



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2007년12월20일
(11) 등록번호 10-0787251
(24) 등록일자 2007년12월12일

(51) Int. Cl.

C08K 3/26 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2002-7014374
(22) 출원일자 2002년10월25일
심사청구일자 2006년04월27일
번역문제출일자 2002년10월25일
(65) 공개번호 10-2003-0001453
(43) 공개일자 2003년01월06일
(86) 국제출원번호 PCT/US2001/013663
국제출원일자 2001년04월30일
(87) 국제공개번호 WO 2001/83602
국제공개일자 2001년11월08일
(30) 우선권주장
60/200,343 2000년04월28일 미국(US)

(56) 선행기술조사문헌

US 5506188 A
US 5133878 A
US 4623560 A
US 5547576 A

전체 청구항 수 : 총 33 항

심사관 : 정진성

(54) 여과 물질 처리용 코팅 조성물 및 그의 제조방법

(57) 요 약

중합성 코팅 조성물이 화학적으로 셀룰로스 또는 합성화학물질로 그래프트되고, 결과의 생성물이 여과된 액체 또는 기체를 매연, 고체, 액체 및 다른 오염물질을 제거하여 깨끗하게 유지하여 장치 또는 엔진의 수명을 최대화하는 여과 시스템에서 필터로 이용된다. 코팅은 단량체, 예비중합체, 촉매, 그래프트 개시제 시스템 및/또는 다른 성분의 사용을 포함하는 화학적 그래프트를 사용하여 개발된다. 결과의 코팅은 코튼, 다른 셀룰로스 물질, 합성 물질 및 이들의 조합물을 처리하는데 사용되고, 그래프트-중합화를 제공하여 우수한 접착력의 코튼 섬유, 다른 셀룰로스 섬유, 합성 물질 또는 이들의 조합물에 화학적으로 결합된 중합성 막을 형성하고, 증가된 여과 효율에 관해 섬유에 모든 요구된 특성을 준다.

(72) 발명자

질버만리나

미국뉴욕주브루클린밀애비뉴2186폴리머리서치코퍼레이션오브아메리카내

토타틸풀

미국뉴욕주브루클린밀애비뉴2186폴리머리서치코퍼레이션오브아메리카내

(81) 지정국

국내특허 : 알바니아, 아르메니아, 오스트리아, 오스트레일리아, 아제르바이잔, 보스니아 헤르체고비나, 바베이도스, 불가리아, 브라질, 벨라루스, 캐나다, 스위스, 중국, 쿠바, 체코, 독일, 덴마크, 에스토니아, 스페인, 핀란드, 영국, 그루지야, 헝가리, 이스라엘, 아이슬란드, 일본, 캐나, 키르키즈스탄, 북한, 대한민국, 카자흐스탄, 세인트루시아, 스리랑카, 리베이라, 레소토, 리투아니아, 룩셈부르크, 라트비아, 몰도바, 마다가스카르, 마케도니아공화국, 몽고, 말라위, 멕시코, 노르웨이, 뉴질랜드, 슬로베니아, 슬로바키아, 타지키스탄, 투르크맨, 터키, 트리니아드토바고, 우크라이나, 우간다, 미국, 우즈베키스탄, 베트남, 폴란드, 포르투칼, 루마니아, 러시아, 수단, 스웨덴, 싱가포르, 아랍에미리트, 안티구와바부다, 코스타리카, 도미니카, 알제리, 모로코, 탄자니아, 남아프리카, 벨리제, 모잠비크

AP ARIPO특허 : 캐나, 레소토, 말라위, 수단, 스와질랜드, 우간다, 시에라리온, 가나, 감비아, 짐바브웨

EA 유라시아특허 : 아르메니아, 아제르바이잔, 벨라루스, 키르키즈스탄, 카자흐스탄, 몰도바, 러시아, 타지키스탄, 투르크맨

EP 유럽특허 : 오스트리아, 벨기에, 스위스, 독일, 덴마크, 스페인, 프랑스, 영국, 그리스, 아일랜드, 이탈리아, 룩셈부르크, 모나코, 네덜란드, 포르투칼, 스웨덴, 핀란드, 사이프러스

OA OAPI특허 : 부르키나파소, 베닌, 중앙아프리카, 콩고, 코트디브와르, 카메룬, 가봉, 기니, 말리, 모리타니, 니제르, 세네갈, 차드, 토고, 기니 비사우

특허청구의 범위

청구항 1

오일, 연료, 냉각제 또는 에어 필터 물질의 화학적 그래프트(chemical grafting)용 코팅 조성물로서,

30~50 중량%의 수성 아크릴 수지;

수성 혼탁액 중 3~11 중량%의 고분자량 실리콘;

20~40 중량%의 탈이온수, 중류수 또는 다른 방법에 의한 순수(pure water);

5~16 중량%의 결합제;

1 중량% 이하의 촉매; 및

1 중량% 이하의 그래프트 개시제를 포함하는 것을 특징으로 하는 코팅 조성물.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

수성 아크릴 수지는 아크릴 공중합체인 것을 특징으로 하는 코팅 조성물.

청구항 3

제 1 항에 있어서,

결합제는 지방족 폴리우레탄인 것을 특징으로 하는 코팅 조성물.

청구항 4

제 1 항에 있어서,

촉매는 과산화수소, 과산화 우레아, 과황산 암모늄, 과황산 칼륨, 메타중아황산 나트륨 및 이들의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택된 1개 이상인 것을 특징으로 하는 코팅 조성물.

청구항 5

제 1 항에 있어서,

그래프트 개시제는 Fe^{+++} , Fe^{++} , Ag^+ , Co^{++} , Cu^{++} 및 이들의 혼합물을 포함하는 금속 이온 시스템으로부터 선택된 1개 이상인 것을 특징으로 하는 코팅 조성물.

청구항 6

제 1 항에 있어서,

촉매는 과산화 우레아인 것을 특징으로 하는 코팅 조성물.

청구항 7

제 1 항에 있어서,

그래프트 개시제는 질산은인 것을 특징으로 하는 코팅 조성물.

청구항 8

오일, 연료, 냉각제 또는 에어 필터 물질의 화학적 그래프트용 코팅 조성물로서,

20~40 중량%의 단량체;

20~40 중량%의 이소프로필 알콜;

20~40 중량%의 탈이온수, 중류수 또는 다른 방법에 의한 순수;

4~15 중량%의 에스테르;

4 중량% 이하의 촉매; 및

1 중량% 이하의 그래프트 개시제를 포함하는 것을 특징으로 하는 코팅 조성물.

청구항 9

제 8 항에 있어서,

0.5 중량% 이하의 예비중합체(prepolymer)를 추가로 포함하는 것을 특징으로 하는 코팅 조성물.

청구항 10

제 9 항에 있어서,

예비중합체는 폴리아크릴아미드 중합체인 것을 특징으로 하는 코팅 조성물.

청구항 11

제 8 항에 있어서,

단량체는 2-아크릴아미도-2-메틸프로판설폰산 나트륨염의 50% 수용액인 것을 특징으로 하는 코팅 조성물.

청구항 12

제 8 항에 있어서,

에스테르는 단량체성 메타크릴레이트 에스테르인 것을 특징으로 하는 코팅 조성물.

청구항 13

제 8 항에 있어서,

에스테르는 2-히드록시에틸 메타크릴레이트인 것을 특징으로 하는 코팅 조성물.

청구항 14

제 8 항에 있어서,

촉매는 과산화수소, 과산화 우레아, 과황산 암모늄, 과황산 칼륨, 메타중아황산 나트륨 및 이들의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택되는 1개 이상인 것을 특징으로 하는 코팅 조성물.

청구항 15

제 9 항에 있어서,

0.5 중량% 이하의 살균제를 추가로 포함하는 것을 특징으로 하는 코팅 조성물.

청구항 16

제 15 항에 있어서,

살균제는 카르바메이트인 것을 특징으로 하는 코팅 조성물.

청구항 17

필터 물질 및 필터 물질에 화학적으로 그래프트하는 조성물을 포함하는 오일, 연료, 냉각제 또는 에어필터로서,

상기 필터 물질은 코튼(cotton), 종이계 물질, 합성 물질 및 이들의 조합물로 이루어진 군으로부터 선택된 1개 이상이며;

상기 조성물은

20~40 중량%의 단량체;

20~40 중량%의 이소프로필 알콜;

20~40 중량%의 탈이온수, 중류수 또는 다른 방법에 의한 순수;

4~15 중량%의 에스테르;

4 중량% 이하의 촉매; 및

1 중량% 이하의 그래프트 개시제를 포함하는 것을 특징으로 하는 오일, 연료, 냉각제 또는 에어 필터.

청구항 18

오일, 연료, 냉각제 또는 에어 필터의 제조 방법으로서,

상기 방법은 하기 단계들 (a) 및 (b)를 포함하는 것을 특징으로 하는 방법:

(a) 필터 기재에 화학적으로 그래프트(graft)하기 위한 조성물로서, 20~40 중량%의 단량체; 20~40 중량%의 이소프로필 알콜; 20~40 중량%의 탈이온수, 중류수 또는 다른 방법에 의한 순수; 4~15 중량%의 에스테르; 4 중량% 이하의 과산화물계 촉매; 및 1 중량% 이하의 그래프트 개시제를 포함하는 것을 특징으로 하는 코팅 조성물을 제조하는 단계; 및

(b) 필터 기재에 상기 조성물을 화학적으로 그래프트하는 단계.

청구항 19

제 18 항에 있어서,

상기 제조하는 단계는 하기 성분들을 혼합하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 방법:

20~40 중량%의 탈이온수, 중류수 또는 다른 방법에 의한 순수;

20~40 중량%의 단량체;

20~40 중량%의 이소프로필 알콜;

4~15 중량%의 에스테르;

4 중량% 이하의 과산화물계 촉매; 및

1 중량% 이하의 그래프트 개시제.

청구항 20

제 19 항에 있어서,

상기 혼합 단계 이전에 0.5 중량% 이하의 예비중합체를 단량체 중에 첨가하는 단계를 추가로 포함하는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 21

제 20 항에 있어서,

예비중합체는 60~100 °C의 온도에서 물과 혼합된 폴리아크릴아미드 중합체인 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 22

제 21 항에 있어서,

60~100 °C의 온도에서 폴리아크릴아미드 중합체를 물과 혼합한 후, 살균제와 혼합하고, 그 후에 다른 성분들과 혼합하는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 23

제 18 항에 있어서,

화학적 그래프트 단계는 필터 기재를 조성물 중에 침지시킴으로써 상기 조성물을 필터 기재에 화학적으로 그레

프트하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 24

제 23 항에 있어서,

화학적 그래프트 단계는 필터 기재를 스queezeing(squeezing)하여 과량의 조성물을 제거하는 단계를 추가로 포함하는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 25

제 18 항에 있어서,

화학적 그래프트 단계는 필터 기재를 조성물 중에 침지시킴으로써 상기 조성물을 필터 기재에 화학적으로 그래프트하는 단계; 및 200~300 °F에서 필터 기재를 경화하여 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 26

오일, 연료, 냉각제 또는 에어 필터 물질의 화학적 그래프트용 코팅 조성물로서,

1 중량% 이하의 폴리아크릴아미드 예비중합체;

20~40 중량%의 탈이온수, 증류수 또는 다른 방법에 의한 순수;

20~40 중량%의 모노 2-아크릴아미도-2-메틸 프로판 살폰산염의 50 % 수용액;

20~40 중량%의 알콜계 용매;

4~15 중량%의 단량체 에스테르;

6 중량% 이하의 촉매; 및

2 중량% 이하의 그래프트 개시제를 포함하는 것을 특징으로 하는 코팅 조성물.

청구항 27

오일, 연료, 냉각제 또는 에어 필터 물질의 화학적 그래프트용 코팅 조성물로서,

1 중량% 이하의 폴리아크릴아미드 예비중합체;

20~40 중량%의 탈이온수, 증류수 또는 다른 방법에 의한 순수;

20~40 중량%의 모노 2-아크릴아미도-2-메틸 프로판 살폰산염의 50 % 수용액;

20~40 중량%의 이소프로필 알콜;

4~15 중량%의 2-히드록시 에틸 메타크릴레이트;

6 중량% 이하의 촉매(여기서, 촉매는 과황산 암모늄, 메타중아황산 나트륨, 과산화수소 및 이들의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택된 1개 이상임); 및

2 중량% 이하의 질산은을 포함하는 것을 특징으로 하는 코팅 조성물.

청구항 28

중합체 또는 공중합체가 화학적으로 그래프트되는 필터 물질을 포함하는 오일, 연료, 냉각제 또는 에어 필터로서,

화학적으로 그래프트된 중합체 또는 공중합체가 필터 물질에 대한 화학적 조성물의 처리로부터 수득되며,

상기 화학적 조성물은

20~40 중량%의 단량체;

20~40 중량%의 알콜;

20~40 중량%의 탈이온수, 증류수 또는 다른 방법에 의한 순수;

4~15 중량%의 에스테르;

6 중량% 이하의 촉매; 및

2 중량% 이하의 그래프트 개시제를 포함하는 것을 특징으로 하는 오일, 연료, 냉각제 또는 에어 필터.

청구항 29

제 28 항에 있어서,

필터 물질은 셀룰로스계 물질, 합성 물질 및 이들의 조합물로 이루어진 군으로부터 선택된 1개 이상인 것을 특징으로 하는 오일, 연료, 냉각제 또는 에어 필터.

청구항 30

제 29 항에 있어서,

셀룰로스계 물질이 코튼 물질인 것을 특징으로 하는 오일, 연료, 냉각제 또는 에어 필터.

청구항 31

제 29 항에 있어서,

셀룰로스계 물질이 종이 물질인 것을 특징으로 하는 오일, 연료, 냉각제 또는 에어 필터.

청구항 32

제 29 항에 있어서,

합성 물질은 아크릴, 폴리에스테르 및 이들의 조합물로 이루어진 군으로부터 선택된 1개 이상인 것을 특징으로 하는 오일, 연료, 냉각제 또는 에어 필터.

청구항 33

오일, 연료, 냉각제 또는 공기를 여과하는 방법으로서,

상기 방법은 여과될 오일, 연료 또는 공기를 중합체 또는 공중합체가 화학적으로 그래프트된 필터 물질을 포함하는 필터를 통과시키는 단계를 포함하며, 화학적으로 그래프트된 중합체 또는 공중합체가 필터 물질에 대한 화학적 조성물의 처리로부터 수득되고,

상기 화학적 조성물은:

20~40 중량%의 단량체;

20~40 중량%의 이소프로필 알콜;

20~40 중량%의 탈이온수, 증류수 또는 다른 방법에 의한 순수;

4~15 중량%의 에스테르;

6 중량% 이하의 촉매; 및

2 중량% 이하의 그래프트 개시제를 포함하는 것을 특징으로 하는 방법.

명세서

기술 분야

<1> 본 출원은 참고로 본원에 전체가 포함된 2000년 4월 28일자로 제출된 미국 가출원 제 60/200,343호의 권리에 기초하고 청구한다.

<2> 본 발명은 일반적으로 여과 물질의 처리용 코팅 조성물 및 대응하는 방법에 관한 것이다.

발명의 상세한 설명

- <3> 본 발명은 코튼(또는 개개의 형태 또는 시트 형태로, 여과에 유용한 다른 셀룰로스 섬유 또는 합성 물질) 처리용 코팅 조성물, 코팅 조성물의 제조 방법, 및 코팅 물질에 관한 것이다. 본 발명은 화학적-고온 저항성, 우수한 비침출 특성을 가지며, 또한 자동차, 엔진, 유압 장치, 자동 변속 장치 또는 관련된 응용에 연관된 연료, 오일, 일반의 유통제, 냉각제 또는 공기로부터 탄소, 매연, 실리카, 금속 입자 및 다른 오염물질을 제거하기 위해 증가된 여과 효율을 갖는 필터 물질을 제공한다.
- <4> 본 발명은 특히 코튼 섬유[긴 스트랜드 압축 코튼 및 미(未)압축 코튼을 포함]에 관해 기술되지만, 본 발명이 또한 다른 셀룰로스 섬유(예를 들면, 나무 또는 다른 종이를 만드는 섬유), 합성 물질(예를 들면, 아크릴 또는 폴리에스테르), 및 이들의 혼합물 또는 조합물의 사용에 특히 적당하다고 이해된다. 코팅 조성물은 단독으로 섬유에 가해지거나 또는 섬유로부터 제조된 부직 시트 또는 직물에 가해질 수 있다.
- <5> 처리된 섬유, 및 이로부터 제조된 부직 시트 등은 특히 오일 재생 장치, 예를 들면, 플로리다주 보잉تون 비치의 퓨라던 필터 테크놀로지스 인코포레이티드에서 제조한 것들 및 미국 특히 제 5,630,912호, 제 4,943,352호, 제 4,289,583호, 제 4,227,969호 및 제 4,189,351호(이후 참고문헌으로 통합됨)에 개시된 것들에 사용이 적당하다. 본 발명은 오일 필터 그 자체 및 미국 특히 제 5,591,330호 및 제 5,718,258호(이후 참고문헌으로 통합됨)에 개시된 바와 같은 다른 성분(코튼 옷 솜 또는 다른 섬유를 포함)으로 사용에 적당하다. 본 발명은 1차 및 2차 전량 흐름식 오일 필터[예컨대, 1시간당 대략 1400갤론의 오일이 (종이 및 종이가 아닌 형태의 물질로부터 제조될 수 있는) 필터를 통해 흐르는 것], 1차 및 2차 연료 필터[예컨대, 1시간당 대략 10갤론의 연료가 (종이 및 종이가 아닌 형태의 물질로부터 제조될 수 있는) 필터를 통해 흐르는 것], 변속 장치 필터(종이 및 종이가 아닌 형태의 물질로부터 제조될 수 있음), 냉각제 필터(종이 및 종이가 아닌 형태의 물질로부터 제조될 수 있음), 에어 필터(종이 및 종이가 아닌 형태의 물질로부터 제조될 수 있음) 및 다른 형태의 필터에 사용하기에 적당하다.
- <6> 하나의 실시양태에서, 본 발명은 매연, 고체, 액체 및 다른 오염 물질을 제거하여 오일을 깨끗하게 유지하고, 의도된 점도를 유지하며, 첨가제 소비를 격감시키고, 오일이 최대 유통성, 냉각 및 실링(sealing) 특성을 발휘할 수 있도록 하여, 엔진 또는 장치의 수명을 최대화하는 오일 여과 시스템에서 필터로 이용되는 코튼 섬유의 처리용 중합성 코팅 조성물에 관한 것이다. 코팅은 단량체, 예비중합체(prepolymer), 촉매, 그래프트 개시제 시스템 및 다른 성분들의 사용을 포함하는 화학적 그래프트 기술(technology of chemical grafting)을 사용하여 개발된다. 수득된 코팅은 코튼, 다른 셀룰로스 물질, 합성화학 물질 및 이들의 조합물을 처리하는데 사용되고, 그래프트-중합을 제공하여 우수한 접착력으로 코튼 섬유, 다른 셀룰로스 섬유, 합성 물질 또는 이들의 조합물에 화학적으로 결합된 중합성 필름을 형성하고, 예를 들면 오일 여과 시스템에서 증가된 여과 효율에 관하여 섬유에 요구된 모든 특성을 부여한다.
- <7> 오일들 중에서 1차 기능은 장치 부품 및 엔진을 유통 및 냉각하는 것이다. 오일은 마찰을 줄이고, 장치 및 엔진이 부드럽고 효율적으로 작동하도록 한다. 오일을 더 깨끗하게 할수록, 장치 및 엔진의 수명은 더 길어질 것이다. 특별한 목적 및 환경을 위해 각각 제제화되어 최적의 점도 및 가장 효율적인 첨가제의 혼합물을 갖는 많은 다른 종류의 오일이 있다. 2개의 오일이 정확히 같지 않더라도, 이를 모두 오염되기 쉽다는 공통의 특성을 갖는다. 의도된 목적을 제공하면서, 오일은 고온, 탄소, 매연, 실리카, 금속 입자, 물, 연료 및 글리콜에 노출시킨다. 오일의 오염이 증가됨에 따라, 오일의 수명은 장치 또는 엔진의 가동(可動) 부품을 더 이상 보호, 냉각 및 유통할 수 없을 때까지 감소된다. 오염이 상기 수준에 도달할 때, 장치 또는 엔진의 손상을 최소화하기 위해 오일을 교환하여야 한다. 그러나, 세심한 주의를 기울여서 오일을 교환하여도 장치 또는 엔진에 오염 물질이 남는다.
- <8> 장치 및 엔진을 위한 가장 효과적인 보호적 유지 개발은 필터 요소의 개량/증가된 여과 효율이고 오일 여과 시스템에서 필터 요소로서 사용되는 기재 물질을 처리할 필요성이 있다. 오일 여과 시스템에서 처리된 필터 요소로부터 유래되는 가장 중요한 이점은 하기와 같다: 연장된 엔진 수명, 오일 구입 및 폐기 비용의 감소, 오일 배수 간격의 안전한 연장, 문제의 물, 연료 및 글리콜의 제거, 고체 오염물질의 제거 및/또는 감소, 깨끗한 또는 더 깨끗한 오일에 의한 증가된 엔진 및 장치 효율 및 엔진 효율의 전체적 개선.
- <9> 코튼 섬유, 다른 셀룰로스 섬유, 합성 물질 및 이들 조합물의 처리를 위한 본 발명의 그래프트 제제(formulation)는 고효율 정제 시스템에서 탄소, 매연, 실리카, 금속 입자, 및 오일, 연료, 유통제 또는 공기로부터의 다른 오염물질 제거를 위해 필터 요소로서 사용되는 경우 온도 저항성, 화학적 저항성, 비침출 특성 및 증가된 여과 효율을 제공한다. 본 발명은 화학적으로 그래프트하는 단량체/예비중합체를 포함하는 코팅 제제로 코튼 섬유, 다른 셀룰로스 섬유, 합성 물질, 또는 이들 조합물을 처리하는 것을 포함하며 코튼 섬유, 다른 셀룰로스 섬유, 합성 물질, 또는 이들 조합물에 강하게 결합된 중합성 필름을 수득한다. 처리된 물질은 코튼 뿐만

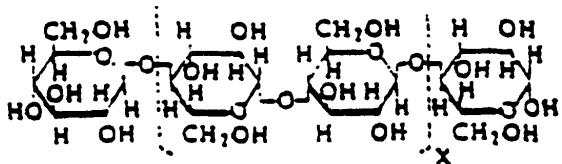
아니라 종이 및 합성 종이, 또는 상기 물질의 혼합물 또는 조합물일 수 있다.

<10> 단량체 및 예비중합체는 코튼 섬유, 다른 셀룰로스 섬유, 합성 물질 또는 이를 조합물상에 그래프트된 중합성 필름이 증가된 온도 및 화학적 저항성, 및 비침출 특성(예컨대, 화학적으로 그래프트된 조성물은 처리된 코튼 또는 다른 물질을 여과된 오일, 연료, 윤활제 또는 공기 중으로 침출시키지 않음)과 함께 여과 시스템에서 여과 효율이 증가된다. 하기에서 논의될 바와 같이, 그래프트 기술을 사용하여, 자유 라디칼 형성 및 그후 단량체/ 예비중합체의 기재 물질로의 결합에 의한 화학적 그래프트 타입을 제공하여 코팅 조성물이 코튼, 다른 셀룰로스, 합성 물질 또는 조합의 본래 구조화된 특성에 영향을 미치지 않고 코튼, 다른 셀룰로스, 합성 물질 또는 조합 기재에 영구히 부착될 것이다.

<11> 단량체/예비중합체의 화학적 그래프트의 메카니즘

<12> 하기 메카니즘은 코튼에 관해 설명되지만, 다른 셀룰로스 물질, 합성 물질(아크릴 또는 폴리에스테르) 또는 이들의 조합물에 똑같이 적용될 수 있다.

<13> 코튼은 88~96 %의 섬유상 물질로 구성되는 주된 직물 섬유이며 셀룰로스의 중요한 공급원이다. 셀룰로스는 본질적으로 직쇄형인 긴 분자쇄를 형성하기 위해 산소 결합으로 연결된 무수 글루코스 유닛으로 구성된 천연 탄수화물 고급 중합체(폴리사카라이드)이다(도 1).

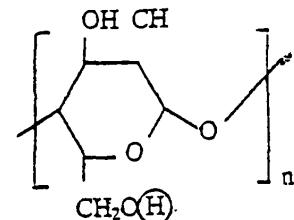


셀룰로스 분자 (도1)

<14> 셀룰로스의 화학적 그래프트는 셀룰로스 분자를 활성화시키며, 반응성 자리에 단량체를 부착하여 사슬을 성장시키는 것으로 구성된 방법으로 기술될 수 있고, 중합체 가지는 주요 셀룰로스 분자에 부착되어 형성된다.

<15> 셀룰로스 분자의 경우에, 분자의 히드록시기로부터 수소 원자의 추출을 통해 화학적 그래프트가 실시된다. 셀룰로스 분자는 기($-\text{CH}_2\text{OH}$)에서 활성 불안정한 수소 원자를 가지며, 이는 그래프트 개시제("G.I." 또는 "GI")의 존재하에 활성화되어 자유 라디칼("x")을 발생시킨다. 상기 방법에서 생성된 자유 라디칼은 그래프트 중합을 개시한다. 셀룰로스 섬유의 그래프트 중합에 포함된 일련의 반응 단계는 하기와 같다:

반응식 1



셀룰로스

 $\text{CH}_2\text{OH} - \text{G.I.}$

셀룰로스

 $\text{CH}_2\text{O} - \text{H}^+ + \text{G.I.}$

(1)

<17>

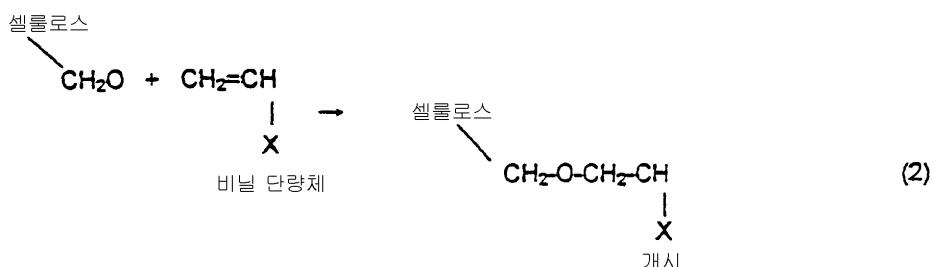
셀룰로스 기재

라디칼형성

<18>

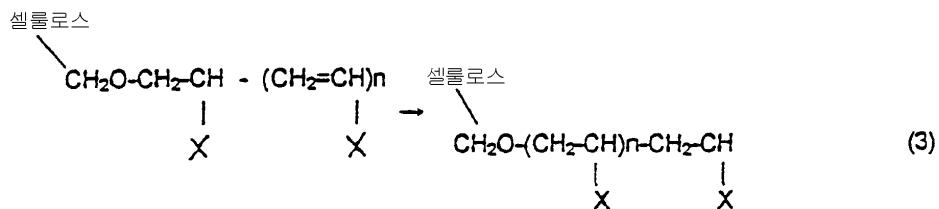
비닐 단량체의 존재시, 상기 방법으로부터 생성된 셀룰로스 라디칼은 그래프트 중합을 개시한다:

반응식 2



<19>

반응식 3



<20>



<21> (상기 반응식에서, x는 -OR 또는

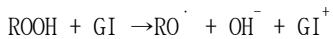
이고, R은 알릴, 페닐 또는 알킬기이며, 상기 알킬기는 전형적으

로 1개 내지 10개의 탄소 원자이다.)

<22> 그래프트 개시제 이온은 작용을 시작하고 전자 방법은 자동 촉매 프로세스와 같이 작용한다. 그러므로, 매우 적은 양의 그래프트 개시제 이온(10~100 ppm)은 그래프트 중합의 방법을 이행하는데 충분하다.

<23> 상기 모든 반응은 하기 반응식에서 개시된 바와 같이 자유 라디칼을 형성하는 그래프트 개시제를 동시에 재생산시키는 과산화물의 존재하에 실시된다:

반응식 4



<25> 과산화물

<26> (상기 반응식에서, R은 알릴, 페닐 또는 알킬기이고, 상기 알킬기는 전형적으로 1개 내지 10개의 탄소 원자이다.)

<27> 상기 단계 (3)에서 개시된 그래프트 성장은 라디칼 결합으로 종결되고, 2가지 방법인 단계 (5) 또는 단계 (6) 중 하나를 통해 일어난다:

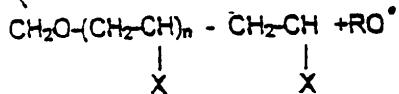
<28> 단계 (5)는 하나의 중합된 기체 라디칼과 하나의 자유 라디칼의 결합의 결과로서 종결되는 경우 최종 생성물을 나타낸다.

<29> 단계 (6)은 2개의 중합된 기체 라디칼의 결합에 의해 종결되는 경우 생성물을 나타낸다.

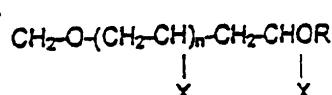
<30> 단계 (5) 및 (6) 둘다의 최종 생성물은 모든 목적하는 특성이 부여된 그래프트된 셀룰로스 섬유이다.

반응식 5

셀룰로스



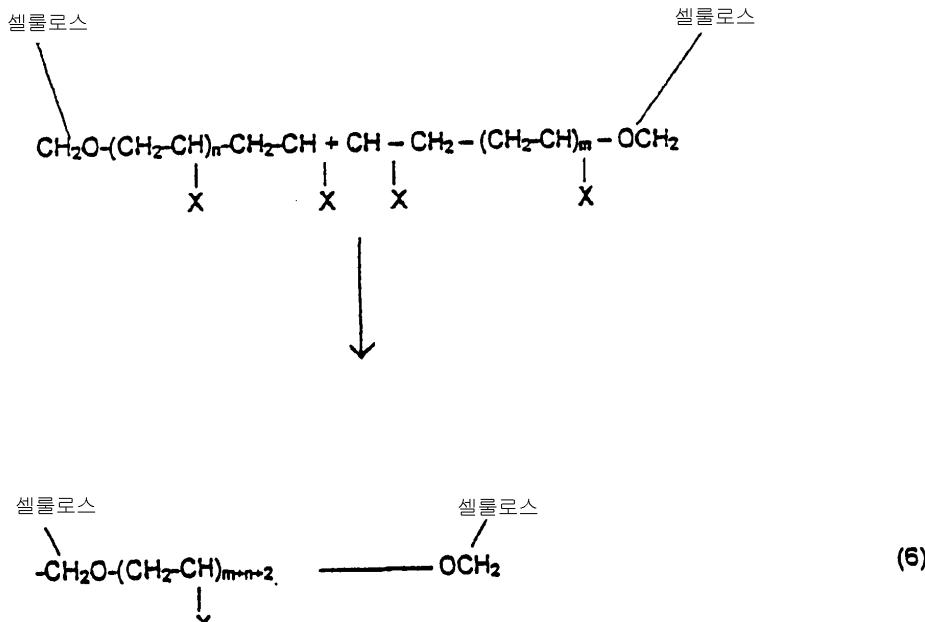
셀룰로스



(5)

<31>

반응식 6



<32>

그래프트 개시제는 금속 이온 시스템 Fe^{+++} , Fe^{++} , Ag^+ , Co^{++} 또는 Cu^{++} 로 구성된다. 과산화물은 수용성 촉매, 가령 과산화수소, 과산화 우레아, 과황산 암모늄, 과황산 칼륨 및/또는 메타중아황산 나트륨으로부터 선택되어야 한다. 단량체 및 예비중합체는 촉매 관능기 X를 가지며, 이들 사이에서 및 제제 중에 포함된 추가의 예비중합체와 반응하여 그래프트 가교된 유기 코팅을 형성할 수 있다. 단량체 및 예비중합체의 관능기는 히드록시기, 카르복시기, 2차 및/또는 3차 아미노기로 구성되어야 한다. 반응성 성분들 중 관능기의 분자비는 조절되어 유리 기(free group)가 반응이 종결된 후 남지 않도록 한다. 제제 중에 포함된 예비중합체 및 단량체의 물리적 및 화학적 특성은 코튼 섬유에 그래프트될 때, 고온 저항성, 화학적 저항성, 비침출 특성, 및 예를 들면 오일 여과 시스템에서 탄소, 매연, 실리카, 금속 입자 및 다른 오염물질의 제거를 위한 증가된 여과 효율을 부여할 수 있도록 선택된다.

<34>

본 발명의 화학적 그래프트은 예비중합체, 단량체 및/또는 공중합체를 포함한다.

<35>

본 발명은 하기 제한되지 않는 실시예의 주의 깊은 고찰로 더 잘 이해될 수 있다.

실시예

<36>

제제

<37>

성분중량부

<38>

Freetex 695-폴리아크릴아미드 중합체 -1.5

<39>

온수(80 °C) -98.5 0.1

<40>

트로이산 폴리페이스 AF-1(살균제) -0.1

<41>

탈이온수(DIW) 34.5

<42>

모노 2-아크릴아미도-2-메틸 프로판 세론산염의

<43>

50% 수용액(AMPS 2403) 40.0

<44>

이소프로필 알콜(IPA) 37.5

<45>

모노머 HEMA-2-히드록시 에틸 메타크릴레이트 10.5

<46>

과황산암모늄(10% 용액) 1.0

<47>	메타중아황산나트륨(10% 용액)	1.0
<48>	과산화수소(0.1% 용액)	0.01
<49>	질산은(0.1% 용액)	0.01
<50>	상기 성분들을 명시된 양으로 하기와 같이 명시된 순서로 사용하였다. 먼저, 선정된 양의 Freetex 695를 주위 조건하에 약 15분 내지 30분간 메탄올에 습윤시켰다. 그후, 습윤된 Freetex 695(과잉의 메탄올을 함유하지 않음)를 용기내 예열된 "온수" (80 °C)에 첨가하여 용해될 때까지 교반한다. 수득된 용액을 실온으로 (약 10분간) 냉각하였다. 다음, 살균제(트로이산 폴리페이스 AF-1)를 상기 용액에 첨가한다. 그후, 상기 수득된 Freetex 혼합물을 탈이온수와 예비혼합한다. 그 후 다른 모든 성분들을 명시된 양 및 명시된 순서로 주위조건에서 혼합물에 첨가하여 상기 혼합물을 (혼합기내 마일드 교반을 사용하여) 교반하였다. 모든 성분들이 잘 혼합된 후(약 5분 내지 10분후), 수득된 제제는 코튼 섬유를 처리하기 위해 준비해둔다.	
<51>	수득된 제제의 포트 라이프는 약 5시간 내지 6시간이다. 따라서, 코튼 섬유는 형성후 5시간 내지 6시간 이전에 상기 수득된 제제로 처리되어야 한다. 제제가 경화되기 시작하면 사용하지 말아야 한다.	
<52>	수득된 제제를 시판의 100% 긴 스트랜드 미표백 압축 코튼에 적용했는데, 즉 코튼을 제제중에 침지 또는 함침시키고, 코튼을 짜내어 과잉의 제제를 제거하며(예컨대, 코튼을 2개의 회전 롤러를 구비한 링거로 삽입하여 코튼을 짜냄), 약 250 °F(약 121 °C)에서 약 30분간 시판의 스탠다드 오븐내에서 그레프트 코팅된 코튼을 경화시킴으로써 상기 제제를 코튼에 적용했다. 처리된 코튼은 그후 필터 물질로서 사용하였다.	
<53>	<u>실시예 2</u>	
<54>	제제	
<55>	<u>성분중량부</u>	
<56>	PKFE[MEK/셀로솔브 아세테이트(1:1)내 30%]	30.0
<57>	폴리케톤 K-1717B(셀로솔브 아세테이트내 30%)	7.5
<58>	Cymel 303	5.0
<59>	MEK	35.0
<60>	셀로솔브 아세테이트	35.0
<61>	부틸 카르비톨	10.0
<62>	BYK 300	0.04
<63>	Cycat 4040	0.05
<64>	Silwet L77	0.25
<65>	Silane A-1100	0.016
<66>	PS 072-KG(디메틸실록산, 에틸 옥시드 프로필렌 옥시드 공중합체)	1.7
<68>	과염소산은(MEK내 0.1%)	0.01
<69>	상기 성분들과 양(g 기준부)을 사용하여 일차 수지(PKFE)를 30% MEK/셀로솔브 아세테이트(1:1)에 용해시키고, 용기내에 폴리케톤 예비중합체(셀로솔브 아세테이트내 폴리케톤 K-1717B 30%)와 함께 두었다. 상기 배합물에 상기 단량체, 예비중합체, 촉매, 그레프트 개시제 및 다른 성분들을 용기내에서 첨가하였다. 성분들을 상기에 개시된 농도비율 및 순서로 사용하였다. 주위조건하에, 내용물을 교반하여 균일한 용액이 되었다. 그후, 수득된 제제를 시판의 100% 긴 스트랜드 미표백 압축 코튼에 적용했는데, 즉 코튼을 제제 중에 침지 또는 함침시키고, 코튼을 짜내어 과잉의 제제를 제거하며, 약 250 °F에서 약 30분간 시판의 스탠다드 오븐내에서 코튼을 경화시킴으로써 상기 제제를 코튼에 적용했다. 처리된 코튼은 그후 필터 물질로서 사용하였다.	
<70>	<u>실시예 3</u>	

<71> 제제<72> 성분증량부

<73>	Helastic WO-8061	52.0
<74>	Helastic WO-8079	10.0
<75>	DIW	38.0
<76>	Ecco-Res u-78	15.0
<77>	APS v-soft	10.0
<78>	APG-9kn	10.0
<79>	과황산 암모늄 수중 14%(8.0~8.5로 pH 조정)	1.0
<80>	질산은(H ₂ O내 0.1%)	0.1
<81>	과산화 우레아(H ₂ O내 0.1%)	0.1

<82> 상기 실시예의 방법과 같이, 미리 계산된 양의 수성 아크릴 수지 결합제를 용기에 넣었다. 상기 제제 중 단량체, 예비증합체, 촉매, 그래프트 개시제 시스템 및 다른 성분들을 용기에 첨가하였다. 상기 성분들은 상기 기술된 농도 비율 및 순서로 사용하였다. 주위조건하에, 내용물을 교반하여 균일한 용액이 되었다. 그 후 수득된 제제를 250 °F에서 30분간 경화시키는 단계를 포함하는 상기 기술된 것과 같은 방법으로 코튼을 처리하는데 사용하였다. 처리된 코튼은 그후 필터 물질로서 사용하였다.

<83> 실시예 4<84> 제제<85> 성분증량부

<86>	AMPS 2403 단량체(50% 수용액)	30.0
<87>	IPA	25.0
<88>	DIW	23.0
<89>	HEMA(97% 용액)	7.0
<90>	10% 과황산 암모늄	1.0
<91>	10% 메타중아황산 나트륨	1.0
<92>	Freetex 695(메탄올에 의해 습윤) -1.5	
<93>	온수(80 °C) -98.5	
<94>	Freetex와 온수를 교반하면서 용해하고 냉각하여, 첨가한다:	0.1

<95> Troysan Polyphase AF-1 -0.1

<96> 상기 실시예의 방법과 같이, 미리 계산된 양의 단량체, AMPS 2403-(2-아크릴아미도-2-메틸 프로판 셀론산 나트륨염의 50% 수용액)을 용기에 넣었다. 상기 제제 중 다른 성분들을 용기에 첨가하였다. 상기 성분들은 상기 농도 비율로 사용되고 상기로 개시된 순서로 첨가하였다. 주위조건하에, 내용물을 교반하여 균일한 용액이 되었다. 그 후 수득된 제제를 250 °F에서 30분간 경화하는 단계를 포함하는 상기로 개시된 것과 같은 방법으로 코튼을 처리하는데 사용하였다. 처리된 코튼은 그후 필터 물질로서 사용하였다.

<97> 상기 실시예에서, 특정량의 코튼 섬유(목적에 따라, 5~10 파운드 이상)를 주위조건하 및 제제를 제조하고 6~8시간 이내에 제제 중에 함침시켰다. 그후 상기 코튼을 함침물에서 제거하고, 과잉의 제제를 제거하기 위해 짜낸 후 250 °F에서 30~40 분동안 경화하였다. 경화된 코튼 섬유는 그후 오일, 연료, 윤활제, 냉각제, 공기 및 유사 유체 및 기체를 여과하기 위한 필터 요소로서 사용되기 위해 준비된다. 코튼(또는 다른 셀룰로스 물질,

합성 물질 또는 이들의 조합물)을 화학적 그래프팅 제제를 제조한 후 바로 제제로 처리하는 것이 바람직하다.

<98> 상기 실시예에서, 상표명의 제품들은 하기에 일반적인 설명 및 기능이 기술되어 있다.

Cymel 303 수지 - 헥사메톡시메틸 멜라민, 페녹시 수지와 폴리캐톤용 가교제, 섬유에 강도를 부여함.

Silane A-1100 - γ -아미노프로필트리에톡시실란, 접착촉진제.

BYK 300 - 습윤제.

Silwet L77 - 계면활성제 및 습윤제, 제제의 리올로지를 유지하는데 도움을 줌.

Cycat 4040 - 파라톨루엔 살폰산, 저온반응을 위한 촉매.

PS072-KG - 친수성 실리콘, 섬유의 친수성을 높이는데 도움을 줌.

Helastic WO-8061 - 수성 아크릴 수지 결합제(아크릴 공중합체), 결합제로서 작용함.

Helastic WO-8079 - 고분자량 실리콘의 수성 혼탁액, 결합제로서 작용하는 아크릴 공중합체임.

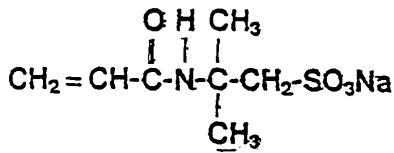
Ecco-Res U-78 - 지방족 폴리우레탄, 결합제로서 작용함.

APS V-soft - 실리콘 연화제, 섬유에 연화성을 부여함.

APG 9kn - 플루오로 화합물, 오일의 흐름을 높이도록 하는 윤활제로서 작용함.

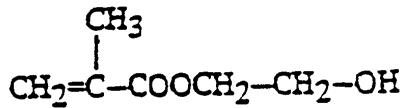
<110> Freetex 695 - 멜라민 예비중합체, 폴리아크릴아미드, 약 1600만의 높은 평균분자량, 약 675~770 kg/M³의 벌크 밀도, 25 °C에서 0.2 % 용액 중 pH 5.5~7.5를 가지며, 오일로부터의 고체 입자의 흡수제 뿐만 아니라 결합제로서 작용함.

<111> AMPS 2403 단량체 - 2-아크릴아미도-2-메틸프로판실론산 나트륨염(50% 수용액), 229의 분자량을 가지며, 하기 구조식을 가지고, 가수분해 안정성 및 열적 안정성의 관점에서 리올로지 조절을 부여하는 단량체임.



<112>

HEMA-2-히드록시에틸 메타크릴레이트, 단량체 메타크릴레이트 에스테르이며, 하기 구조식을 가짐.



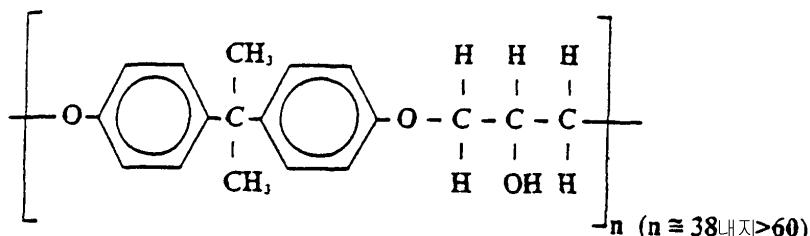
<114>

메타중아황산 나트륨, 97% - 메타중아황산 나트륨, 이아황산 이나트륨 및 피로아황산 이나트륨으로 알려져 있으며, 촉매임.

<116> 과황산 암모늄, 98% - 암모늄 페옥소디설페이트, 암모늄 페옥시디설페이트로도 알려져있으며, 촉매임.

<117> Troysan polyphase AF-1, EPA 등록 제5383-18호는 광대역, 액체, 비-금속성 살진균제, 살균제; 그의 유효성분은 3-요오도-2-프로피닐 부틸 카르바메이트이며, Troysan polyphase는 미국특허 제3,923,870호 및 제4,276,211호(이후 참고문헌으로 통합됨)에 따라 제조됨.

<118> PKFE - 폐녹시 수지이며, 높은 분자량 및 낮은 잔류 휘발성 물질을 가지며, 하기의 구조식을 가짐.



<119>

<120> 코튼 - 100% 긴 스트랜드 미(未)표백 압축 코튼.

<121> 자유라디칼 형성에 의해 코튼, 다른 셀룰로스 물질, 합성 물질(가령, 아크릴 또는 폴리에스테르) 또는 이들의 조합물에 단량체와 예비중합체를 화학적으로 그래프트시키는 상기 방법을 사용하여, 증가된 여과 효율, 고온 저항성 및 화학적 저항성 및 비-침출 특성을 갖는 섬유를 제조하였다. 상기 섬유는 압축 형태 또는 루스(loose) 형태일 수 있으며, 여과 매체로서의 이들의 형태로 사용되거나(미국 특허 제5,591,330호에서 루스 코튼 섬유에 대해 개시된 바와 같으며, 이는 본원에 참고문헌으로 통합됨), 또는 상기 섬유는 부직 웹 또는 시트 형태로 제조될 수 있으며, 부직포가 형성되기 전에 또는 적당하게는 부직포가 형성된 후에 그래프팅이 일어난다. 상기 제조된 부직 시트는 특히 자동차 용도로 사용될 뿐만 아니라 유압 장치, 자동 변속 장치, 고정식 또는 이동식의 엔진 등으로 사용되기 위한 오일, 연료, 윤활제, 냉각제 또는 에어 필터용 여과 매체로서 사용될 수 있다.

<122> 본 발명은 또한, 압축 코튼 또는 미압축 코튼, 다른 셀룰로스 섬유, 합성물(가령, 아크릴 섬유 또는 폴리에스테르 섬유) 또는 상기 조합물; 실질적으로 루스 코튼, 다른 셀룰로스 섬유 또는 아크릴 또는 폴리에스테르 섬유 등; 또는 종래의 방법을 사용하여 부직 웹으로 형성되는 섬유를 포함하는, 상기 방법에 의해 제조된 여과 매체에 관한 것이다. 상기 제조된 여과 매체는 상기 특허문헌에 기술된 시스템 또는 장치중 어느 하나에 사용될 수 있다. 본 발명은 또한, 본 발명에 따른 여과 매체를 사용한 상기 특허문헌의 시스템 또는 생성물에 관한 것이다.

<123> 중합체, 단량체, 그래프트 개시제 시스템 및 촉매의 비율은 처리된 특정 섬유, 섬유를 여과하기 위해 사용될 특정 환경, 여과 중의 섬유 형태 및 다른 변동 요인들에 따라 다르다. 예를 들어, 특정 코팅 시스템에서, 약 30~50 중량% (가령, 약 38 %)의 수성 아크릴 수지 결합제, 약 3~11 % (가령, 약 7 %)의 수성 혼탁액내 고분자량 실리콘, 약 20~40 % (가령, 약 28 %)의 탈이온수, 중류수 또는 다른 방법에 의한 순수(pure water), 약 5~16 % (가령, 약 11 %)의 결합제(가령, 지방족 폴리우레탄), 및 약 3~11 % (가령, 약 7%)의 섬유에 연화성을 부여하는 각 연화제(가령, 실리콘 연화제) 및 오일의 유속을 높이기 위한 윤활제(가령, 플루오로 화합물) 및 소량(각 1% 이하)의 촉매 및 그래프트 개시제(가령, 과산화 우레아 및 질산은)를 포함하는 제제가 사용될 수 있다. pH는 염기성, 가령 약 7.5~9, 가령 약 8.25의 pH 범위가 되도록 조정되는 것이 바람직하다. 경화는 약 100~130 °C의 온도에서 실시되지만, 섬유에 악영향을 받지 않을 정도로 충분히 낮은 것이 바람직하다.

<124> 0.1~50 %의 단량체가 조성물에 사용될 수 있다.

<125> 코팅 시스템의 다른 실시예에서, 살균제와 함께 온수(60~100 °C)내에 용해된 약 1 중량% 이하(가령, 약 0.08%)의 폴리아크릴아미드 예비중합체, 약 20~40 % (가령, 약 28 %)의 탈이온수, 중류수 또는 다른 방법에 의한 순수, 약 20~40 % (가령, 약 32 %)의 모노 2-아크릴아미도-2-메틸 프로판 설폰산염의 50 % 수용액, 약 20~40 % (가령, 약 30 %)의 용매(예컨대, 이소프로필 알콜), 약 4~15 % (가령, 약 8 %)의 단량체 에스테르(예컨대, 2-히드록시에틸 메타크릴레이트), 약 2 % 이하(가령 약 0.8 %)의 촉매[예컨대, 과황산암모늄(10 % 용액)], 약 2% 이하(가령, 약 0.8 %)의 촉매[예컨대, 메타중아황산나트륨(10 % 용액)], 약 2 % 이하(가령, 약 0.008 %)의 촉매[예컨대, 과산화수소(0.1 % 용액)] 및 약 2 % 이하(가령, 약 0.008 %)의 그래프트 개시제[예컨대, 질산은(0.1 % 용액)]을 포함하는 제제가 사용될 수 있다. 경화는 약 100~130 °C의 온도에서 실시되지만, 섬유에 악영향을 받지 않을 정도로 충분히 낮은 것이 바람직하다.

<126> 본 명세서에서, 모든 범위 및 제제화 양이 적당하고, 광범위한 범위내에서 모든 좁은 범위들은 특별히 제공되는 것으로 이해되고 있다. 예를 들어, 약 20~40 %의 탈이온수 양은 21~36 %, 30~39 %, 25~28 % 및 넓은 범위내 다른 모든 좁은 범위들을 포함한다. 본 명세서에 사용된 다른 모든 범위들에 대해서도 같이 적용한다.

<127> 본 발명이 가장 실용적이고 바람직한 실시양태와 연관되어 기술되었지만, 본 발명이 상기 실시양태에 제한되는

것으로 이해되어서는 안되며, 이와 반대로 본 발명은 하기에 첨부된 청구의 범위의 정신 및 범주내에서 다양하게 변형 및 균등물을 포함하는 것으로 간주되고 있다.