



(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2016년03월31일

(11) 등록번호 10-1607914

(24) 등록일자 2016년03월25일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

*C03C 25/26* (2006.01) *C03C 13/00* (2006.01)  
*C03C 25/00* (2006.01)

(21) 출원번호 10-2010-7004990

(22) 출원일자(국제) 2008년09월04일

심사청구일자 2013년08월29일

(85) 번역문제출일자 2010년03월05일

(65) 공개번호 10-2010-0071037

(43) 공개일자 2010년06월28일

(86) 국제출원번호 PCT/FR2008/051572

(87) 국제공개번호 WO 2009/044042

국제공개일자 2009년04월09일

(30) 우선권주장

0757377 2007년09월06일 프랑스(FR)

(56) 선행기술조사문헌

KR1020070064374 A\*

US4065417 A\*

WO2005066237 A2\*

KR1020050070831 A\*

\*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자

생-고뱅 애드포스

프랑스 에프-73000 샹베리 아비뉴 테 라 보이즈  
517

(72) 발명자

세르게띠 도미니끄

프랑스 파리 에프-75014 뤼 다템베르뜨 9

드니스 잔-밥티스트

프랑스 파리 에프-75018 뤼 헤멜 3

무아뤼 파트리끄

프랑스 쿠리엔느 에프-73190 리우-디트 베르나이

(74) 대리인

문경진, 김학수

전체 청구항 수 : 총 27 항

심사관 : 이정희

(54) 발명의 명칭 유리실을 위한 물리적 겔 형태의 유제 조성물, 그로 인해 수득된 유리실 및 상기 유리실을 함유하는 복합체

**(57) 요약**

본 발명은 유리실(glass yarn)을 위한 물리적 겔 형태인 유제 조성물에 관한 것이며, 상기 유제 조성물은 크산탄, 구아르 및 숙시노글리칸으로부터 선택된 적어도 하나의 텍스쳐화 작용제 0.1 내지 5%; 적어도 하나의 막-형성제 2 내지 8%; 가소제, 표면 활성제 및 분산제를 포함하는 군으로부터 선택된 적어도 하나의 화합물 0.1 내지 8%; 적어도 하나의 결합제 0.1 내지 4%; 및 적어도 하나의 첨가제 0 내지 6%를 포함한다. 본 발명은 또한 상기 유제 조성물로 코팅된 유리실 및 상기 유리실로 보강된 유기 또는 무기 물질을 포함하는 복합 물질에 관한 것이다.

## 명세서

### 청구범위

#### 청구항 1

물리적 겔 형태인 유리 섭유를 위한 사이징 조성물(sizing composition)로서,

상기 사이징 조성물은(중량% 단위),

- 속시노글리칸으로부터 선택된 0.1 내지 5%의 적어도 하나의 텍스처화 작용제(texturing agent)
  - 2 내지 8%의 적어도 하나의 막-형성제(film-forming agent)
  - 가소제, 표면-활성제 및 분산제로 구성된 군으로부터 선택된 0.1 내지 8%의 적어도 하나의 화합물
  - 0.1 내지 4%의 적어도 하나의 결합제, 및
  - 0 내지 6%의 적어도 하나의 첨가제
- 를 포함하는, 사이징 조성물.

#### 청구항 2

제1항에 있어서, 상기 텍스처화 작용제는 100,000 초과,  $10 \times 10^6$  미만인 평균 분자량을 나타내는 것을 특징으로 하는, 사이징 조성물.

#### 청구항 3

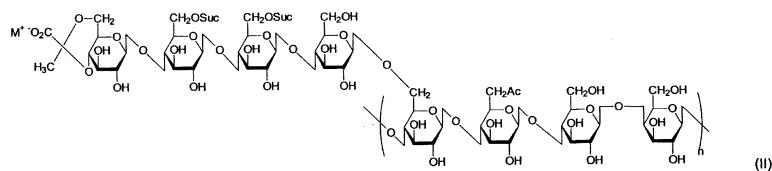
작제

#### 청구항 4

작제

#### 청구항 5

제1항 또는 제2항에 있어서, 상기 속시노글리칸은 하기의 화학식에 상응하고,



식 중:

Ac =  $-\text{CO}-\text{CH}_3$

Suc =  $-\text{CO}-(\text{CH}_2)_2-\text{COOH}$

$\text{M}^+$  = Na, K 또는 1/2 Ca

n ≥ 80

인 것을 특징으로 하는, 사이징 조성물.

#### 청구항 6

제1항 또는 제2항에 있어서, 텍스처화 작용제의 함량은 사이징 조성물의 0.15 내지 2 중량% 내에서 달라지는 것을 특징으로 하는, 사이징 조성물.

**청구항 7**

제1항 또는 제2항에 있어서, 상기 막-형성제는 폴리비닐 아세테이트, 폴리에스테르, 폴리에테르, 에폭시화합물, 폴리아크릴 및 폴리우레탄으로부터 선택되는 것을 특징으로 하는, 사이징 조성물.

**청구항 8**

제7항에 있어서, 상기 막-형성제는 분자량이 20,000 이상인 폴리비닐 아세테이트, 에폭시화합물 및 폴리에틸렌글리콜로부터 선택되는 것을 특징으로 하는, 사이징 조성물.

**청구항 9**

제1항 또는 제2항에 있어서, 막-형성제의 함량은 사이징 조성물의 2.5 내지 7 중량% 내에서 달라지는 것을 특징으로 하는, 사이징 조성물.

**청구항 10**

제1항 또는 제2항에 있어서, 상기 가소제, 표면-활성제 및 분산제는 선택적으로 할로겐화된 지방족 또는 방향족 폴리알콕시화 합물, 폴리알콕시화 지방산 에스테르 및 아민-함유 화합물을 포함하는 유기 화합물, 및 실리카 유도체를 포함하는 무기 화합물로부터 선택되는 것을 특징으로 하는, 사이징 조성물.

**청구항 11**

제1항 또는 제2항에 있어서, 가소제, 표면-활성제 및 분산제의 함량은 사이징 조성물의 0.15 내지 4 중량% 내에서 달라지는 것을 특징으로 하는, 사이징 조성물.

**청구항 12**

제1항 또는 제2항에 있어서, 상기 결합제는 실란, 티타네이트 및 지르코네이트로 구성된 군에 속하는 가수분해 가능한 화합물로부터 선택되는 것을 특징으로 하는, 사이징 조성물.

**청구항 13**

제1항 또는 제2항에 있어서, 결합제의 함량은 사이징 조성물의 0.15 내지 2 중량% 내에서 달라지는 것을 특징으로 하는, 사이징 조성물.

**청구항 14**

제1항 또는 제2항에 있어서, 상기 첨가제는 윤활제, 합성제(complexing agent), 갈산 또는 인산 유도체, 소포제 또는 산인 것을 특징으로 하는, 사이징 조성물.

**청구항 15**

제1항 또는 제2항에 있어서, 열적으로 활성화될 수 있는 에폭시화합물 또는 차폐된 이소시아네이트(masked isocyanate) 또는 적어도 두 개의 카르복실 작용기를 나타내는 유기 산을 부가적으로 포함하는 것을 특징으로 하는, 사이징 조성물.

**청구항 16**

제15항에 있어서, 상기 에폭시화합물 및 이소시아네이트는 1000 미만의 분자량을 나타내는 것을 특징으로 하는, 사이징 조성물.

**청구항 17**

제15항에 있어서, 상기 산은 1000 미만의 분자량을 나타내는 것을 특징으로 하는, 사이징 조성물.

**청구항 18**

제1항 또는 제2항에 있어서, 첨가제의 총 함량이 3%를 초과하지 않는 것을 특징으로 하는, 사이징 조성물.

**청구항 19**

제1항 또는 제2항에 있어서, 고체 함량(건식 추출)이 3 내지 15% 내에서 달라지는 것을 특징으로 하는, 사이징 조성물.

#### 청구항 20

유리 섬유(glass strand)로서,

제1항에 따른 사이징 조성물로 코팅된 유리 섬유.

#### 청구항 21

제20항에 있어서, 사이징 조성물(size)의 함량은 최종 섬유의 0.2 내지 5 중량%를 나타내는 것을 특징으로 하는, 유리 섬유.

#### 청구항 22

적어도 하나의 유기 또는 무기 물질 및 유리 섬유를 포함하는 복합 물질로서,

상기 유리 섬유는 모두 또는 부분적으로 제20항 또는 제21항에 따른 유리 섬유로 구성되는 것을 특징으로 하는, 복합 물질.

#### 청구항 23

제22항에 있어서, 유리의 정도는 5 내지 60% 사이인 것을 특징으로 하는, 복합 물질.

#### 청구항 24

제1항에 있어서, 상기 텍스쳐화 작용제는 100,000 초파,  $5 \times 10^6$  미만인 평균 분자량을 나타내는 것을 특징으로 하는, 사이징 조성물.

#### 청구항 25

제1항 또는 제2항에 있어서, 텍스쳐화 작용제의 함량은 사이징 조성물의 0.6% 미만인 것을 특징으로 하는, 사이징 조성물.

#### 청구항 26

제15항에 있어서, 상기 에폭시 화합물 및 이소시아네이트는 700 미만의 분자량을 나타내는 것을 특징으로 하는, 사이징 조성물.

#### 청구항 27

제15항에 있어서, 상기 산은 500 미만의 분자량을 나타내는 것을 특징으로 하는, 사이징 조성물.

#### 청구항 28

제1항 또는 제2항에 있어서, 고체 함량(건식 추출)이 5 내지 10% 내에서 달라지는 것을 특징으로 하는, 사이징 조성물.

#### 청구항 29

제20항에 있어서, 사이징 조성물의 함량은 최종 섬유의 0.35 내지 3 중량%를 나타내는 것을 특징으로 하는, 유리 섬유.

### 발명의 설명

#### 기술 분야

본 발명은 특히 유기 및/또는 무기 매트릭스를 보강하고자 의도되는 유리 섬유(strand)를 위한 사이징 조성물, 수득된 유리 섬유 및 상기 유리 섬유를 병합하는 복합체에 관한 것이다. 더욱 구체적으로 본 발명은 틱소트로피 유형의 유동적인 거동(rheological behaviour)을 갖는 물리적 겔 형태로 제공된 수성의 사이징 조성물에 관한

것이다.

## 배경기술

[0002] 유리 섬유를 보강하는 것은 통상적으로, 중력에 의해 흐르는 용융된 유리 흐름을, 용융된 유리로 채워진 부싱(bushing)의 여러 구멍으로부터 기계적으로 뽑음으로써 필라멘트를 형성하도록 제조되고, 상기 필라멘트는 기본 섬유로 모아지고, 그 후에 섬유가 수집된다.

[0003] 실 뽑기 동안에, 그리고 유리 필라멘트들이 섬유로 함께 모아지기 전에, 유리 필라멘트들은 사이징 조성물, 일반적으로 수성 사이징 조성물을 이용하여 사이징 부재 위를 통과함으로써 코팅된다.

[0004] 사이징 조성물(size)의 역할은 두 가지 관점에서 중요하다.

[0005] 섬유를 제조하는 동안에, 사이징 조성물은 프로세스의 부재들 위를 고속으로 통과하는 필라멘트의 마찰로부터 발생하는 마모로부터 필라멘트를 보호하고, 윤활제로서 작용한다. 이것은 또한 이러한 마찰동안 발생된 정전기 전하를 제거하는 것을 가능하게 한다. 최종적으로 상기 사이징 조성물은 필라멘트 서로에 결합을 제공함으로써 섬유에 응집력을 제공한다.

[0006] 복합 물질 제조하기 위한 목적으로 사용하는 동안, 사이징 조성물은 유리의 젖음성(wetting)과 보강될 물질에 의한 섬유의 침지를 향상시키고, 유리와 상기 물질 사이의 응집력을 촉진하고, 그로 인해 향상된 기계적 특성을 갖는 복합 물질을 초래한다.

[0007] 다양한 형태(연속적인, 짧게 끊어지거나 분쇄된 섬유, 연속적이거나 짧게 끊어진 섬유의 뭉치(mat), 그물, 직조물, 편물 등)인 유리 섬유는 일반적으로 가변적인 특성의 매트릭스, 예를 들면 열가소성 또는 열경화성 물질 및 시멘트를 효과적으로 보강하는데 사용된다.

[0008] 가장 일반적으로 사용되는 사이징 조성물은 수성 조성물, 특히 "플라스틱" 사이징 조성물이며, 상기 "플라스틱" 사이징 조성물은 폴리머 유형의 막-형성제(film-forming agent)를 함유하고, 이것은 특히 최종 사이징 조성물에 대해 기계적인 응집력을 제공하고, 섬유를 기계적인 손상으로부터 그리고 화학물질 및 환경으로부터의 부식에 대해 보호하는 이점을 나타낸다.

[0009] 이러한 사이징 조성물은 물의 80 중량%를 초과하도록 구성되고, 결과적으로 낮은 점도, 일반적으로  $5\text{mPa}\cdot\text{s}$ 이하인 낮은 점도를 갖고, 이러한 낮은 점도는 상기 사이징 조성물들이, 예를 들면 유리 필라멘트가 고속으로 통과하는 사이징 롤(sizing roll)을 이용하여, 비교적 단순한 사이징 디바이스에 쉽게 증착하는 것을 가능하게 한다. 프로세스 조건은, 필요한 양의 사이징 조성물이 섬유가 사이징 디바이스를 통과하는 동안 증착되도록 조절된다.

[0010] 그렇지만 사이징 조성물 내에 많은 양의 물의 존재는 불리하다.

[0011] 점도가 높지 않기 때문에, 섬유를 권사기(winder)로 유도하는 작용을 하는 여러 요소와 섬유가 접촉하는 경우에 사이징 조성물이 유리에 잘 보존되지 않는다. 건조 현상이 발생하고, 실을 뽑는 속도의 영향 하에 사이징 조성물의 원심 사출이 후속된다. 일부 사이징 조성물은 또한 섬유의 권사(winding) 동안 원심력의 영향 하에서 유실된다. 유실은 사이징 조성물에 따라 최대 50%의 범위일 수 있다.

[0012] 게다가 물은 최종 복합체의 기계적 특성을 유해한데, 그 이유는 물이 유리 섬유와 보강될 물질 사이의 접착력을 감소시키기 때문이다. 물은 결론적으로 제거되어야만 하고, 이것은 통상적으로 섬유의 집합체(package)를 집합체의 무게 및 초기 물 함유량에 따라 100 내지 150°C 정도의 온도로 가열된 커다란 캠버 내에서 10 내지 20 시간동안 건조시킴으로써 발생한다. 건조 작업은 값비싸고 긴 것 외에, 본질적으로 집합체의 내부로부터 외부로의 물에 대한 친화력과 분자량의 함수로 사이징 조성물 성분의 선택적인 이동 및, 집합체의 중심에 대해 주변에 위치된 섬유 상에 사이징 조성물 양의 현저한 증가(최대 800%)를 발생시킨다. 이러한 변동의 결과로, 섬유의 특성은 집합체 전체의 길이에 걸쳐 일정하지 않고, 이것은 특히 직조 작업 내의 프로세스 문제 및 유기 매트릭스를 갖는 복합체 내에 함유된 결함(흠)의 발생에 의해 나타난다.

[0013] 이러한 불리한점을 극복하는 한 가지 수단은, 필요한 양의 사이징 조성물을 포함하는 섬유의 부분만을 유지하기 위해, 주변부에 위치된 섬유의 특정 길이를 제거함으로써 집합체를 "필링(peeling)"하는 것이다. 일반적인 원칙으로, 섬유의 특성은 집합체 내 섬유 상 사이징 조성물의 최대 함량의 사이징 조성물의 명목적 함량에 대한 비율이 2 이하인 경우에 허용가능하다고 간주된다. 상기 값을 초과하면, 섬유의 품질이 목표로 하는 용융에 대해 불만족스럽다(전술된 문단 내에서 언급된 결함의 발생). 상기 비율이 만족스럽게 되도록 제거될 섬유의 양은 일

반적으로 집합체의 2 내지 5 중량%를 나타낸다. 이러한 작업은 특별한 설비 및 부가적인 작업자가 요구되기 때문에 값비싸다.

[0014] 사이징 조성물 이동의 동일한 현상이 예를 들면 부싱 하에서 직접적으로 섬유를 권선함으로써 얻어진 조방(roving)과 같은 일직선-면인 집합체 상에서 관찰된다. 그렇지만 이러한 경우에 사이징 조성물은 집합체의 주변 및 측면 모두를 향하여 이동한다. 이러한 이유로 상술된 필링 해결책은 적용 불가능하다.

## 발명의 내용

### 해결하려는 과제

[0015] 본 발명의 목적은 집합체를 건조시키는 동안 사이징 조성물의 이동을 제한하는 것이다.

[0016] 상기 목적은 본 발명에 따라 유리 섬유에 대한 사이징 조성물에 의해 성취되며, 상기 사이징 조성물은 상기 사이징 조성물 상에 물리적 겔의 형성을 제공할 수 있는 텍스쳐화 작용제를 포함한다.

[0017] 본 발명의 다른 주제는 사이징 조성물로 코팅된 상술된 유리 성유이다.

[0018] 본 발명의 또 다른 주제는 본 발명에 따라 유리 섬유에 의해 보강된 유기 및/또는 무기 매트릭스를 포함하는 복합 물질이다.

[0019] 더욱 구체적으로 본 발명의 주제는:

- 적어도 하나의 텍스쳐화 작용제 0.1 내지 5%

- 적어도 하나의 막-형성제 2 내지 8%

- 가소제, 표면-활성제 및 분산제로 구성된 군으로부터 선택된 적어도 하나의 화합물 0.1 내지 8%

- 적어도 하나의 결합제 0.1 내지 4%

- 적어도 하나의 첨가제 0 내지 6%

를 (중량% 단위로) 포함하는 물리적 겔 형태인 사이징 조성물이다.

### 과제의 해결 수단

[0026] 본 발명에 따른 사이징 조성물은 틱소트로피 유형의 유동적인 거동을 갖는 물리적 겔 형태로 제공된다.

[0027] "물리적 겔"이라는 용어는 현저한 액체 상 내에 미세하게 분산된 고체 상의 형태로 배열될 수 있고, 약한 결합의 존재로 인해 쉽게 분열되는 낮은 밀도를 갖고, 가역적인 망상조직(network)을 형성할 수 있는 화합물을 포함하는 시스템을 의미한다.

[0028] "틱소트로피 거동"이라는 용어는, 유체에 대한 전단 응력이 증가되면 유체의 점도가 감소되고, 상기 응력이 중단되면 초기 수준의 점도를 다시 회복하는 것을 경험하는 것을 의미하는 메카니즘의 조합을 의미하는 것으로 이해된다.

[0029] 본 발명에 따른 물리적 겔은 유리 필라멘트가 사이징 디바이스를 통과하는 것에 상응하는  $1 \times 10^6 \text{ s}^{-1}$  정도의 전단이 가해지는 경우에, 일반적으로  $100 \text{ mPa} \cdot \text{s}$  미만인 낮은 점도의 액체로 변환될 능력을 갖는다.

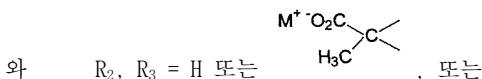
[0030] 본 발명에 따른 사이징 조성물의 물리적 겔 상태는 사이징 조성물에 적어도 하나의 텍스쳐화 작용제를 첨가함으로써 얻어지며, 이러한 텍스쳐화 작용제는 높은 비율의 하이드록실 작용기를 포함하는 것을 특징으로 하는 특정 폴리머로부터 선택된다.

[0031] 본 발명에 따른 텍스쳐화 작용제는 크산탄(xanthan), 구아르(guar) 및 숙시노글리칸(succinoglycan)과 같은 다당류, 특히 100,000 초과, 바람직하게는  $10 \times 10^6$  미만 및 유리하게는  $5 \times 10^6$  미만의 평균 분자량을 나타내는 다당류로부터 선택된다. 크산탄 및 숙시노글리칸이 바람직하다.

[0032] 크산탄은 도 1의 화학식(I)에 상응하는 것이 유리하며, 식 중:

$M^\dagger = Na, K$  또는  $1/2 Ca$

[0034]  $R_1 = H$  또는  $-COCH_3$



[0036]  $R_2 = H$  및  $R_3 = -COCH_3$

[0037]  $n \geq 100.$

[0038] 숙시노글리칸은 도 1의 화학식(Ⅱ)에 상응하는 것이 유리하며, 식 중:

[0039]  $Ac = -CO-CH_3$

[0040]  $Suc = -CO-(CH_2)_2-COOH$

[0041]  $M^+ = Na, K$  또는  $1/2 Ca$

[0042]  $n \geq 80.$

[0043] 바람직하게, 텍스쳐화 작용제의 함량은 사이징 조성물의 0.15 내지 2 중량%의 범위 내에서 달라지며, 0.6 중량% 미만인 것이 유리하다.

[0044] 폴리머형 막-형성제는 여러 가지 작용을 한다: 상기 막-형성제는 한편으로는 실 뽑기 동안의 마모로부터 유리 필라멘트를, 다른 한편으로는 화학적 및 환경적 부식으로부터 섬유를 보호하고; 섬유 상에 무결성(integrity)을 제공하고; 마지막으로 상기 막-형성제는 사이징 조성물과 보강될 매트릭스와의 양립성을 향상시킨다.

[0045] 막-형성제의 선택은 보강될 물질의 화학적 특성에 크게 의존한다.

[0046] 막-형성제는 폴리비닐 아세테이트(호모폴리머 또는 코폴리머, 예를 들면 비닐 아세테이트와 에틸렌의 코폴리머), 폴리에스테르, 폴리에테르, 에폭시 화합물, 폴리아크릴(호모 또는 코폴리머) 및 폴리우레тан으로부터 선택 될 수 있다. 20,000 이상의 중량을 갖는 폴리비닐 아세테이트, 에폭시 화합물 및 폴리에틸렌 글리콜이 바람직 하다.

[0047] 막-형성제는 일반적으로 에멀젼의 형태로 사이징 조성물 내에 주입된다.

[0048] 바람직하게는, 막-형성제의 함량은 사이징 조성물의 2.5 내지 7 중량%의 범위 내에서 달라진다.

[0049] 사이징 조성물은 가소제, 표면-활성제 및 분산제로 구성된 군으로부터 선택된 적어도 하나의 화합물을 포함하고, 상기 화합물의 역할은 액체 상의 분리 문제를 방지하는 동안 혼탁을 촉진하고, 조성물의 여러 성분의 균질한 분산을 가능하게 하는 것이며, 복합체를 제조하는 동안 보강될 물질에 의해 섬유의 효과적이고 빠른 젖음을 제공하는 것이다. 가소제, 표면-활성제 및 분산제는 종종 여러 기능을 갖고 이러한 이유로 상술된 범주의 하나 또는 다른 것으로 이들을 분류하기 어렵다.

[0050] 가소제, 표면-활성제 및 분산제로 구성된 군은 다음의 유기화합물과 무기화합물을 포함한다:

[0051] ○ 유기 화합물, 특히

[0052] - 선택적으로 할로겐화된 지방족 또는 방향족 폴리알콕시화 화합물, 예를 들면 바람직하게는 1 내지 30개의 에틸렌 옥사이드 작용기 및 0 내지 15개의 프로필렌 옥사이드 작용기를 포함하는 에톡시화/프로포시화 알킬페놀, 1 내지 40개의 에틸렌 옥사이드 작용기 및 0 내지 20개의 프로필렌 옥사이드 작용기를 포함하는 에톡시화/프로포시화된 비스페놀, 알킬 사슬이 바람직하게는 8 내지 20개의 탄소 원자를 포함하고 2 내지 50개의 에틸렌 옥사이드 작용기 및 최대 20개의 프로필렌 옥사이드 작용기를 포함하는 에톡시화/프로포시화 지방산 알코올이다. 블록(block) 또는 무작위의 코폴리머일 수 있는 폴리 알콕시화물과 같은 지방족 또는 방향족 폴리알콕시화물,

[0053] - 폴리알콕시화물, 예를 들면 알킬 사슬이 바람직하게는 8 내지 20개의 탄소 원자를 포함하고, 2 내지 50개의 에틸렌 옥사이드 작용기 및 최대 20개의 프로필렌 옥사이드 작용기를 함유하는 폴리에틸렌 글리콜, 지방산 에스테르와 같은 폴리알콕시화물,

[0054] - 아민함유 화합물, 예를 들면 선택적으로 알콕시화된 아민, 아민 옥사이드, 알킬아마이드, 나트륨, 칼륨 또

는 암모늄 숙시네이트 및 타우레이트, 특히 소르비탄인 당 유도체와 같은 아민함유 화합물, 선택적으로 알콕시화된 알킬 설페이트, 알킬 포스페이트 및 선택적으로 알킬화 또는 알콕시화된 나트륨, 칼륨 또는 암모늄의 에테르 포스페이트.

[0055] ○ 무기 화합물, 예를 들면 실리카 유도체, 이러한 화합물은 단독으로 또는 상술된 유기 화합물과 함께 혼합물로 사용되는 것이 가능하다.

[0056] 상술된 군으로부터 선택된 화합물의 양은 사이징 조성물의 0.15 내지 4 중량%의 범위 내에서 달라지는 것이 바람직하다.

[0057] 결합제는 유리 표면에 사이징 조성물의 부착을 제공하는 것을 가능하게 한다.

[0058] 결합제는, 가수분해 가능한 화합물, 특히 아세트산, 젖산 또는 시트르산과 같은 산의 존재 하에 가수분해 가능하고, γ-글리시독시프로필트리메톡시실란, γ-아크릴롤옥시프로필트리메톡시실란, γ-메타크릴롤옥시프로필트리메톡시실란, 폴리(옥시에틸렌/옥시프로필렌)-트리메톡시실란, γ-아미노프로필트리메톡시실란, 비닐트리메톡시실란, 페닐아미노프로필트리메톡시실란, 스티릴아미노에틸아미노프로필트리메톡시실란 및 tert-부틸카르바모일프로필트리메톡시실란과 같은 실란, 1,3-디비닐테트라에톡시디실록산과 같은 실록산, 티타네이트, 지르코네이트, 특히 알루미늄 빛 이들 화합물의 혼합물로 구성된 군에 속하는 가수분해 가능한 화합물로부터 선택된다. 실란이 선택되는 것이 바람직하다.

[0059] 결합제의 양은 사이징 조성물의 0.15 내지 2 중량%의 범위 내에서 달라지는 것이 바람직하다.

[0060] 사이징 조성물의 구조에 본질적으로 관여하는 상술된 성분에 부가적으로, 하나 이상의 다른 성분이 첨가제로서 첨가될 수 있다.

[0061] 따라서 예를 들면 태실 라우레이트, 이소프로필 팔미테이트, 세틸 팔미테이트, 이소프로필 스테아레이트, 부틸 스테아레이트, 이소부틸 스테아레이트, 트리메틸롤프로판 트리옥타노에이트 및 트리메틸올프로판 트리데카노에이트와 같은 선택적으로 알콕시화된 지방산 에스테르, 예를 들면 에톡시화 옥틸페놀과 같은 알킬 페놀 유도체, 예를 들면 메틸 종기를 포함하고, 유리하게는 10개 미만의 옥시에틸렌 단위체를 포함하는 폴리에틸렌 글리콜 라우레이트 또는 스테아레이트와 같은 선택적으로 알콕시화된 지방산 알코올, 광물유를 기재로 하는 혼합물, 알킬 아민, 폴리에틸렌 왁스 및 이러한 화합물들의 혼합물과 같은 적어도 하나의 윤활제를 주입하는 것이 가능하다.

[0062] 또한 하기의 첨가제들 중 적어도 하나를 첨가하는 것이 가능하다: EDTA 유도체, 갈산 또는 인산 유도체와 같은 합성제, 실리콘, 폴리올 및 식물성 기름과 같은 소포제 및 예를 들면 아세트산, 젖산 또는 시트르산과 같은 결합제의 가수 분해 동안 pH를 조절하는데 사용되는 산.

[0063] 사이징 조성물은 또한 섬유를 건조시키는 단계 이후에, 사이징 조성물 내에 존재하는 자유 하이드록실 작용기의 양을 조절할 수 있게 하는 적어도 하나의 화합물을 포함할 수 있는데, 이것은 약한 친수 특성을 갖기 위한 것이고, 습한 환경 내에서의 노화에 대해 양호한 저항성을 유지할 수 있게 한다.

[0064] 이러한 화합물은 바람직하게는 일기능성(monofunctional) 또는 이기능성이고, 1000 미만, 바람직하게는 700 미만의 분자량을 갖는, 열적으로 활성화될 수 있는 에폭시 화합물 및 차폐된 이소시아네이트(masked isocyanate)로부터 선택된다.

[0065] 에폭시 화합물은 부틸 글리시딜 에테르, 1,4-부탄디올 디글리시딜 에테르 및 최대 4 에틸렌 옥사이드 단위체를 포함하는 폴리옥시에틸렌 디글리시딜 에테르와 같은 지방족 에폭시 화합물, 시클로헥산디메탄올 디글리시딜 에테르와 같은 시클로지방족 에폭시 화합물 또는 페닐 디글리시딜 에테르와 같은 방향족 에폭시 화합물로부터 선택된다.

[0066] 열적인 방법에 의해 활성화될 수 있는 차폐된 이소시아네이트는 하나 이상의 N-옥심, N-카프로락탐 및 푸르푸랄 작용기를 포함하는 이소시아네이트로부터 선택된다. 비차폐 온도는 섬유를 건조시키기 위한 온도, 일반적으로는 105 내지 140°C 사이의 온도에 상응해야만 한다.

[0067] 자유 하이드록실 작용기의 양을 조절하는 것을 가능하게 하는 화합물은 또한 적어도 두 개의 카르복실 작용기를 나타내는 유기산, 예를 들면 아디프산, 시트르산, 폴리(아크릴산) 및 폴리(메타아크릴산)으로부터 선택될 수 있다. 일반적으로 이러한 산들은 1000 미만, 바람직하게는 500 미만의 분자량을 나타낸다.

[0068] 유리하게는 3차 아민 유형의 촉매가 에폭시 화합물 또는 이소시아네이트와의 결합하여 사용된다. 촉매는 공지의 화합물, 예를 들면 트리스(디메틸아미노메틸) 페놀과 같은 치환된 페놀 및 N-스테아릴이미다졸린과 같은 이미다

줄린 또는 그 유도체로부터 선택될 수 있다.

[0069] 촉매의 양은 사이징 조성물의 1 중량%를 초과하지 않는다.

[0070] 바람직하게는 사이징 조성물 내 첨가제의 총 함량은 3%를 초과하지 않는다.

[0071] 사이징 조성물을 형성하는데 사용될 물의 양은, 3 내지 15% 내, 바람직하게는 5 내지 10% 내에서 달라지는 고체 함량(건식 추출)이 얻어지도록 결정된다.

[0072] 사이징 조성물의 제조는 하기의 단계:

[0073] a) 적절한 경우에, 결합제(들)를 가수분해 하는 단계,

[0074] b) 결합제(들), 막-형성제와, 가소제, 표면-활성제 및 분산제로 구성되는 군으로부터 선택되는 화합물, 선택적으로 첨가제와 물을 혼합하는 단계,

[0075] c) 바람직하게는 격렬한 교반과 함께 텍스쳐화 작용제를 첨가하는 단계,

[0076] d) 얻어진 혼합물에 균질한 겔을 형성하기에 충분한 전단력을 가하는 단계

[0077] 로 구성된다.

[0078] 본 발명의 또 다른 주제는 상술된 사이징 조성물로 코팅된 유리 섬유이다.

[0079] 본 발명에서, "섬유"라는 용어는 다수의 필라멘트의 부싱 하에서 모아짐으로써 초래되는 기본 섬유 및 이러한 섬유로부터 유도되는 제품, 특히 조방(roving)의 형태인 이러한 섬유의 조립체(assembly)를 의미하는 것으로 이해된다. 이러한 조립체는 여러 기본 섬유의 집합체를 동시에 이용하고, 그 후에 회전 지지체 상에서 권선되는 토후(tow)로 상기 조립체를 모음으로써, 이들은 또한 회전 지지체 상에서의 부싱 및 권선 하에서 직접적으로 필라멘트를 모음으로써 얻어진 조립된 조방의 수치(count)와 동일한 수치(또는 선밀도)를 구비한 "직접적인" 조방일 수 있다.

[0080] 상술된 것과 같이 수성 사이징 조성물은 필라멘트들이 기본 섬유(들)로 모아지기 전에 필라멘트 상에 증착된다. 일반적으로 0.25% 미만, 바람직하게는 0.1% 미만의 물 함량이 성취될 수 있도록 하는 온도 및 지속시간 조건 하에서, 수집 이후에 섬유를 건조시킴으로써 수분이 제거된다. 일반적으로 건조는 집합체의 유형 및 초기 물 함량에 따라 10 내지 20 시간동안 100 내지 150°C 내에서 달라지는 온도로 수행된다.

[0081] 본 발명에 따라 사이징된 섬유는 임의의 유형의 유리, 예를 들면 E, C, R, AR 및 감소된 수준의 봉소(6% 미만)를 구비한 유리로 만들어질 수 있다. E 및 AR 유리가 바람직하다.

[0082] 섬유를 구성하는 유리 필라멘트의 직경은 예를 들면 5 내지 30  $\mu\text{m}$  내로 크게 달라질 수 있다. 동일한 방식으로 섬유의 선밀도는 목표로 하는 응용에 따라 11 내지 4800 tex로 크게 달라질 수 있다.

[0083] 일반적으로 사이징 조성물의 양은 최종 섬유의 0.2 내지 5 중량%, 바람직하게는 0.35 내지 3%이다.

[0084] 본 발명의 다른 주제는 적어도 하나의 유기 및/또는 무기 물질을 상술된 사이징 조성물로 코팅된 유리 섬유와 결합하는 복합 물질이다. 유기 물질은 하나 이상의 열가소성 또는 열경화성 폴리머로 구성될 수 있고, 무기 물질은 예를 들면 시멘트 물질일 수 있다.

[0085] 복합 물질 내 유리의 정도는 일반적으로 5 내지 60중량% 사이이다.

### 발명의 효과

[0086] 본원 발명의 사이징 조성물은, 섬유를 제조하는 동안에, 사이징 조성물은 프로세스의 요소들을 고속으로 통과하는 필라멘트의 마찰로부터 발생하는 마모로부터 필라멘트를 보호하고, 윤활제로서 작용한다. 이것은 또한 이러한 마찰동안 발생된 정전기 전하를 제거하는 것을 가능하게 한다. 최종적으로 상기 사이징 조성물은 필라멘트 서로에 결합을 제공함으로써 섬유에 응집력을 제공한다.

[0087] 또한 본원 발명의 사이징 조성물을 복합 물질 제조하기 위한 목적으로 사용하는 동안에, 상기 사이징 조성물은 유리의 젖음성과 보강될 물질에 의한 섬유의 침지를 향상시키고, 유리와 상기 물질 사이의 응집력을 촉진하고, 그로 인해 향상된 기계적 특성을 갖는 복합 물질을 초래한다.

### 도면의 간단한 설명

[0088] 도 1은 본 발명의 사이징 조성물에 첨가되는 텍스쳐화 작용제의 구체적인 화학식을 도시한 도면.

### **발명을 실시하기 위한 구체적인 내용**

[0089] 하기에 주어진 실시예는 본 발명을 비제한적으로 기술하는 것을 가능하게 한다.

[0090] 이러한 실시예에서, 하기의 방법이 사용된다:

#### **사이징 조성물**

##### (1) 제조방법

[0093] a) 많은 양의 물 내에 결합제를 주입{대략 pH 10-12; Silquest(등록상표) A1100 및 A1120}하고, 적절한 경우에 산으로, 예를 들면 아세트산, 시트르산 또는 젖산으로 산성화된 물 내에 결합제를 주입{pH 3.5-5; Silquest(등록상표) A174, A1128, A1387 및 A187}함으로써 결합제가 가수분해된다. 혼합물은 대략 20분 동안 상온에서 계속 교반된다.

[0094] b) 적절한 경우에, 알맞는 교반으로 실란이 혼합되고, 막-형성제, 첨가제(윤활제, 표면-활성제, 가소제, 촉매) 및 물이 연속적으로 결합제(들) 용액에 첨가되며, 물은 주입될 텍스쳐화 작용제의 함량을 고려하여, 필요한 고체 함량을 얻기 위해 필요한 양이 첨가된다.

[0095] c) 텍스쳐화 작용제는 b) 단계의 혼합물에 격렬한 교반과 함께 천천히 첨가된다. 젤이 형성되면, 예를 들면 Ultraturrax(등록상표)(5000-9000 rpm)을 이용하여 3 내지 5분 동안 전단 처리가 가해진다. 젤은 기계적인 전단의 영향 하에 낮은 점도의 액체를 제공하기 위해 분해되고, 이는 혼합물을 균질하게 만들 수 있으므로, 교반이 중단된 이후에 급속히 재형성된다.

##### (2) 구성요소

###### - 막-형성제

[0098] ○ Angus Chemie GmbH 社에서 판매된 AMP 90: 2-아미노-2-메틸프로판올

[0099] ○ Achitex 社에서 판매된 Polyfinish 40H: 말레산 무수물로 그래프트된 폴리프로필렌의 수성 에멀젼; 고체 함량: 40%

[0100] ○ Celanese 社에 의해 판매된 Vinamul(등록상표) 8828: 비닐 아세테이트 및 N-메틸올아크릴아마이트를 기재로 하는 폴리머의 수성 에멀젼; 고체 함량: 52%

[0101] ○ Celanese 社에 의해 판매된 Vinamul(등록상표) 8852: 폴리비닐 아세테이트의 수성 에멀젼; 분자량 50,000; 고체 함량: 50%

[0102] ○ Coim 社에 의해 판매된 Filco(등록상표) 310: 변형된 에폭시 수지의 수성 에멀젼; 고체 함량: 52%

[0103] ○ Hexion 社에 의해 판매된 Epirez(등록상표) 3510 W60: 비스페놀 A 에폭시 수지의 수성 에멀젼; 분자량 700 미만; 고체 함량: 62%

[0104] ○ Hexion 社에 의해 판매된 Epirez(등록상표) 3515 W60: 비스페놀 A-4,4'-(1-메틸에틸리덴) 및 2,2'-[((1-메틸에틸리덴)비스(4,1-페닐렌옥시메틸렌)]비스-[옥시란]의 코폴리머 수지의 수성 에멀젼; 고체 함량: 62%

[0105] ○ DSM 社에 의해 판매된 Neoxil(등록상표) 962D: 낮은 분자량의 에폭시 에스테르 수지의 수성 에멀젼(EEW 470-550 g/eq); 고체 함량: 40%

[0106] ○ DSM 社에 의해 판매된 Neoxil(등록상표) 961D: 높은 분자량의 에폭시 에스테르 수지의 수성 에멀젼(EEW 3500-6000 g/eq); 고체 함량: 30%

[0107] ○ Clariant 社에 의해 판매된 PEG 20000: 폴리에틸렌 글리콜; 분자량 20,000

[0108] ○ Scott Bader 社에 의해 판매된 Naxol(등록상표) SH 2500: 폴리(에틸렌 글리콜 아디페이트); 고체 함량: 100%

###### - 텍스쳐화제

[0109] ○ Kelco 社에 의해 판매된 Kelzan(등록상표): 크산탄

- [0111] ○ Rhodia 社에 의해 판매된 Rhodopol(등록상표) 23: 크산탄
- [0112] ○ Rhodia 社에 의해 판매된 Rheozan(등록상표) SH: 숙시노글리칸
- [0113] - 결합제
  - [0114] ○ GE Silicones 社에 의해 판매된 Silquest(등록상표) A-174: γ-메타크릴로일옥시프로필트리메톡시실란
  - [0115] ○ GE Silicones 社에 의해 판매된 Silquest(등록상표) A-1100: γ-아미노프로필트리에톡시실란
  - [0116] ○ GE Silicones 社에 의해 판매된 Silquest(등록상표) A-1128: 벤질아미노에틸-γ-아미노프로필트리메톡시실란  
(메탄올 내에서 50 중량%)
  - [0117] ○ GE Silicones 社에 의해 판매된 Silquest(등록상표) A-1120: β-아미노에틸-γ-아미노프로필트리메톡시실란
  - [0118] ○ GE Silicones 社에 의해 판매된 Silquest(등록상표) A-1387: 폴리실라잔( 메탄올 내에서 50 중량%)
  - [0119] ○ GE Silicones 社에 의해 판매된 Silquest(등록상표) A-187: γ-클리시독시프로필트리메톡시실란
  - [0120] - 분산제, 윤활제 및 가소제
    - [0121] ○ Clariant 社에 의해 판매된 PEG 2000: 폴리에틸렌 글리콜; 분자량 2000
    - [0122] ○ Clariant 社에 의해 판매된 PEG 300: 폴리에틸렌 글리콜; 분자량 300
    - [0123] ○ Union Carbide 社에 의해 판매된 Carbowax(등록상표) 1000: 폴리에틸렌 글리콜; 분자량 1000
    - [0124] ○ BASF 社에 의해 판매된 Lutensol(등록상표) AT 50: C<sub>16</sub>-C<sub>18</sub> 지방산 알코올; 50 EO
    - [0125] ○ Sigma-Aldrich 社에 의해 판매된 Antistatico(등록상표) KN: (스테아르아미도프로필)디메틸(β-하이도록시에틸)암모늄 나이트레이트
    - [0126] ○ Noveon 社에 의해 판매된 K-Flex(등록상표) 500: 디에틸렌/디프로필렌 글리콜 디벤조에이트; 고체 함량: 100%
    - [0127] ○ Cognis 社에 의해 판매된 Setilon(등록상표) KN: 에톡시화 C<sub>8</sub>-C<sub>22</sub> 지방산 알코올; 고체 함량: 57%
    - [0128] ○ Achitex 社에 의해 판매된 Texlube(등록상표) NI/CS2: 에톡시화 알코올과 글리세롤 에스테르의 혼합물; 고체 함량: 100%
    - [0129] ○ Kemira Chimie 社에 의해 판매된 Lubronyl(등록상표) GF: 에톡시화 C<sub>16</sub>-C<sub>18</sub> 지방산 아민 및 알킬벤젠류의 폐트롤륨 중류액의 혼합물
    - [0130] ○ Cognis 社에 의해 판매된 Emerest(등록상표) 2856 A: 에톡시화 폐라곤산; 10 EO
    - [0131] ○ Morflex 社에 의해 판매된 Citroflex(등록상표) B6: 트리(n-헥실) n-부티릴시트레이트
    - [0132] - 촉매/윤활제
      - [0133] ○ Cognis 社에 의해 판매된 Emery(등록상표) 6717L: 아세트산, C<sub>5</sub>-C<sub>9</sub> 카르복시 산 및 디에틸렌트리아민-에틸렌이민의 폴리아마이드
      - [0134] ○ Cognis 社에 의해 판매된 Emery(등록상표) 6760: 아세트산, C<sub>5</sub>-C<sub>9</sub> 카르복시 산 및 디에틸렌트리아민-에틸렌이민의 폴리아마이드; 고체 함량: 50%
      - [0135] ○ DSM 社에 의해 판매된 Neoxil(등록상표) AO 83634: (C<sub>16</sub>-C<sub>18</sub>)알킬이미다졸리늄 에토술페이트; 고체 함량: 100%
        - 다당류의 OH 작용기를 조절하는 작용제
      - [0137] ○ Rhodia 社에 의해 판매된 Rhodocoat(등록상표) WT 1000: 2-부타논 옥심으로 차폐된 지방족 폴리이소시아네이트의 수성 에멀젼; 고체 함량: 63%
      - [0138] (3) 점도

[0139] 하기의 조건 하에서, LV 유형의 스픈들(spindle)이 설치된 브룩필드 LVF 점도계(Brookfield LVF viscometer)를 이용하여 측정된다: 직경이 9cm인 원통형 용기 내에 존재하는 500g의 사이징 조성물 내에 스픈들이 침지되며, 상기 스픈들은 적절한 속도(예를 들면, 60 rpm으로 회전하는 2번 스픈들은 최대 500mPa · s의 점도를 측정 가능하게 한다)로 1분 동안 회전되고, 점도가 측정된다. 점도는 25°C에서 측정되고, mPa · s 단위로 표시된다.

[0140] 측정값은 점도의 절대값에 상응하지 않는다; 측정값은 서로 비교될 수 있다.

#### 유리 섬유

[0142] (1) 강열감량(loss on ignition)

[0143] ISO 1887 표준에 따라 측정되고, % 단위로 표시된다.

[0144] (2) 보풀(fuzz)의 양

[0145] 보풀의 양은 섬유의 마모에 대한 저항성을 평가하는 것을 가능하게 한다. 이것은, 각 막대(bar)에서 섬유의 편향각이 90° 이도록 위치된 일련의 4 또는 6개의 원통형 세라믹 막대를 섬유가 통과한 이후에, 섬유로부터 분리되는 물질의 양을 측량함으로써 측정된다. 보풀의 양은 시험된 섬유 1kg 당 mg 단위로 표시된다.

[0146] (3) 섬유의 강도(tenacity)

[0147] ISO 3341 표준에 의해 정의된 조건 하에서 인장 파단력을 측정함으로써 평가된다. N/tex 단위로 표시된다.

[0148] (4) 이동

[0149] 조방 내에서의 섬유 상에서 측정된 사이징 조성물의 최대 함량의 사이징 조성물의 명목상의 수준에 대한 비율(R)에 의해 평가된다. 비율(R)은 2 이하일 경우에 허용가능하다.

[0150] 2와 동일한 비율을 성취하기 위해서 필요한, 조방으로부터 풀린 섬유의 길이(L)도 또한 표시되고, 상기 길이는 조방의 "휠링"에 상응한다. m 단위로 표시된다.

#### 실시예 1 내지 16

[0152] 열경화성 수지의 보강을 위해 에폭시 수지를 포함하는 사이징 조성물

[0153] 표 1에 나타내어진 성분을 포함하는 사이징 조성물이 제조된다.

[0154] 19μm(실시예 1 내지 12) 또는 13.6μm(실시예 13 내지 16)와 동일한 직경을 갖는 유리 필라멘트에 대하여 "풀 배스(full bath)" 사이징 룰을 이용하여 사이징 조성물이 가해지고, 이것은 무게가 7kg인 조방 형태의 권선 섬유로 모아진다. 조방은 15시간 동안 130°C로(실시예 1 내지 13) 및 15시간 동안 115°C로 그 후에 5시간동안 150°C로(실시예 14) 건조된다.

[0155] 사이징 조성물 및 유리 섬유의 특성이 표 1에 주어진다.

[0156] 실시예 5, 7 및 9에 따른 유리 섬유는 하기의 수지를 이용함으로써 ISO 9291 표준에 따른 조건 하에서 평행 섬유를 포함하는 복합 플라크(plaque)를 형성하는데 사용된다:

[0157] - 100 중량부의 Epoxy LY 564 수지(Huntsman 社에 의해 판매) 및 96 중량부의 Araldite XB 3486 경화제(Huntsman 社에 의해 판매)로 구성된 에폭시 수지.

[0158] - 폴리에스테르 수지 1: 100 중량부의 변형된 오르토프탈릭 폴리에스테르 수지 및 1.5 중량부의 메틸 에틸 케노페옥사이드(Akzo Nobel 社에 의해 판매된 Butanol(등록상표) M50)으로 구성된, Polytite(등록상표) 413-575 수지(Reichhold 社에 의해 판매).

[0159] - 100 중량부의 이소프탈릭 불포화 폴리에스테르 수지(DSM 社에 의해 판매된 Synolite(등록상표) 1717N1) 및 1.5 중량부의 메틸 이소부틸 케톤 폴리에스테르(Akzo Nobel Polymer Chemicals BV 社에 의해 판매된 Trigonox(등록상표) HM)로 구성된, 폴리에스테르 수지 2.

[0160] 플라크는 하기 조건 하에서 처리된다:

	온도(°C)	시간(시간)
에폭시 수지	80	8

[0163]	폴리에스테르 수지 1	60	16
[0164]	폴리에스테르 수지 2	80	2
[0165]		120	4

[0166] 실험 시료는 플라크로부터 잘라낸 것이며, 72시간(에폭시 수지) 또는 24시간(폴리에스테르 수지 1 및 수지 2)동안 끓는 물에서 처리된다. 세점 굽힘 강도(three point bending strength)는 실험 시료 상에서 횡방향으로 측정되고 유리 함량 100%에 대한 강도가 산출된다. 측정의 결과는 표 2에 주어진다.

#### 실시예 17 내지 22

[0168] 열경화성 수지의 보강을 위해 폴리비닐 아세테이트를 포함하는 사이징 조성물

[0169] 표 3에 표시된 성분을 포함하는 사이징 조성물이 제조된다.

[0170] 실시예 1 내지 16의 조건 하에서  $19\mu\text{m}$ (실시예 17 내지 19) 및  $14\mu\text{m}$ (실시예 20 내지 22)의 직경을 갖는 유리 필라멘트에 사이징 조성물이 가해진다.

[0171] 사이징 조성물 및 유리 섬유의 특성이 표 3에 주어진다.

#### 실시예 23 내지 28

[0173] 열경화성 수지의 보강을 위하여 에폭시 폴리에스테르를 포함하는 사이징 조성물

[0174] 표 4에 표시된 성분을 포함하는 사이징 조성물이 제조된다.

[0175] 실시예 1 내지 16의 조건 하에서  $19\mu\text{m}$ (실시예 23 내지 25) 및  $14\mu\text{m}$ (실시예 26 내지 28)의 직경을 갖는 유리 필라멘트에 사이징 조성물이 가해진다.

[0176] 사이징 조성물 및 유리 섬유의 특성이 표 4에 주어진다.

#### 실시예 29 내지 31

[0178] 열경화성 수지의 보강을 위하여 말레산 무수물로 그래프트된 폴리프로필렌을 포함하는 사이징 조성물

[0179] 표 5에 표시된 성분을 포함하는 사이징 조성물이 제조된다.

[0180] 실시예 1 내지 16의 조건 하에서 유리 필라멘트에 사이징 조성물이 가해진다.

[0181] 사이징 조성물 및 유리 섬유의 특성이 표 5에 주어진다.

#### 실시예 32 내지 34

[0183] 핀(fin) 섬유에 가해지도록 의도된 사이징 조성물

[0184] 표 6에 표시된 성분을 포함하는 사이징 조성물이 제조된다.

[0185] 실시예 1 내지 16의 조건 하에서  $13.5\mu\text{m}$ 의 직경을 갖는 유리 필라멘트에 사이징 조성물이 가해진다.

[0186] 사이징 조성물 및 유리 섬유의 특성이 표 6에 주어진다.

[0187] 1-1]

	실시예 1	실시예 2	실시예 3	실시예 4 (C)	실시예 5	실시예 6 (C)	실시예 7	실시예 8 (C)
겔합제								
Silquest® A174	0.55	0.55	0.55	0.45	0.45	0.45	0.45	0.45
Silquest® A1387	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20
Silquest® A187	-	-	-	-	0.20	0.20	0.20	0.20
Silquest® A1128	-	-	-	-	-	-	-	-
부-겔상제								
Epirez® 3510 W60	4.00	4.00	4.00	4.00	4.00	4.00	-	-
Epirez® 3515 W60	-	-	-	-	-	-	4.00	4.00
Neoxil® 962D	2.25	2.25	2.25	2.25	2.5	2.5	1.53	1.53
Neoxil® 961D	-	-	-	-	-	-	1.00	1.00
윤활제								
Setilon® KN	0.13	0.13	0.13	0.13	0.13	0.13	0.13	0.13
Texlube® NI/CS2	0.32	0.32	0.32	0.32	0.44	0.44	0.22	0.22
Neoxil® AO 83634	-	-	-	-	0.20	0.20	0.10	0.10
타스처화 적용제								
Rheozan®	-	0.50	-	-	0.50	-	0.50	-
Kelzan®	0.50	-	-	-	-	-	-	-
Rhodopol®	-	-	0.50	-	-	-	-	-
조성물								
점도 (mPa·s)	n.d.	n.d.	5	n.d.	5	35	5	5
섬유								
선밀도 (tex)	618	625	661	638	600	574	559	596
강열감량 (%)	0.63	0.59	0.55	0.54	0.54	0.55	0.71	0.61
보풀 (mg/kg) / 막대의 수	183/4	5.6/4	53.2/4	26/4	29/6	9.2/6	13.8/6	49.6/6
강도 (N/tex)	0.23	0.36	0.29	0.49	0.42	0.46	0.43	0.43
비중	-	-	比重	比重	比重	比重	比重	比重
R	-	-	比重	比重	比重	比重	比重	比重
L (m)	-	-	n.d.	n.d.	2.13	2.02	2.02	100

n. d. : 측정되지 않음 ; (c) : 비교에

[0188]

[표1-2]

	실시예 9	실시예 10(℃)	실시예 11	실시예 12(℃)	실시예 13	실시예 14	실시예 15	실시예 16(℃)
글립지 Silquest® A174	0.55	0.55	0.45	0.45	0.55	0.55	0.55	0.55
Silquest® A1387	0.15	0.15	—	—	0.20	0.20	0.20	0.20
Silquest® A187	0.30	0.30	0.20	0.20	—	—	—	—
Silquest® A1128	—	—	0.20	0.20	—	—	—	—
마-염성제 Epirez® 3510 W60	—	—	—	—	4.00	4.00	4.00	4.00
Epirez® 515 W60	4.00	4.00	4.00	4.00	—	—	—	—
Neoxil® 962D	2.53	2.53	1.53	1.53	2.53	2.53	2.53	2.53
Neoxil® 961D	—	—	1.00	1.00	—	—	—	—
온화제 Setilon® KN	0.13	0.13	0.13	0.13	0.13	0.13	0.13	0.13
Texlube® NI/CS2	0.22	0.22	0.22	0.22	0.29	0.29	0.29	0.29
Neoxil® AO 83634	0.10	0.10	0.10	0.10	—	—	—	—
비스제화 작용제 Rheozan®	0.50	—	0.43	—	0.50	0.50	0.50	—
Kelzan®	—	—	—	—	—	—	—	—
Rhodopol®	—	—	—	—	—	—	—	—
OH-기를 조절하기 위한 작용제 Rhodocoat® WT 1000	—	—	—	—	—	1.80	—	—
시트르산	—	—	—	—	—	0.50	—	—
조성물								
점도 (mPa·s)	60	5	330	5	375	820	355	5
고체 (%)	4.81	4.31	4.53	4.10	4.38	4.40	4.25	4.42
성유								
선밀도 (tex)	582	583	553	544	296	288	291	290
경밀감량 (%)	0.53	0.41	0.93	0.79	0.75	0.76	0.60	0.59
보풀 (mg/kg) / 막대의 수	0.36/4	0.38/4	98.6/4	50.4/4	10.7/4	34.1/6	10.7/6	3.9/4
강도 (N/tex)	0.38	0.38	0.48	0.47	0.44	0.52	0.52	0.50

[표1-3]

	설시제 9	설시제 10 (C)	설시제 11	설시제 12 (C)	설시제 13	설시제 14	설시제 15	설시제 16 (C)
015 R L (m)	있음	있음	있음	있음	있음	있음	있음	있음
	-	-	-	-	-	-	-	-
	2.35	2.67	2.67	-	-	-	-	2.60
	450	1050	1050	-	-	-	-	950

n.d.: 측정되지 않음; (C): 부교재

[0193]

[ 표 2 ]

제작시 수지		실시예 5	실시예 6 (c)	실시예 7	실시예 8 (c)	실시예 9	실시예 10 (c)
100% 유리에 대한 강도 (MPa)	초기	1750 1400	1860 1460	1740 1380	1820 1300	1850 1400	1800 1350
노화 이후							
황병창 강도 (MPa)	초기	54	62	33	75	45	52
노화 이후		40	43	24	54	30	35
플라에스터로 수지 1							
100% 유리에 대한 강도 (MPa)	초기	2430 1750	2420 1850	2360 1900	2540 1940	n.d. n.d.	n.d. n.d.
노화 이후							
황병창 강도 (MPa)	초기	54	60	53	63	n.d. n.d.	n.d. n.d.
노화 이후		30	47	32	43	n.d. n.d.	n.d. n.d.
플라에스테르 수지 2							
100% 유리에 대한 강도 (MPa)	초기	n.d.	n.d.	2360	2700	2900	2800
노화 이후		n.d.	n.d.	2150	2108	2350	2200
황병창 강도 (MPa)	초기	n.d.	n.d.	57	36	56	60
노화 이후		n.d.	n.d.	39	44	35	35

n.d. : 측정되지 않음; (c) : 비교용

[0194]

[0195]

[ 표 3 ]

	실시제 17	실시제 18	실시제 19 (c)	실시제 20	실시제 21	실시제 22 (c)
화학제						
Silquest® A174	0.29	0.29	0.29	0.29	0.29	0.29
Silquest® A1100	0.19	0.19	0.19	0.19	0.19	0.19
비-화학제						
Vinamul® 8828	7.00	7.00	7.00	7.00	7.00	7.00
Vinamul® 8852	3.58	3.58	3.58	3.58	3.58	3.58
K Flex® 500	0.26	0.26	0.26	0.26	0.26	0.26
윤활제						
Filco® 310	2.40	2.40	2.40	2.40	2.40	2.40
Emery® 6760	0.58	0.58	0.58	0.58	0.58	0.58
테스페와 썩용제						
Kelzan®	-	0.5	-	0.5	0.7	-
Rhodopol®	0.5	-	-	-	-	-
조성물						
점도 (mPa.s)	275	40	5	180	275	5
고체 (%)	8.41	8.41	7.91	8.41	8.41	7.94
성유						
선밀도 (tex)	568	581	557	357	337.2	368.8
경밀감량(%)	0.80	1.51	1.08	1.20	1.20	1.09
보풀(mg/kg) / 막대의 수	111.1/6	91.9/6	355.7/6	145/6	39.5/6	101.7/6
강도 (N/tex)	0.46	0.58	0.6	0.54	0.63	3.3
이동 (%)	없음	없음	있음	없음	없음	있음
R	-	-	4.6	-	-	4.4
L (m)	-	-	150	-	-	50

(c) : 비교제

[0196]

[0197] 4]

	실험 23	실험 24	실험 25 (c)	실험 26	실험 27	실험 28 (c)
겔류미						
Silquest® A174	0.47	0.47	0.45	0.45	0.45	
Silquest® A1387	0.12	0.12	0.12	0.12	0.12	
Silquest® A187	-	-	0.20	0.20	0.20	
부-황성재						
Carbonax® 1000	0.41	0.41	0.41	0.41	0.41	0.41
PEG 20000	0.09	0.09	0.09	-	-	-
Neoxil® 962D	1.03	1.03	1.00	1.00	1.00	1.00
Epirez® 3515 W60	1.54	1.54	2.50	2.50	2.50	2.50
운출제						
Emery® 6717 L Lubronyl® GF	0.03	0.03	0.32	0.32	0.32	0.32
Emerset® 2856A	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25
Citroflex® B6	0.78	0.78	0.50	0.50	0.50	0.50
Texturing agent	0.20	0.20	-	-	-	-
Kelzan®	-	0.50	-	-	0.50	-
Rhodopol®	0.45	-	0.45	-	-	-
조성물						
점도 (mPa.s)						
고체 (%)						
상기						
실험						
실험도 (tex)						
강연경량 (%)						
보풀 (mg/kg) / 막대의 수						
강도 (N/tex)						
이동 (%)						
R	-	-	-	-	-	-
L (m)	400	-	7.8	-	-	225

(C) : 비교대

[0198]

[표 5]

	실시예 29	실시예 30	실시예 31 (c)
결합제			
Silquest® A1120	0.47	0.47	0.47
막-형성제			
Lutensol® AT50	0.41	0.41	0.41
윤활제			
Polyfinish® 40H	0.03	0.03	0.03
Antistatico® KN	0.25	0.25	0.25
텍스처화 작용제			
Rheozan®	0.2	-	-
Kelzan®	-	0.3	-
조성물			
점도 (mPa.s)	207.5	190	5
고체 (%)	5.10	5.20	4.90
섬유			
선밀도 (tex)	543	567	533
강열감량(%)	0.85	0.78	0.63
보풀 (mg/kg) / 막대의 수	31.2/6	22.0/6	7.9/6
강도 (N/tex)	0.48	0.36	0.48
이동 (%)	없음	없음	있음
R	-	-	7.8
L (m)	-	-	400

(c) : 비교예

[표 6]

	실시예 32	실시예 33	실시예 34 (c)
결합제			
Silquest® A174	0.25	0.25	0.25
Silquest® A1128	0.50	0.50	0.50
막-형성제			
AMP 90	0.25	0.25	0.25
Naxol® SH	3.50	3.50	3.50
PEG 2000	0.10	0.10	0.10
PEG 300	0.05	0.05	0.05
윤활제			
Emery® 6760	0.25	0.25	0.25
텍스처화 작용제			
Rheozan®	0.4	-	-
Rhodopol®	-	0.4	-
조성물			
점도 (mPa.s)	335	1020	5
고체 (%)	4.91	4.91	4.5
섬유			
선밀도 (tex)	306	284	305
강열감량(%)	0.83	0.88	0.89
보풀 (mg/kg) / 막대의 수	3.3/4	1.7/4	1.5/4
강도 (N/tex)	0.38	0.38	0.40
이동 (%)	없음	없음	있음
R	-	-	6.3
L (m)	-	-	1100

(c) : 비교예

[0201]

도면

## 도면1

