



(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2009년04월01일  
(11) 등록번호 10-0891258  
(24) 등록일자 2009년03월24일

(51) Int. Cl.

C03C 25/42 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2004-7001164  
(22) 출원일자 2004년01월26일  
    심사청구일자 2007년07월23일  
    번역문제출일자 2004년01월26일  
(65) 공개번호 10-2004-0035692  
(43) 공개일자 2004년04월29일  
(86) 국제출원번호 PCT/FR2002/002644  
    국제출원일자 2002년07월24일  
(87) 국제공개번호 WO 2003/010106  
    국제공개일자 2003년02월06일  
(30) 우선권주장  
    01/09902 2001년07월25일 프랑스(FR)

(56) 선행기술조사문헌

JP13039740 A  
EP1044935 A

전체 청구항 수 : 총 15 항

심사관 : 장낙용

(54) 미세 다공성 또는 중간 다공성 코팅을 구비한 광물성 섬유, 이들을 포함하는 제품 및 이들을 형성하는 방법

### (57) 요약

본 발명은, 광물성 미세 다공성 또는 중간 다공성 코팅을 필수적으로 구비한 광물 섬유와, 상기 섬유와, 선택적으로 결합제와 같은 유기 성분을 포함하고, 비표면적은 적어도  $10\text{m}^2/\text{g}$ , 특히 적어도  $30\text{m}^2/\text{g}$ 인 제품에 관한 것이다. 본 발명은 또한 이러한 코팅 섬유를 형성하는 방법에 관한 것으로, 이 방법은, 유기 결합기 (organic assembling group)와, 미세 다공성 또는 중간 다공성 코팅을 구성하는 물질의 적어도 하나의 선구물질의 조성물과 맨 섬유를 접하게 하는 단계와, 유기 결합기 둘레에서 선구물질 분자의 중합 또는 침전 및 성장 단계와, 유기 결합기의 제거 단계를 포함한다. 본 발명은 또한, 기체와 액체의 촉매 반응, 광 촉매 반응, 여과 및 처리시 상기 코팅 섬유의 용도뿐만 아니라,  $900^\circ\text{C}$  이상의 높은 온도에서, 이러한 조건에서 그 두드러진 강도를 이용한 코팅 섬유의 용도에 관한 것이다.

(72) 발명자

르페브르, 디디에르

프랑스, 르 월리 에프-91940, 래지댕스 르 브와 뒤  
르와, 13

마르샤, 아르노

프랑스, 에코위앵 에프-95440, 뤄 뒤 30 아우, 3  
라르뤼, 올리비에

프랑스, 월휘스 에프-68100, 월르바르 알프레-  
왈수, 4

포스, 안느-카트리느

프랑스, 월휘스 에프-68100, 뤄 드 부르고근, 23

발슈, 발렌티, 빼

프랑스, 일퓌르트 에프-68720, 뤄트 드 월휘스, 27

빼타링, 조엘

프랑스, 플락스랑뎅 에프-68720, 뤄 드 메를, 10

## 특허청구의 범위

### 청구항 1

광물성 코팅을 구비하며, 상기 광물성 코팅은 Si, W, Sb, Ti, Zr, Ta, V, B, Pb, Mg, Al, Mn, Co, Ni, Sn, Zn, In, Fe 및 Mo의 원소 중 적어도 한 가지 원소의 화합물을 포함하고, 공동의 치수가 0.2 내지 50nm의 미세 다공성 또는 중간 다공성 코팅인 것을 특징으로 하는 광물 섬유.

### 청구항 2

제 1항에 있어서, 유리 또는 실리카로 구성된 광물 섬유.

### 청구항 3

제 1항 또는 제 2항에 기재된 섬유와 유기 성분을 포함한 제품으로서,

적어도  $10\text{m}^2/\text{g}$ 의 비표면적을 갖는, 제품.

### 청구항 4

제 3항에 있어서, 매트, 직물 (web), 펠트 (felt), 울, 잘게 절단된 섬유, 연속적인 얀 (yarn), 또는 직포 (woven) 형태인, 제품.

### 청구항 5

제 3항에 기재된 제품을 얻기 위해, 섬유 위에 미세 다공성 또는 중간 다공성 코팅을 형성하는 방법으로서,

상기 섬유를, 유기 결합기 (organic assembling group)와, 상기 미세 다공성 또는 중간 다공성 코팅을 구성하는 물질의 선구물질의 조성물과 접하게 하는 단계와,

유기 결합기의 둘레에서 선구물질 분자의 중합 또는 침전 및 성장 단계와,

유기 결합기의 제거 단계를

포함하는, 섬유 위에 미세 다공성 또는 중간 다공성 코팅을 형성하는 방법.

### 청구항 6

제 5항에 있어서, 90 내지 150°C의 핵 형성 온도와, 이 다음 150 내지 190°C의 결정 성장 온도가 연속해서 사용되는, 섬유 위에 미세 다공성 또는 중간 다공성 코팅을 형성하는 방법.

### 청구항 7

제 1항에 기재된 섬유로서,

올레핀 산화를 위해, 상기 섬유의 미세 다공성 또는 중간 다공성 망상조직에 전이 원소가 삽입되어 있는, 섬유.

### 청구항 8

제 1항에 기재된 섬유로서,

산 촉매 반응에서 탄화수소의 분해를 위해, 상기 섬유의 미세 다공성 또는 중간 다공성 망상조직에 Al이 삽입되어 있는, 섬유.

### 청구항 9

제 1항에 기재된 섬유로서,

촉매 반응 또는 광 촉매 반응에서, 상기 섬유의 상기 미세 다공성 또는 중간 다공성 망상조직에, Ni, Mo, Pd, Ag, Cu 또는 Fe 금속 클러스터, 또는 상기 금속 산화물의 클러스터, 또는  $\text{TiO}_2$ 가 포함되어 있는, 섬유.

### 청구항 10

제 1항에 기재된 센유로서,

중금속 여과 또는 비산염 (arsenate) 등으로 구성된 폐기물 정화시, 티올기에 의해 표면부가 작용기화된, 센유.

### 청구항 11

제 1항에 기재된 센유로서,

연소되지 않은 기체 CO, 또는  $\text{NO}_x$ 와  $\text{SO}_x$ 의 양을 줄이기 위한 촉매 반응에서 사용되는, 센유.

### 청구항 12

제 1항에 기재된 센유로서,

기체 중 먼지 제거에 사용되는, 센유.

### 청구항 13

제 1항에 기재된 센유로서,

산업용 기체 처리에 사용되는, 센유.

### 청구항 14

제 1항에 기재된 센유로서,

환기 및 가열 장치, 청정실, 운송 수단의 승객실 또는 이와 다른 밀폐된 곳 (enclosure)의 틸취에 사용되는, 센유.

### 청구항 15

삭제

### 청구항 16

제 1항에 기재된 센유로서,

연소되지 않은 기체 CO, 및  $\text{NO}_x$ 와  $\text{SO}_x$ 의 양을 줄이기 위한 촉매 반응에서 사용되는, 센유.

### 청구항 17

삭제

## 명세서

### 기술분야

<1>

본 발명은 광물성 센유에 공동의 치수가 0.2 내지 50nm 범위로부터 선택된 광물성 코팅을 생성하는 것에 관한 것이다. 나머지 설명 부분에서, "미세 다공성"이라는 용어는 치수가 0.2 내지 2nm인 공동을 나타내고, "중간 다공성"이라는 용어는 치수가 2 내지 50nm인 공동을 나타낸다. 비표면적이 증가한 이러한 센유는, 특히 액체 또는 기체 폐기물의 처리 또는 여과 분야에서, 훌륭한 촉매 지지체 또는 흡수 성분을 구성할 수 있다.

### 배경기술

<2>

이들의 촉매 또는 광촉매 활성은 여러 가지 변형된 형태의 중간 다공성 실리카, 즉 올레핀 산화를 위한 이들 실리카 망상조직에 대한 전이 원소의 삽입, 산 촉매 반응, 예를 들어 탄화수소의 분해를 위한 알루미늄의 삽입, 광촉매를 위한 Ni, Mo, Pd, Ag, Cu 또는 Fe 금속 클러스터, 또는 이들 금속 산화물의 클러스터, 또는  $\text{TiO}_2$ 의 포함으로부터 나타날 수 있다

<3>

중금속 여과 분야에서, 티올기 (thiol group)에 의한 표면부의 작용기화 (functionalization)를 통해 우수한 수율을 얻을 수 있다. 이러한 센유는 또한 비산염 (arsenate)과 같은 화합물을 함유한 폐기물을 정화시키는데 사용될 수 있다.

- <4> 용도의 몇 가지 예로서, 연소되지 않은 기체 CO와, 또한 프로판 연소시  $\text{NO}_x$ 와  $\text{SO}_x$ 의 양을 줄이기 위한 촉매 반응, 기체 중 존재하는 비교적 미세한 먼지의 제거, 600 내지  $900^{\circ}\text{C}$  정도의 높은 온도에서 일어나는 촉매 반응(특히, 산업용 고온 기체의 처리 분야), 환기 및 가열 장치, 청정실 및 운송 수단의 승객실에서의 탈취를 또한 예로 들 수 있다.
- <5> 이미 알려진 바와 같이, 공동의 치수가 1.5mm (제올라이트의 최대 치수)를 초과하는 분말 또는 과립 형태의 물질이 모빌사에 의해 M41S라는 상표명으로 판매된다. 이러한 물질은 촉매 분야에서 탐구되어 졌다. 이는, 이들의 매우 높은 비표면적, 공동 크기의 단일분산성, 이를 다공성 망상조직의 낮은 뒤틀림성이 공동 내에서 종의 높은 활성, 높은 선택성 및 신속한 확산을 각각 보장하기 때문이다. 이를 공동의 비교적 큰 크기는 크기가 큰 화합물을 필요로 하는 촉매 반응에 이들을 특히 적합하게 한다.
- <6> 출원서 EP-1 044 935 A1에는 산성 에칭과 같이 감하는 공정 (subtractive process)을 통해 유리 섬유에 직접 공동을 만드는 것이 기술되어 있다. 특히 문서 WO-99/37705 A1에는 물질 전체가 다공성을 띠는 섬유를 얻기 위한 조성물의 방적 가능성 (spinnability) 또는 방사 가능성 (drawability)이 명시되어 있다. 이러한 두 가지 유형의 섬유는 비교적 부서지기 쉽고, 개선될 수 있는 응집도를 나타내며, 한정된 기계적 특성을 갖는다.
- <7> 특히 US-5 834 114에는 폐돌 수지를 이용한 유리 섬유의 코팅, 이의 교차 결합 및 탄화를 통해, 수지로 이루어진 코팅에 공동의 생성이 기술되어 있다. 이 문서에는 탄화 파라미터를 어느 방향으로 조절하는 것이 얻어진 공동의 크기를 다소 적절하게 하는지에 관해서는 명시되어 있지 않다. 또한, 다공성 코팅의 성질과 이를 얻기 위한 방법이 주어진 경우, 예를 들어 섬유가 대부분 마찰에 노출되는 경우, 불충분한 기계적 특성, 특히 내마모성을 예상할 수 있다.

### 발명의 상세한 설명

- <8> 따라서, 본 발명은 매트, 직물 (web), 직포 (woven), 펠트 (felt) 등과 같이 기계 강도가 높은 형태로 될 수 있는, 미세 다공성 또는 중간 다공성의 표면을 갖는 섬유에 관한 것이다 (필요한 경우, 섬유는 결합제와 결합됨). 보다 구체적으로, 본 발명의 목적은, 이러한 제품을 섬유의 변환에 적합하도록 하는 것으로, 그 비표면적은 앞에 명시한 구상된 용도를 통해 필요한 만큼 증가하고, 높은 기계 강도와 미세 다공성 또는 중간 다공성은, 기계적 응력, 마모, 고온, 부식 및 여러 가지 형태의 화학 작용의 필요한 사용 조건에서 오랜 시간 지속되고, 이는 활성체, 촉매 등에 대해 불활성이고, 공동에 삽입, 또는 심지어 결합될 수 있다.
- <9> 이를 위해, 본 발명의 주제는 광물성 미세 다공성 또는 중간 다공성 코팅을 필수적으로 구비한 광물 섬유이다. 따라서, 광물 섬유의 홀륭한 고유 기계 특성은 기본적으로 다공성 코팅의 광물 성질에 의해 제공된 기계 강도 및 내화학성과 결합하고, 섬유와 그 코팅은 모두 광물성일 뿐만 아니라, 섬유와 코팅의 접착을 향상시킨다. 이러한 성질은 여러 질량의 고체 입자가 함유되어 있을 수 있는 액체 또는 기체 흐름이 비교적 높은 압력에서 섬유 물질과 접한 용도에서 이상적으로 사용될 것으로 쉽게 이해될 것이다.
- <10> 바람직한 실시예에 따라, 본 발명의 섬유는 유리 또는 실리카로 구성된다.
- <11> 미세 다공성 또는 중간 다공성 코팅은, Si, W, Sb, Ti, Zr, Ta, V, B, Pb, Mg, Al, Mn, Co, Ni, Sn, Zn, In, Fe 및 Mo의 원소 중 적어도 한 가지 원소의 적어도 하나의 화합물 (적절한 경우, O, S, N, C 등과 같은 원소와 공유 결합되어 있음)을 주성분으로 한다.
- <12> 본 발명의 주제는 또한 상술된 이와 같은 섬유와, 선택적으로 비표면적이 적어도  $10\text{m}^2/\text{g}$ , 특히 적어도  $30\text{m}^2/\text{g}$ 인 결합제와 같은 유기 구성성분을 포함한 제품이다. 비표면적은 액체 질소 온도에서 등온  $\text{N}_2$  흡수 측정을 통해 유도되고, BET 모델을 사용해서 계산된다. 이 제품은 매트, 직물, 펠트, 울, 잘게 절단된 섬유, 연속적인 (특히 감긴) 얀 (yarn), 또는 직포 형태인 것이 가장 적합하다.
- <13> 본 발명의 다른 주제는 상술된 제품을 얻기 위해, 미세 다공성 또는 중간 다공성 코팅을 섬유에 형성하는 방법이다. 이 방법은,
- <14> 섬유를, 유기 결합기 (organic assembling group)와, 미세 다공성 또는 중간 다공성 코팅을 구성하는 물질의 적어도 하나의 선구물질의 조성물과 접하게 하는 단계와,
- <15> 유기 결합기 둘레에서 선구물질 분자의 중합 또는 침전 및 성장 단계와,
- <16> 유기 결합기의 제거 단계를

- <17> 포함한다.
- <18> 아래 예 4를 통해 예시된 유리한 실행 방법에 따라, 90 내지 150°C의 핵형성 (결정의 핵형성) 온도와, 150 내지 190°C의 결정 성장 온도가 연속적으로 사용된다.
- <19> 본 발명의 추가 주제는, 기체 또는 액체의 여과 또는 처리시, 촉매 반응, 광촉매 반응에서 코팅 섬유의 용도와, 고온 (즉, 적어도 900°C)에서 그 사용방법, 및 본 출원서의 도입부에서 상세하게 명시된 용도와 사용방법이다. 특히, 고온에서 본 발명의 섬유의 두드러진 강도를 강조해야만 한다.
- <20> 본 발명은 실행 예의 다음 기술을 통해 예시된다.

### 실시예

- <21> (예 1)
- <22> 유리 섬유 직물 (web of glass fibre)은 아래 기술된 처리를 거쳤다. 이 직물은 3% 전분의 중량 함량, 12 $\mu$ m의 평균 섬유 직경, 0.2m<sup>2</sup>/g 미만의 비표면적, 다음 섬유 조성 (중량% 단위)으로 정의될 수 있다.
- <23> - SiO<sub>2</sub>: 66.02
- <24> - Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: 3.4
- <25> - CaO: 7
- <26> - MgO: 2.95
- <27> - Na<sub>2</sub>O: 15.85
- <28> - K<sub>2</sub>O: 0.7
- <29> - B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: 4.5
- <30> - TiO<sub>2</sub>: 0.17
- <31> - Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: 0.17
- <32> - SO<sub>3</sub>: 0.25
- <33> 폭이 40cm인 직물 조각은 분무 또는 잠김 (immersion)을 통해 용액으로 연속 코팅되었다. 이 용액은, Si(OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>4</sub> (테트라에톡시실란, 줄여서 TEOS) 1 몰 당, pH 2의 물 10ml (HCl로 조절)와, 96% 에탄올 40 몰과, BASF사에 의해 PLURONIC PE 6200이라는 등록 상표 마크로 판매되는 폴리옥시에틸렌/폴리옥시프로필렌 블록 공중합체 x 몰을 함유했다.
- <34> 이러한 분무 또는 잠김 후에, 직물은 10분 동안 200°C의 인라인 오븐을 통과했다.
- <35> 이 다음, 직물은
- <36> 실온에서 350°C/h의 속도로 175°C까지 온도를 증가시키는 단계와,
- <37> 175°C의 온도에서 2시간 동안 유지하는 단계와,
- <38> 175°C에서 50°C/h의 속도로 400°C까지 증가시키는 단계와,
- <39> 400°C의 온도에서 12시간 동안 유지하는 단계를
- <40> 포함하는 열 처리를 거쳤다.
- <41> 이 열 처리는 블록 공중합체 (결합기 둘레에서 실리카 선구물질 TEOS의 중합이 중합되었음)로 이루어진 유기 결합기를 제거하기 위한 것이었다. 이 제거는 다공성 망상조직을 제 자리에 남겨두었다.
- <42> 열 처리는 직물에 처음 존재하는 전분을 제거하는 다른 효과가 있었다.
- <43> 전분의 초기 중량만큼 감소된, 직물의 초기 중량에 대한 증착 코팅의 중량%, 이와 같이 처리된 직물의 비표면적

(앞에 기술한 바와 같이 측정), 및 공동의 평균 직경은, BJH 모델에 따른 탈착 등온선 (desorption isotherm)을 이용해서 측정되었다. 이 결과는 아래 표에 나타나 있는데, 여기서 x는 TEOS 1 를 당 처리 용액에 존재하는 블록 공중합체의 몰 수를 나타낸다.

### 표 1

&lt;44&gt;

(잠김)

x	0.123	0.171	0.245
코팅%	10.6	10.4	11.2
비표면적( $\text{m}^2/\text{g}$ )	38	45	37
공동 직경(nm)	3.6	3.2	3.2

### 표 2

&lt;45&gt;

(분무)

x	0.016	0.049
코팅%	4.9	11.7
비표면적( $\text{m}^2/\text{g}$ )	48	48
공동 직경(nm)	2	3 내지 4

&lt;46&gt;

(예 2)

&lt;47&gt;

비표면적이  $0.3\text{m}^2/\text{g}$  미만인  $2\text{m} \times 0.4\text{m}$ 의 실리카 벨트 시험편을 이전 예에 기술된 용액으로 처리했고, 여기서 x는 0.082였다.

&lt;48&gt;

컨베이어 벨트에 의해  $30\text{m}/\text{h}$ 의 속도로 이동하는 시험편을 용액에 잠금 다음, 계속해서, 제 1 시험편인 경우  $150\text{mm H}_2\text{O}$ 의 진공에 의해 벨트를 통해 흡입하고, 제 2 시험편인 경우  $220\text{mm H}_2\text{O}$ 를 넘는 진공에 의해 벨트를 통해 흡입한 다음, 용매를 증발시키기 위해  $230^\circ\text{C}$ 의 오븐을 통과시켰다.

&lt;49&gt;

다음으로, 앞에서 설명한 다공성 망상조직을 형성하도록 유기 결합기를 제거하기 위해, 예 1에 기술된 것과 동일한 열 순환에 따라 하소시켰다.

&lt;50&gt;

하소 전후 시험편에 의한 중량의 증가를 측정했고, 이 결과는 아래 표 3에 나타나 있다.

### 표 3

&lt;51&gt;

(중량% 증가)

	제 1 시험편	제 2 시험편
하소 전	13	16
하소 후	7	14

&lt;52&gt;

비표면적은 위와 동일한 방법을 통해 측정되었다. 즉, 제 1 시험편과 제 2 시험편에 대해 각각  $86\text{m}^2/\text{g}$ 와  $87\text{m}^2/\text{g}$ 였다. 동일한 순서로, 평균 공동 반경은 각각  $6.7\text{nm}$ 와  $6.8\text{nm}$ 였다. 공동 반경의 합수로 비표면적의 분포가 아래 표에 나타나 있다. 이 표에서, A%는 표시된 공동 반경의 범위와 결합된 비표면적의 비를 나타낸다.

### 표 4

&lt;53&gt; (공동 반경의 함수로 비표면적의 분포)

--부터 (nm)	--까지 (nm)	제 1 시험편 (A%)	제 2 시험편 (A%)
0	1.5	5.7	3.6
1.5	3	54.0	41.7
3	5	29.4	36.4
5	10	8.4	14.3
10	50	1.6	2.0

&lt;54&gt; (예 3)

<55> 다음 조성을 갖는 유리로 제조되고 (중량% 단위) 직경이  $15\mu\text{m}$ 인 직물 섬유를 처리했다.<56> -  $\text{SiO}_2$ : 55.8<57> -  $\text{Al}_2\text{O}_3$ : 13<58> -  $\text{CaO}$ : 23<59> -  $\text{MgO}$ : 0.3<60> -  $\text{Na}_2\text{O}$ : 0.5<61> -  $\text{K}_2\text{O}$ : 0.3<62> -  $\text{B}_2\text{O}_3$ : 6.2<63> -  $\text{TiO}_2$ : 0.11<64> -  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ : 0.12<65> -  $\text{SO}_3$ : 0.57<66> 이 직물은 또한 비표면적이  $0.2\text{m}^2/\text{g}$  미만인 것을 특징으로 한다.

&lt;67&gt; 겔 E라 불리는 조성물이 제조되고, 이 조성물은, 몰 단위로,

&lt;68&gt; 5 TPAOH (테트라-n-프로필암모늄 하이드록사이드)와,

<69> 25  $\text{SiO}_2$ 와,<70> 420  $\text{H}_2\text{O}$ 를 포함했다.

&lt;71&gt; 이를 행하기 위해, 알드리찌사에 의해 LUDOX HS-30이라는 상표명으로 판매되는 30 중량%의 실리카와 70 중량%의 물 혼합물 10.015g과, 물을 용매로 한 20 중량% TPAOH 10.169g을 혼합했다.

<72> 이 혼합물을 앞에서 정의한 일정량의 겔 E에 담가서, 그 질량은 섬유 질량의 6배를 초과했고,  $170^\circ\text{C}$ 에서 6시간 30분 동안 유지했다.<73> TPAOH에서 나온 유기 결합기는 이 경우 플래시 하소 (flash calcination)를 통해 제거되고, 직물은  $480^\circ\text{C}$ 로 예열되고 이 온도에서 2시간 동안 유지된 오븐으로 투입되었다.<74> 비표면적은 앞에서 설명한 방식으로 측정되어,  $140\text{m}^2/\text{g}$ 라는 값을 얻었다. 실리카에 생긴 거의 모든 공동 크기 (직경)는 3 내지  $8\text{\AA}$ 으로, 이 치수는 제올라이트의 특징을 이룬다.<75> 길이가 적어도  $2\text{cm}$ 인 섬유를 다공성 코팅 형성 전후에 직물로부터 분리하고, 각각의 인장 강도를 측정했다. 즉, 각 섬유의 한 말단은 접착 결합되고, 이를 깨뜨리는데 필요한 인장력을 측정했다. 이는 처리 전후, 두 개의 섬

유 작용기에서, 기계적 특성 유지% (percentage retention)로 정의되는, 25%의 평균 기계 잔류자기 (mean mechanical remanence)를 측정할 수 있도록 했다.

<76> (예 4)

<77> 비표면적이 동일하고 조성이 예 3과 동일한 유리 섬유 직물을 처리했다.

<78> 다음 몇 조성을 갖는 두 개의 용액을 제조했다.

<79> 젤 E의 경우 예 3에 나타낸 바와 같이,

<80> 젤 H (4 TPAOH: 25 SiO<sub>2</sub>: 420 H<sub>2</sub>O)와,

<81> 젤 I (3 TPAOH: 25 SiO<sub>2</sub>: 420 H<sub>2</sub>O).

<82> 조성물/섬유의 질량비가 6이 되도록, 일차적으로 비교적 낮은 핵형성 (즉, 결정의 핵형성) 온도(130°C)에서, 다음으로 실제 결정 (즉, 결정의 성장)이 일어나는 이보다 높은 온도 (170°C)에서, 조성물과 섬유를 서로 접하게 했다.

<83> 이러한 작업에 이어, 이전 예에서와 같이, TPAOH에서 나온 유기 결합기의 제거와, 열 처리가 이어지고, 실온에서 200°C까지 30분 동안 증가하고, 이 온도는 1시간 동안 200°C에서 유지되며, 2시간 동안 500°C로 증가해서, 이 온도에서 3시간 동안 유지된 다음, 관성에 의해 실온으로 냉각되었다.

<84> 비표면적은 앞에서 설명한 방식대로 측정되었고, 형성된 코팅의 중량%는, 다공성 코팅/섬유 표준물질과 다른 한편 본 발명에 따라 처리된 섬유를 사용해서, 기준선으로부터 뺀 후 퍼크의 면적을 계산함으로써, X선 회절법을 통해 측정되었다. 이 결과는 아래 표에 나타나 있다.

표 5

<85>

겔	H	I	I	I	I
핵형성	4h-130°C	4h-130°C	3h-130°C	4h-130°C	3h-130°C
결정화	3h-150°C	3h-150°C	1h-170°C	1h-170°C	2h-170°C
SEM 두께	1.1μm	3μm	1μm	2.7μm	2.5μm
비표면적 (m <sup>2</sup> /g)	35	107	30	93	84
섬유의 상태	매우 우수	평균	우수	평균	평균
코팅의 중량%	8.8-10	26.8-30.6	7.5-8.6	23.3-26.6	21-24

<86>

공동 직경은 예 3에서와 같이 거의 대부분 3 내지 8Å이었다. 앞에서 기술한 핵형성 온도와 결정화 온도를 사용하면 코팅을 형성하는데 걸리는 시간을 줄이고 섬유에 대한 다공성 코팅의 접착성을 높일 수 있는 것으로 볼 수 있다. 큰 비표면적을 얻는다.

<87>

예 3에서 정의한 기계 잔류자는 적어도 25%로, 이는 가장 과도한 기계적 응력 조건에서도 제올라이트로의 용도를 관찰할 수 있게 한다.

### 산업상 이용 가능성

<88>

상술한 바와 같이, 본 발명은 매트, 직물 (web), 직포 (woven), 펠트 (felt) 등과 같이 기계 강도가 높은 형태로 될 수 있는, 미세 다공성 또는 중간 다공성의 표면을 갖는 섬유에 관한 것이다.