 같은 이온 교환 염을 사용하여 이온 교환하는 것과 같은 공정으로 처리된 미팽창 질석을 포함한다.

[0046] 팽창성 시트 재료의 선택에 있어서 고려해야 할 인자에는 전형적으로 모놀리스의 유형(예를 들어, 세라믹 모놀리스 또는 금속 모놀리스) 및 사용 온도가 포함된다. 적합한 팽창성 시트 재료는 전형적으로 미팽창 질석 광석(예를 들어, 미국 Grace and Co.)로부터 구매가능함), 유기 결합제 및/또는 무기 결합제, 세라믹 섬유 및 충전제(예를 들어, 점토(예컨대, 카올린)) 및 중공 세라믹 비드 또는 버블)를 포함한다. 예를 들어, 미국 특허 특허 제3,916,057호(해치 등)는 미팽창 질석, 무기 섬유 재료, 및 무기 결합제를 포함하는 팽창성 시트 재료를 개시한다. 미국 특허 제4,305,992호(란저(Langer) 등)는 암모늄 이온-처리된 질석, 무기 섬유 재료, 및 유기 결합제를 포함하는 팽창성 시트 재료를 개시한다. 또한, 팽창성 시트 재료는, 예를 들어, 미국 미네소타주 세인트 폴 소재의 쓰리엠 컴퍼니로부터 상표명 "인터암 매트 마운트(INTERAM MAT MOUNT)"로 구매가능하다.

[0047] 전형적으로, 장착 재료는 건조 중량 기준으로 30 내지 99.5 중량% (예를 들어, 40 내지 98.5 중량%, 50 내지 97 중량%, 또는 60 내지 97 중량%)의 무기 섬유, 0.5 내지 12 중량% (예를 들어, 0.5, 1.0 또는 1.5 내지 최대 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11 또는 12 중량%)의 무기 및/또는 유기 결합제, 및 선택적으로 최대 60 중량%의 팽창성 재료를 포함하지만, 이 범위를 벗어나는 조성이 또한 사용될 수 있다. 팽창성 재료가 장착 재료에 포함되지 않은 실시 형태에서, 건조 중량 기준으로 무기 섬유의 백분율은 전형적으로 적어도 85 중량% (예를 들어, 적어도 90, 91, 92, 93, 94, 95 중량% 또는 그 이상)이지만, 더 작은 중량 백분율이 또한 사용될 수 있다.

[0048] 장착 재료는 선택적으로 하나 이상의 무기 충전제, 무기 결합제, 유기 결합제, 유기 섬유, 및 그 혼합물을 포함할 수 있다.

[0049] 충전제의 예에는 충전리된 질석, 중공 유리 미소구체(microsphere), 필라이트, 알루미늄 3수화물, 탄산칼슘, 및 그 혼합물이 포함된다. 충전제는 최대 5%, 최대 10%, 또는 심지어 최대 25% 또는 그보다 큰 수준으로 장착 재료에 존재할 수 있지만, 고수준의 충전제의 사용은 장착 재료의 탄성(resiliency)을 감소시키는 경향이 있을 수 있다.

[0050] 무기 결합제의 예에는 운모질 입자, 카올린 점토, 벤토나이트 점토, 및 다른 점토형 광물이 포함된다. 무기 결합제는 장착 재료의 건조 중량을 기준으로 최대 5%, 최대 10%, 최대 15%, 또는 그보다 큰 수준으로 장착 재료에 존재할 수 있지만, 고수준의 무기 결합제의 사용은 장착 재료의 탄성을 감소시키는 경향이 있을 수 있다.

[0051] 선택적으로, 유기 섬유 (예를 들어, 스테이플 섬유 또는 피브릴화 섬유(fibrillated fiber))는 본 발명의 장착 재료에 포함되어, 예를 들어, 공정중 습윤 강도와 건조 강도와 탄성(resiliency)을 캐닝(canning) 이전에 매트 및 시트 장착 재료에 제공할 수 있다. 그러나, 일반적으로, 불쾌한 번오프(burn off)에 기여하기 때문에 이러한 섬유의 함량을 최소화하는 것이 바람직하다.

[0052] 본 발명에 따른 장착 재료에 포함될 수 있는 다른 첨가제 또는 공정 조제는 소포제, 계면활성제, 분산제, 습윤제, 침전을 돕는 염, 살균제(fungicide), 및 살균제(bactericide)를 포함한다.

[0053] 장착 재료는 전형적으로 오염 제어 장치에 적합한 물리적 성질을 가지도록 제형화되지만, 필요하다면 상이한 물리적 성질을 갖도록 제형화될 수 있다.

[0054] 내침식성 장착 재료는, 예를 들어, 특정 적용 요건에 따라 임의의 원하는 크기 및 형상으로 제조될 수 있다. 예를 들어, 자동차 촉매 변환기는 전형적으로 디젤 변환기보다 더 작으며, 일반적으로 상응되게 더 작은 장착 매트를 필요로 한다. 장착 매트는 하나 초과와 매트 층으로 모놀리스를 감싸도록 적층될 수 있다. 전형적으로, 각각의 팽창성의 내침식성 장착 재료의 두께는 약 1.5 mm 내지 약 20 mm의 범위이지만, 다른 두께(예를 들어, 더 얇거나 더 두꺼움)가 사용될 수 있다.

[0055] 전형적으로, 장착 재료는 건조 평량이 약 400 g/m² 내지 약 15 kg/m² 범위이지만, 이 범위를 벗어나는 평량이 또한 사용될 수 있다. 더욱이, 장착 재료는 인장 강도가 적어도 50 kPa (7.3 psi), 전형적으로 적어도 100 kPa (15.5 psi), 그리고 더 전형적으로 적어도 200 kPa (315 psi) (예를 들어, 200 내지 300 kPa의 범위임)일 수 있다.

[0056] 보강 조성물은, 장착 재료의 제1 주연 에지를 차량 배기 시스템에서 발견되는 유형의 고온의 배기 가스에 대하여 내침식성이게 할 수 있는, 하기 화학식:

[0057] $(M^{n+})_d ((Z_pO_q(OH)_r)^{n-})_e \cdot (H_2O)_f$

- [0058] 로 나타내어지는 적어도 하나의 화합물을 포함한다(예를 들어, 이 화합물로 본질적으로 이루어지거나 또는 심지어 이로 이루어진다). 일반적으로, 붕산 및 인산 이외의, 상기 화학식으로 표시되는 화합물은 염(예를 들어, 수용성 또는 수불용성 염)이다. 건조 중량 기준으로, 상기 적어도 하나의 화합물은 보강 조성물의 대부분을 구성한다. 예를 들어, 건조 중량 기준으로, 상기 적어도 하나의 화합물은 50, 55, 60, 65, 70, 75, 80, 85, 90 중량% 초과, 또는 심지어 95 중량% 초과와 보강 조성물을 구성할 수 있다.
- [0059] 각각의 양 M^{m+} 는 $m+$ 의 전하는 갖는, H^+ 이외의 양이온 화학종을 독립적으로 나타낸다. 적절한 양이온 화학종의 예에는, 예를 들어 Li^+ , Na^+ , K^+ , Mg^{2+} , Ca^{2+} , Al^{3+} , Fe^{3+} , Cr^{3+} , Cr^{6+} , Ni^{2+} , 또는 Zn^{2+} 와 같은 금속 이온; 암모늄; 및 예를 들어 설포늄, 포스포늄, 및 암모늄(예를 들어, 모노-, 다이-, 트라이-, 또는 테트라알킬암모늄, 및 벤잘코늄)과 같은 유기 양이온; 및 유기금속 양이온이 포함된다. 알칼리 금속 양이온이 사용되는 경우, 약 800°C 초과와 온도에서 무기 섬유를 녹게(flux) 하여 매트 탄성에 해로운 영향을 미칠 수 있기 때문에 신중하게 사용 하여야 한다.
- [0060] 양 f 는 정수의 수화물 및 분수의 수화물 둘 모두의 존재를 인정하는, 0 이상의 실수(예를 들어, 0, 1, 2, 3.4, 4.7 등)이다. 양 d , n , q 및 r 은 0 이상의 정수(예를 들어, 0, 1, 2, 3 등)이다. 양 e , m 및 p 는 1 이상의 정수(예를 들어, 1, 2, 3, 4 등)이다.
- [0061] 각각의 양 $(Z_pO_q(OH)_r)^{n-}$ 는 $n-$ 의 전하를 갖는 종을 나타내며, 여기서 Z 는 붕소 또는 인을 나타낸다. $d \times m = e \times n$ 이기 때문에, d 가 0일 때 n 은 0이다. n 이 0인 화합물의 예에는 붕산, 인산, 폴리인산, 및 그 수화물이 포함된다.
- [0062] 보강 조성물에 포함될 수 있는 화합물의 예에는 붕산, 붕사(borax), 인산, 인산마그네슘(예를 들어, 수산화마그네슘 및 인산의 순차적인 적용 및 후속하는 적용에 의해 제조된 바와 같음), 인산이수소알루미늄, 및 보레이트 에스테르(물이나 스팀과 접촉시에 자발적으로 가수분해되어 붕산을 형성함)가 포함된다.
- [0063] 본 발명에 포함되는 소정의 포스페이트 염은 약 150°C 초과와 온도도 가열될 경우 장착 재료를 경질화하는 경향이 있을 수 있다. 따라서, 이러한 염들은 더 낮은 온도에서 건조되어야 한다.
- [0064] 일부 실시 형태에서, 소량의 콜로이드성 재료(예를 들어, 실리카 또는 알루미늄 졸)가 또한 용액 중에 존재할 수 있으나, 이러한 재료는 내침식성 장착 재료에 강성을 부여하는 경향이 있으며 이는 전형적으로 신중하게 소량으로 사용해야 한다.
- [0065] 일부 경우에, 예를 들어, 각각의 용액 중의 화합물이 서로에 대해 반응성인(예를 들어, 그 결과 침전을 일으키는) 경우 두 용액을 순차적으로 사용하는 것이 바람직할 수 있다.
- [0066] 오염 제어 장치 내의 적절한 설치를 용이하게 하기 위해서, 보강 조성물은 보강 재료의 위치를 시각적으로 나타내는 착색제를 추가로 포함할 수 있다. 예시적인 착색제에는 안료 및/또는 염료가 포함된다.
- [0067] 보강 조성물은 선택적으로 착색제, 방향제, 증점제, 계면활성제, 분산제, 습윤제, 난연제, 살생물제 등과 같은 추가적인 비-간섭성 성분(non-interfering component)을 추가로 포함할 수 있다.
- [0068] 구성요소(예를 들어, 촉매 변환기 모놀리스)의 유효성을 감소시키는 경향이 있을 수 있는 초기 번아웃(burnout)을 최소화하기 위해, 보강 조성물은 (유기 양이온 중, 유기 음이온 중, 또는 중성 유기 화합물 어느 것이든) 낮은 함량의 유기 성분을 가질 수 있다. 예를 들어, 건조 중량 기준으로, 보강 조성물은 유기 성분 함량이 보강 조성물의 총 중량의 20% 미만, 10% 미만, 또는 심지어 5% 미만일 수 있다. 유리하게는, 보강 조성물은 유기 성분이 본질적으로 없거나(즉, 고형물 기준으로 보강 조성물의 총 중량의 1% 미만을 포함), 또는 심지어 유기 성분이 완전히 없도록 제형화될 수 있다.
- [0069] 보강 조성물을 제형화하고 적용 수준을 결정하는 데 있어서, 내침식성 장착 재료가 유연성 시험을 통과할 수 있음을 보장하는 데 주의를 기울여야 하며, 이것이 본 발명의 하나의 중요한 이점이기 때문이다. 적용 수준 및 적용 방법의 구체적인 선택은 당업자에 의해 용이하게 결정될 것이며, 전형적으로 예컨대 사용되는 장착 재료, 특정 보강 재료 및 용액 중에서의 그 농도, 및 장착 재료의 예지로부터 그 내부로의 원하는 침투 깊이에 좌우될 것이다.
- [0070] 유사하게는, 고온의 배기 가스에 노출될 때 장착 재료의 주연 예지에 내침식성이 부여되고, 이는 보강 조성물의 장착 재료 성분들과의 접합으로 이어진다. 유리하게는, 본 발명에 따른 내침식성 장착 재료는 예지 보호제

(protectant)를 유지하기 위한 성가신 유지 수단(retaining mean), 예를 들어 스크린이나 테이프를 필요로 하지 않고도 편리하게 제조될 수 있으며, 전형적으로, 오염 제어 장치 내에 설치시 구매가능한 내침식성 장착 재료보다 취급이 더 용이하다. 더욱이, 주연 에지를 따라 보강 층을 적용함으로써, 일반적으로 장착 재료의 탄성 특성의 대부분을 유지할 수 있다.

[0071] 보강 조성물은 전형적으로 액체 비히클 중의 전술한 화합물(들)의 용액(예를 들어, 건조가능한 용액)으로서 취급될 수 있으며, 이 용액은 예컨대 디핑(dipping), 분무(spraying), 롤 코팅(roll coating), 또는 페인팅(painting)과 같은 적합한 방법에 의해 장착 재료에 적용되고, 이어서 액체 비히클이 제거된다. 액체 비히클은, 예를 들어, 물, 유기 용매, 또는 수성 비히클 (즉, 물 및 수용성 유기 용매를 포함함)을 포함할 수 있다.

[0072] 전형적으로, 보강 조성물의 용액은 고형물 함량이 약 1 내지 약 20 중량%, 더 전형적으로는 약 2 내지 약 15 중량%의 범위, 훨씬 더 전형적으로는 약 5 내지 약 10 중량%의 범위일 것이나, 특정 재료 요건에 필요하다면, 더 높거나 더 낮은 농도가 사용될 수 있다(예를 들어, 최대 약 85 중량%의 인산이 사용될 수 있다). 일반적으로, (예를 들어, 용액 중의 더 높은 농도의 보강 조성물의 사용에 의해 달성되는) 보강 조성물의 더 높은 코팅 중량은 더 낮은 코팅 중량과 비교하여 동등하거나 더 우수한 내침식성으로 이어지지만 유연성을 감소시킨다. 따라서, 보강 재료의 층의 내향 깊이(즉, 장착 재료의 중심 쪽으로의 깊이) 및 그 층 코팅 중량은 원하는 수준의 내침식성을 달성하기에 필요한 최소값으로 전형적으로 유지된다. 대조적으로, 보강 재료의 층이 장착 재료의 전체에 걸쳐 연장되는 장착 재료(상용하여, 보강 재료의 층 코팅 중량이 증가함)는 본 발명의 내침식성 장착 재료와 비교할 때 어느 정도의 유연성 및 탄성을 잃는다.

[0073] 전형적으로, 에지 전체가 코팅되기에 충분한 용액이 주연 에지를 따라 적용되지만, 작은 정도의 미소한 코팅 결함은 일부 경우에 허용될 수 있다. 일단 적용되면, 용액(들)은 장착 재료의 내부로 침투하여 층(예를 들어, 줄무늬)을 형성하며, 이는 액체 비히클의 제거 후에 예를 들어 내향 두께(즉, 주연 에지로부터의 거리)가 5, 4, 3, 2 cm 이하, 또는 심지어 1 cm 이하인 보강 조성물의 층을 남기게 되지만, 장착 재료 전체가 보강 조성물로 코팅되지 않는 한 더 큰 내향 두께가 또한 사용될 수 있다.

[0074] 액체 비히클의 제거는, 예를 들어, 실온 또는 승온에서의 증발과 같은 방법에 의해 달성될 수 있다. 전형적으로, 승온(예를 들어, 약 150℃ 초과)에서의 가열은 보강 조성물을 경질화하는 경향이 있을 수 있기 때문에, 더 낮은 건조 온도가 더 바람직하다. 유사하게는, 일부 실시 형태에서는, 유연성을 개선하기 위해서 보강 조성물 중에 습윤제를 포함하는 것이 바람직할 수 있다.

[0075] 본 발명에 따른 내침식성 유연성 장착 재료는 임의의 치수 및/또는 두께를 가질 수 있다. 그러나, 오염 제어 장치에 사용하기 위하여, 내침식성 장착 재료, 및 마찬가지로 장착 재료의 두께는 전형적으로 0.3 cm (0.1 인치), 0.38 cm (0.15 인치), 또는 0.5 cm (0.2 인치) 내지 최대 0.8 cm (0.3 인치), 1.3 cm (0.5 인치), 1.8 cm (0.7 인치) 또는 2.5 cm (1 인치), 또는 그보다 큰 범위이다.

[0076] 전형적으로, 장착 재료는 건조 평량이 제곱미터당 400, 700, 1000, 1500 또는 심지어 2000 그램 (gsm) 내지 최대 5000, 10000, 또는 15000 gsm, 또는 그보다 큰 범위이다. 예를 들어, 비-팽창성 장착 재료는 건조 평량이 전형적으로 400 내지 2500 gsm, 더 전형적으로는 1000 내지 1800 gsm이다. 팽창성 장착 재료는 건조 평량이 전형적으로 1200 내지 15000 gsm, 더 전형적으로는 2400 내지 8000 gsm이다. 장착 재료는, 예를 들어, 본 기술 분야에 잘 알려진 건식 및 습식 기술을 사용하는 것을 포함하는 임의의 적합한 기술에 의해 제조될 수 있다.

[0077] 예시적인 유용한 하나의 방법에서, 유기 중합체 및 무기 섬유질 물(예를 들어, 전형적으로 95 중량% 초과)의 물 중 슬러리를 제조하고 응집제와 혼합한다. 이어서, 선택적인 성분들(예를 들어, 소포제, 팽창성 재료 또는 충전제)을 (사용된다면) 첨가한 다음, 전통적인 습식 부직 제지 기술에 의해 슬러리를 장착 재료로 형성한다. 간단히 말해, 이러한 공정은 성분들을 혼합하는 단계 및 슬러리를 와이어 메시 또는 스크린 상에 부어서 대부분의 물을 제거하는 단계를 포함한다. 이어서, 형성된 시트를 건조시켜 장착 재료를 형성한다. 이어서, 장착 재료를 시트 및 매트와 같은 원하는 형태로 변환할 수 있다. 이 공정은 단계식, 배치식 및/또는 연속식으로 실시할 수 있다.

[0078] 슬러리를 제조할 때, 선택적인 팽창성 재료와 같은 고밀도 재료 및 (사용하는 경우) 고밀도 충전제는 침착 단계 직전에 일정한 속도로 더 작은 부피의 혼합 용기 내의 슬러리에 첨가될 수 있다. 충전제 및 팽창성 재료를 포함하는 슬러리는 메시 상으로 슬러리를 붓기 전에 이들 입자들이 혼합 탱크 내에서 침전되는 것을 방지하도록 충분히 교반된다. 이러한 슬러리는 고밀도 입자의 바람직하지 못한 침전을 방지하기 위하여 메시 상에 침착된

거의 직후에 전형적으로 부분적으로 탈수되어야 한다. 슬러리의 진공 탈수가 바람직하다. 유용한 건조 방법은, 본 기술 분야에 알려진 바와 같이, 탈수된 슬러리를 압축 또는 압력 롤러를 통해 습식 압착하고, 이어서 재료를 가열된 롤러를 통과시키고 강제 고온 공기 건조시키는 것을 포함한다.

[0079] 본 발명에 따른 내침식성 장착 재료는 하우징 내에 모놀리스를 장착하기 위한 밋/또는 엔드 콘 절연(end cone insulation)을 위한 장착 재료(예를 들어, 장착 매트)로서 오염 제어 장치에 유용하다. 예를 들어, 내침식성 장착 재료는, 모놀리스를 내침식성 장착 재료로 감싸고 감싼 모놀리스를 하우징 내에 삽입함으로써 또는 내부 엔드 콘 하우징을 내침식성 장착 재료로 감싼 다음 외부 엔드 콘 하우징을 내부 엔드 콘 하우징에 용접함으로써, 모놀리스와 하우징 사이에 배치될 수 있다. 장착될 때, 보강 조성물로 처리된 내침식성 장착 재료의 주연 에지는 일반적으로 배기 경로의 상류 부분 쪽으로 향하지만, 후측 난류(backside turbulence)도 또한 고려해야 한다.

[0080] 보강 조성물은 열에 의해 활성화 가능하다. (예를 들어, 차량에 설치하기 전에 고온 배기 가스, 화염, 또는 오븐에 의해) 일단 활성화되면, 보강 조성물은 이것이 배치된 곳 부근의 장착 재료의 에지의 내침식성을 향상시킨다. 전형적으로, 약 150℃ 내지 약 300℃ 범위의 온도가 보강 조성물을 활성화시키지만, 이 범위를 벗어나는 온도가 또한 사용될 수 있다. 활성화는 오염 제어 장치(예를 들어, 촉매 변환기)의 고유 온도에서의 노출에 의해 달성될 수 있다. 오염 제어 장치가 보강 재료의 활성화 온도보다 낮은 작동 온도를 갖는 경우, 차량에 설치하기 전에 오염 제어 장치를 활성화 온도를 초과하는 온도로 가열하는 것이 유리할 수 있다.

[0081] 이제 도 2를 참조하면, 예시적인 오염 제어 장치(200)는 하우징(212)을 포함하며, 일반적으로 원추형 입구(214) 및 출구(216)(즉, 통상 엔드 콘이라고 부름)를 갖는다. 통상 캔(can) 또는 케이싱(casing)이라고 불리는 하우징(212)은 보통 금속(예를 들어, 스테인리스강)으로 제조된다. 촉매를 포함할 수 있는, 세라믹 또는 금속성 재료로 통상 제조되는 모놀리스(218)는 하우징(212) 내에 배치된다. 내침식성 장착 재료(210)는 모놀리스(218)를 둘러싼다. 보강 조성물(260)의 층을 갖는 내침식성 장착 재료(210)의 제1 에지(225)는 입구(214) 쪽으로 배향된다. 모놀리스(218)는, 예를 들어, 촉매 변환기 요소 또는 디젤 미립자 필터 요소일 수 있다.

[0082] 입구(214) 및 출구(216)는 내부 엔드 콘 하우징(228) 및 외부 엔드 콘 하우징(226)을 포함한다. 절연 재료(230)는 내부 엔드 콘 하우징(228)과 외부 엔드 콘 하우징(226) 사이에 위치된다. 본 발명에 따른 유연성의 내침식성 장착 재료는 절연 재료(230)로서 사용될 수 있다. 만약 그렇다면, 보강 조성물의 층은 전형적으로 모놀리스 쪽으로 배향되지만, 이것이 요건은 아니다.

[0083] 오염 제어 장치의 많은 예가 본 기술 분야에 알려져 있으며, 예를 들어, 촉매 변환기, 엔드 콘 서브-어셈블리(sub-assembly), 선택적 촉매 환원(SCR) 유닛, 및 디젤 미립자 트랩 및 필터가 포함된다. 이러한 장치에 관한 추가적인 상세 내용은, 예를 들어 미국 특허 제5,882,608호 (사노키(Sanocki) 등), 제6,245,301호 (스트룸(Stroom) 등) 및 재발행 특허 27,747호 (존슨(Johnson)), 및 미국 특허 출원 공개 제2006/0154040 A1호 (메리(Merry))에서 찾을 수 있다.

[0084] 본 발명의 목적 및 이점을 하기의 비제한적 실시예로 추가로 설명하지만, 이들 실시예에 인용된 특정 재료 및 그 양과, 기타 조건 및 상세한 사항은 본 발명을 부당하게 제한하는 것으로 해석되어서는 안 된다.

[0085] <실시예>

[0086] 달리 기재되지 않는다면, 실시예 및 명세서의 나머지 부분에서의 모든 부, 백분율, 비 등은 중량 기준이다. 하기 표에서 용어 "NM"은 "측정하지 않음"(not measured)을 의미한다.

[0087] (하기의) 표 1에 열거된 약어가 실시예 전체에 걸쳐 사용된다.

표 1

약어	재료
BX	봉사, 미국 애리조나주 스캇스테일 소재의 다이알 코포레이션(Dial Corp.)으로부터 상표명 "20-물레 팀 보락스(20-MULE TEAM BORAX)"로 입수가능
MAP	인산이수소알루미늄, $Al(H_2PO_4)_3$, (물 중 50 중량%), 미국 매사추세츠주 워드 힐 소재의 알파-아에사르(Alfa-Aesar)로부터 입수가능
MAT1	팽창성 세라믹 섬유 웹 (4070 gsm, 6.1 mm 두께), 미국 미네소타주 세인트 폴 소재의 쓰리엠 컴퍼니로부터 상표명 "인터암 100"으로 입수가능
MAT2	비-팽창성 세라믹 섬유 웹 (1400 gsm, 6 mm 두께), 쓰리엠 컴퍼니로부터 상표명 "인터암 900HT"로 입수가능
MAT3	비-팽창성 세라믹 섬유 웹 (1000 gsm, 7.2 mm 두께), 쓰리엠 컴퍼니로부터 상표명 "인터암 1100HT"로 입수가능
MAT4	비-팽창성 세라믹 섬유 웹 (2100 gsm, 14.5 mm 두께), 쓰리엠 컴퍼니로부터 상표명 "인터암 1100HT"로 입수가능
MAT5	팽창성 세라믹 섬유 웹 (5300 gsm, 12 mm 두께), 쓰리엠 컴퍼니로부터 상표명 "인터암 700"으로 입수가능
MGPPOS	25 g 의 수산화마그네슘을 200 g 의 42.5% 인산에 일정한 혼합 하에서 용해시키고 이어서 동일 중량부의 물 및 용액 100 g 당 두 방울의 SURF2 로 희석시킴으로써 제조한 인산마그네슘 용액
RIGB	콜로이드성 실리카 용액, 독일 란켈트 소재의 세프로텍 게엠바하(CeProTec GmbH)로부터 상표명 "세프로텍 리지다이저(CEPROTEC RIGIDIZER) B"로 입수가능
RIGW	수성 비정질 실리카 분산액, 미국 뉴욕주 나이아가라 폴즈 소재의 유니프랙스 코포레이션으로부터 상표명 "유니프랙스 리지다이저(UNIFRAX RIGIDIZER) W"로

[0088]

	입수가능
SIL1	미국 일리노이주 네이퍼빌 소재의 날코 컴퍼니(Nalco Company)로부터 상표명 "날코 1030"으로 입수가능한 30 중량% 콜로이드성 실리카
SURF1	에톡실화 알킬아민 분산제, 날코 컴퍼니로부터 상표명 "날코 8493"으로 입수가능
SURF2	비이온성 계면활성제, 미국 뉴욕주 플로렐 파크 소재의 바스프 코포레이션(BASF Corp.)으로부터 상표명 "이코놀(ICONOL) TDA-9"로 입수가능
PHOS	인산, 시약 등급 분석치: 86.9%, 미국 뉴저지주 펄립스버그 소재의 제이. 티. 베이커(J. T. Baker)로부터 입수가능
CAL	콜로이드성 알루미늄, 20 중량%의 Al_2O_3 , 미국 매사추세츠주 에쉬랜드 소재의 니아콜 나노테크놀로지스(Nyacol Nanotechnologies)로부터 상표명 "니아콜 AL20"으로 입수가능

[0089]

- [0090] 시험 방법:
- [0091] 유연성 시험:
- [0092] 시험할 시편은 2.5 cm (1 인치) 폭 × 18 cm (7 인치) 길이의 스트립을 형성하도록 크기를 정하는데(전형적으로는, 절단하는데), 존재하는 임의의 보강 조성물이 18 cm (7 인치) 측(즉, 처리된 에지)을 따라 놓이게 한다. 6.4 cm (2.5 인치) 직경의 스틸 맨드릴을 시편으로 길이 방향으로 감싸는데, 이 경우 처리된 에지(있다면)가 맨드릴의 둘레를 감싸도록 한다. 시편이 절반으로 크랙이 형성되거나 큰 용기 부분으로 나누어지지 않고서 맨드릴의 둘레의 형상을 따른다면, 시편은 이 시험을 통과한 것이다. 작은 정도의 표면 크랙은 허용된다. 시편의 전체 두께의 대부분을 관통하여 크랙이 형성되는 시편은 실패로 간주한다.
- [0093] 저온 침식 시험
- [0094] 처리된 에지의 완전성(integrity)을 유지하면서, 시험할 시편을 2.54 cm × 2.54 cm (1 인치 × 1 인치) 크기의 정사각형으로 절단하고, 칭량하고, 원하는 장착 밀도(mount density)를 얻기 위하여 금속 스페이서를 사용하여 그리고 처리된 에지를 노출된 상태로 두고서 2개의 금속 플레이트(니켈/크롬 합금, 미국 웨스트 버지니아주 헌팅톤 소재의 인코 알로이즈 인터내셔널(Inco Alloys International)로부터 상표명 "인코넬(INCONEL) 601"로 입수가능) 사이에 수평으로 장착한다. 장착 밀도는 시편을 금속 스페이서들 사이에서 균일한 두께로 고르게 압축함으로써 달성된다. 이어서, 시편의 평량을 압축된 시편의 두께로 나눈 것으로 장착 밀도를 계산한다. 생성된 어셈블리를 800℃에서 2시간 동안 가열하고, 이어서 실온으로 냉각시킨다. 결합체의 번아웃 후의 중량을 기록한다.
- [0095] 이어서, 분당 20 사이클의 속도로 24시간 동안 매트 처리된 에지에 걸쳐 좌우로 왕복하는 에어 제트의 정면 3.8 mm 거리에 이 어셈블리를 위치시킨다. 공기 제트는 시편의 처리된 에지 상에 178 m/sec의 속도로 충돌한다. 시편을 다시 칭량하여 중량 손실을 측정한다. 결합체의 번아웃 후의 중량 손실을 시험 시간으로 나누어 침식 속도를 결정하고, 시간당 손실된 그램(g/hr) 단위로 기록한다.
- [0096] 고온 침식 시험:
- [0097] 처리된 에지의 완전성을 유지하면서, 시험할 시편을 2.54 cm × 2.54 cm (1 인치 × 1 인치) 크기의 정사각형으로 절단하고, 칭량하고, 원하는 장착 밀도를 얻기 위하여 금속 스페이서를 사용하여 그리고 처리된 에지를 노출된 상태로 두고서 2개의 금속 플레이트(니켈/크롬 합금, 미국 웨스트 버지니아주 헌팅톤 소재의 인코 알로이즈 인터내셔널로부터 상표명 "인코넬 601"로 입수가능) 사이에 수평으로 장착한다. 생성된 어셈블리를 800℃에서 2시간 동안 가열하고, 이어서 실온으로 냉각시킨다. 결합체의 번아웃 후의 중량을 기록한다.
- [0098] 이어서, 분당 20 사이클의 속도로 24시간 동안 매트 처리된 에지에 걸쳐 좌우로 왕복하고 500℃로 가열된 에어 제트의 정면 3.8 mm 거리에 이 어셈블리를 위치시킨다. 공기 제트는 시편의 처리된 에지 상에 178 m/sec의 속도로 충돌한다. 상부 금속 플레이트는 800℃로 가열하고, 하부 금속 플레이트는 475℃로 가열한다. 24시간 후에, 시편을 냉각시키고, 시편을 다시 칭량하여 중량 손실을 측정한다. 결합체의 번아웃 후의 중량 손실을 시험 시간으로 나누어 침식 속도를 결정하고, 시간당 손실된 그램(g/hr) 단위로 기록한다.
- [0099] 실시예 1A 내지 실시예 23과 비교예 A 내지 비교예 G
- [0100] 하기 절차에 따라 다양한 에지 처리제를 MAT1에 적용하였다. 에지 처리 재료를 표시된 용매(들)에 용해하고, 하룻밤 안정되게 두었다.
- [0101] MAT1의 18 cm (7 인치) × 18 cm (7 인치)의 시편을 통상의 롤(roll)로부터 절단하였다. 각각의 샘플의 한쪽 에지를 표 2에 표시된 용액을 담고 있는 얇은 팬(pan) 내로 디핑하였다. 팬은 23 cm × 30.5 cm (9 인치 × 12 인치)였으며 깊이가 약 2.5 cm (1 인치)였다. 팬을 약간 기울인(15도) 상태로 하여, 팬의 23 cm (9 인치) 측으로 용액을 집중시켰다. 전형적으로, 모세관 작용으로 용액이 지지 매트 내로 끌고루 위킹(wick)하게 하기에 5 초 미만은 충분한 시간이었다. 이 절차를 각각의 실험 조건에 대하여 반복하였다. 샘플들을 용액에 디핑한 후, 이들을 실온에서 하룻밤 건조되게 두었다.
- [0102] 매트 내로의 흡수를 돕기 위하여, 수계 용액 100 g당 두 방울의 SURF1을 첨가하였다. 적용 전에, 수계 용액 및 팬을 80℃로 가열하였다. 다른 용매 중의 샘플들은 실온에서 적용하였다. 이 시편들을 저온 침식 시험에 따라 시험하였다. 장착 밀도는 0.7 g/cm²였다. 관찰된 침식 속도(g/hr)가 (하기의) 표 2에 기록되어 있으며, 여기서 실시예 17 내지 실시예 23 및 비교예 G는 단일 데이터 지점들을 나타내며, 따라서 표준 편차를 계산할 수 없다.

표 2

예	용액			코팅 중량 (g)		침식 속도 (g/hr) (표준 편차 (g/hr))	유연성 시험 (통과/실패)
	재료	추가된 용매	고형물 중량%	습윤	계산된 건조 부가 중량		
비교예 A	없음	없음	적용되지 않음	적용되지 않음	적용되지 않음	0.0356 (0.0064)	통과
비교예 B1	RIGW	없음	30	10.5	3.15	0.002 (0.0005)	NM
비교예 B2	RIGW	없음	30	10	3.0	NM	실패
비교예 B3	RIGW	없음	30	5	1.5	NM	실패
비교예 C1	RIGB	없음	30	10.35	3.15	0.0018 (0.0006)	NM
비교예 C2	RIGB	없음	30	10	3.0	NM	실패
비교예 C3	RIGB	없음	30	5	1.5	NM	실패
1A	붕산	메탄올	20	9	1.8	0.0066	NM
1B	붕산	메탄올	20	10	2.0	NM	통과
1c	붕산	메탄올	20	5	1.0	NM	통과
2A	붕산	메탄올/ 글리세롤 (90:10)	20	12	2.4	0.0014	NM
2B	붕산	메탄올/ 글리세롤 (90:10)	20	10	2.0	NM	통과
2c	붕산	메탄올/ 글리세롤 (90:10)	20	5	1.0	NM	통과
3A	붕산	에탄올	12	10	1.2	0.0007	통과

[0103]

3B	붕산	에탄올	12	5	0.6	NM	통과
4A	붕산	글리세린	20	9.8	1.96	0.0014	NM
4B	붕산	글리세린	20	10	2.0	NM	통과
4c	붕산	글리세린	20	5	1.0	NM	통과
5A	붕산	물	10	6.9	0.69	0.0086 (0.0008)	NM
5B	붕산	물	10	10	1.0	NM	통과
5c	붕산	물	10	5	0.5	NM	통과
6A	붕산	물	4	9.8	0.39	0.0058 (0.0000)	NM
6B	붕산	물	4	10	0.4	NM	통과
6c	붕산	물	4	5	0.2	NM	통과
7A	붕산	물	8	9.9	0.79	0.0018 (0.0006)	NM
7B	붕산	물	8	10	0.8	NM	통과
7c	붕산	물	8	5	0.4	NM	통과
8A	붕산	물	12	9.8	1.18	0.0022 (0.0013)	NM
8B	붕산	물	12	10	1.2	NM	통과
8c	붕산	물	12	5	0.6	NM	통과
9A	붕산	물	12	4.9	0.59	0.0019 (0.0008)	NM
9B	붕산	물	12	10	1.2	NM	통과
9c	붕산	물	12	5	0.6	NM	통과
10A	붕산	물/에틸렌 글리콜 (98:2)	9.8	4.85	0.47	0.001 (0.0009)	NM
10B	붕산	물/에틸렌 글리콜 (98:2)	9.8	10	0.98	NM	통과

[0104]

10c	붕산	물/에틸렌 글리콜 (98:2)	9.8	5	0.49	NM	통과
비교예 D	BX	물	10	10.3	1.03	0.0106 (0.0068)	실패
11A	BX	물/에틸렌 글리콜 (98:2)	10	10	1.0	0.0011 (0.0003)	통과
11B	BX	물	10	5	0.5	0.0011 (0.0003)	통과
비교예 E	암모늄 펜타보레이트 옥타하이드레이트	메탄올	10	10.8	1.08	0.0033 (0.0015)	실패
12A	암모늄 펜타보레이트 옥타하이드레이트	물/글리세 롤 (98:2)	10	10	1.0	0.0008 (0.0006)	통과
12B	암모늄 펜타보레이트 옥타하이드레이트	메탄올	10	5	0.5	0.0015 (0.0002)	통과
비교예 F	포타슘 테트라보레이트 테트라하이드레이트	물	10	10	1.0	0.0031 (0.0015)	실패
13A	포타슘 테트라보레이트 테트라하이드레이트	물/글리세 롤 (98:2)	10	10	1.0	0.0004 (0.0004)	통과
13B	포타슘 테트라보레이트 테트라하이드레이트	물	10	5	0.5	0.0011 (0.0003)	통과
14A	MAP	물	10	9.3	0.93	0.0015 (0.0003)	NM
14B	MAP	물	10	10	1.0	NM	통과
14C	MAP	물	10	5	0.5	NM	통과
15A	붕산 87%, SIL1 13%	물/에틸렌 글리콜 (98:2)	10.3	3.96	0.41	0.0013 (0.0005)	NM

15B	붕산 87%, SIL1 13%	물/에틸렌 글리콜 (98:2)	10.3	10	1.03	NM	통과
15C	붕산 87%, SIL1 13%	물/에틸렌 글리콜 (98:2)	10.3	5	.052	NM	통과
16A	붕산 78%, SIL1 22%	물/에틸렌 글리콜 (98:2)	10.6	3.78	0.40	0.0008 (0.0000)	NM
16B	붕산 78%, SIL1 22%	물/에틸렌 글리콜 (98:2)	10.6	10	1.06	NM	통과
16C	붕산 78%, SIL1 22%	물/에틸렌 글리콜 (98:2)	10.6	5	0.53	NM	통과
17	PHOS	NA	NA	9.2	NA	0.0004	통과
18	PHOS 83%, SIL1 17%	물	NA	21	NA	0.0006	통과
19	PHOS 71%, SIL1 29%	물	NA	23	NA	0.0004	통과
20	PHOS 63%, SIL1 37%	물	NA	24	NA	0.0008	통과
21	PHOS 55%, SIL1 45%	물	NA	25	NA	0.0008	통과
22	PHOS 50%, SIL1 50%	물	NA	26	NA	0.0004	통과
비교예 G	CAL	NA	30	9.6	2.88	0.0008	실패
23	PHOS 83%, CAL 17%	물	NA	17	NA	0.0008	통과

실시예 24 및 실시예 25와 비교예 H 및 비교예 I

하기 절차에 따라 다양한 예지 처리제를 MAT4에 적용하였다. 예지 처리 재료를 표시된 용매(들)에 용해하고, 하룻밤 안정되게 두었다.

MAT4의 18 cm (7 인치) × 18 cm (7 인치)의 시편을 통상의 물로부터 절단하였다. 각각의 샘플의 한쪽 예지를 표 3에 표시된 용액 약 10 g을 담고 있는 얇은 팬 내로 디핑하였다. 팬은 23 cm × 30.5 cm (9 인치 × 12 인치)였으며 깊이가 약 2.5 cm (1 인치)였다. 팬을 약간 기울인(15도) 상태로 하여, 팬의 23 cm (9 인치) 측으로 용액을 집중시켰다. 전형적으로, 모세관 작용으로 용액이 지지 매트 내로 골고루 위킹하게 하기에 5초 미만은 충분한 시간이었다. 이 절차를 각각의 실험 조건에 대하여 반복하였다. 샘플들을 용액에 디핑한 후, 이들을

실온에서 하룻밤 건조되게 두었다.

[0110] 매트 내로의 흡수를 돕기 위하여, 수계 용액 100 g당 두 방울의 SURF1을 첨가하였다. 적용 전에, 수계 용액 및 팬을 80℃로 가열하였다. 다른 용매 중의 샘플들은 실온에서 적용하였다. 이 시편들을 저온 침식 시험에 따라 시험하였다. 장작 밀도는 0.245 g/cm³였다. 관찰된 침식 속도(g/hr)가 (하기의) 표 3에 기록되어 있다.

표 3

예	용액			코팅 중량 (g)		침식 속도 (g/hr) (표준 편차 (g/hr))	유연성 시험 통과/실패
	재료	추가된 용매	고형물 중량%	습윤	계산된 건조 부가 중량		
비교예 H	없음	없음	적용되지 않음	적용되지 않음	적용되지 않음	0.0111 (0.0022)	통과
24	붕산	에탄올	10	9.9	0.99	0.0011 (0.0002)	통과
25	암모늄 펜타보레이트 옥타하이드레이트	메탄올	10	9.8	0.98	0.0011 (0.0003)	통과
비교예 I	포타슘 테트라보레이트 테트라하이드레이트	불	10	9.7	0.97	0.0006 (0.0002)	실패

[0111]

[0112] 실시예 26 내지 실시예 31과 비교예 J

[0113] 하기 절차에 따라 다양한 예지 처리제를 MAT5에 적용하였다. 예지 처리 재료를 표시된 용매(들)에 용해하고, 하룻밤 안정되게 두었다.

[0114] MAT5의 18 cm (7 인치) × 18 cm (7 인치)의 시편을 통상의 롤로부터 절단하였다. 각각의 샘플의 한쪽 예지를 표 4에 표시된 용액 5 g을 담고 있는 얇은 팬 내로 디핑하였다. 팬은 23 cm × 30.5 cm (9 인치 × 12 인치)였으며 깊이가 약 2.5 cm (1 인치)였다. 팬을 약간 기울인(15도) 상태로 하여, 팬의 23 cm (9 인치) 측으로 용액을 집중시켰다. 전형적으로, 모세관 작용으로 용액이 지지 매트 내로 골고루 위킹하게 하기에 5초 미만은 충분한 시간이었다. 이 절차를 각각의 실험 조건에 대하여 반복하였다. 샘플들을 용액에 디핑한 후, 이들을 실온에서 하룻밤 건조되게 두었다.

[0115] 매트 내로의 흡수를 돕기 위하여, 수계 용액 100 g당 두 방울의 SURF2를 첨가하였다. 적용 전에, 수계 용액 및 팬을 80℃로 가열하였다. 시편들을 저온 침식 시험에 따라 시험하였다. 장작 밀도는 0.59 g/cm³였다. 관찰된 침식 속도(g/hr)가 (하기의) 표 4에 기록되어 있다. 실시예 21의 경우, 매트를 먼저 2 g의 10% MAP 내로 디핑하고, 이어서 여전히 젖어 있는 동안 3 g의 10% 붕산 용액 조(80℃) 내로 디핑하였다.

표 4

예	용액			코팅 중량 (g)		침식 속도 (g/hr) (표준 편차 (g/hr))	유연성 시험 통과/실패
	재료	추가된 용매	고형물 중량%	습윤	계산된 건조 부가량		
비교예 J	없음	없음	적용되지 않음	적용되지 않음	적용되지 않음	0.0151 (0.0022)	통과
26	붕산	물	10	5	0.5	0.0007 (0.0002)	통과
27	MGPPOS	물	31	5	1.55	0.0004 (0.000)	통과
28	붕산 60%, MAP 40%	물	적용되지 않음	5	0.5	0.0014 (0.0007)	통과
29	붕산 27%, 질산마그네슘 73%	물	10	5	0.5	0.001 (0.0007)	통과
30	붕산	물	10	1.7	0.17	0.0025 (0.0004)	통과
31	MAP	물	10	2.1	0.21	0.0013 (0.000)	통과

[0116]

[0117]

실시예 32와 비교예 K

[0118]

하기 절차에 따라 예지 처리제를 MAT1에 적용하였다. 예지 처리 재료를 표시된 용매에 용해하고, 하룻밤 안정되게 두었다.

[0119]

MAT1의 18 cm (7 인치) × 18 cm (7 인치)의 시편을 통상의 롤로부터 절단하였다. 각각의 샘플의 한쪽 예지를 표 5에 표시된 용액 약 10 g을 담고 있는 얇은 팬 내로 디핑하였다. 팬은 23 cm × 30.5 cm (9 인치 × 12 인치)였으며 깊이가 약 2.5 cm (1 인치)였다. 팬을 약간 기울인(15도) 상태로 하여, 팬의 23 cm (9 인치) 측으로 용액을 집중시켰다. 전형적으로, 모세관 작용으로 용액이 지지 매트 내로 골고루 위킹하게 하기에 5초 미만은 충분한 시간이었다. 이 절차를 각각의 실험 조건에 대하여 반복하였다. 샘플들을 용액에 디핑한 후, 이들을 실온에서 하룻밤 건조되게 두었다.

[0120]

시편들을 고온 침식 시험에 따라 시험하였다. 장착 밀도는 0.7 g/cm²였다. 관찰된 침식 속도(g/hr)가 (하기의) 표 5에 기록되어 있다.

표 5

예	용액			코팅 중량 (g)		침식 속도 (g/hr)	유연성 시험 통과/실패
	재료	추가된 용매	고형물 중량%	습윤	계산된 건조 부가량		
비교예 K	없음	없음	적용되지 않음	적용되지 않음	적용되지 않음	0.0733	통과
32	붕산	에탄올	12	10	1.2	0.0013	통과

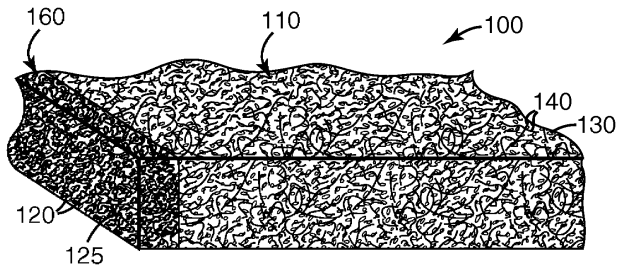
[0121]

[0122]

본 발명의 다양한 변형 및 변경은 본 발명의 범주 및 사상으로부터 벗어남이 없이 당업자에 의해 이루어질 수 있으며, 본 발명이 본 명세서에 나타난 예시적인 실시 형태들로 부당하게 제한되지 않음을 이해하여야 한다.

도면

도면1



도면2

